



REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA  
RECHERCHE SCIENTIFIQUE  
UNIVERSITE DJILLALI LIABES DE SIDI-BEL-ABBES  
Faculté de Technologie  
Département de Génie Mécanique



## THESE

Pour l'obtention du diplôme de

### Doctorat en Sciences

Spécialité : Génie Mécanique

Option : Science des Matériaux

Présentée par

**MOULAI ALI Boudjellel**

Le 23 Juillet 2019

---

### *Etude et modélisation micromécanique du comportement d'un polymère Amorphe*

---

#### - JURY -

Mr. Benattou Bouchouicha	Professeur	Université de Sidi Bel Abbés	Président
Mr. Benali Boutabout	Professeur	Université de Sidi Bel Abbés	Examineur
Mr. Abdkrim Aïd	Professeur	Université de Mascara	Examineur
Mr. Ali Merdji	Professeur	Université de Mascara	Examineur
Mr. El bahri Ould Chikh	Professeur	Université de Mascara	Directeur de thèse
Mr. Belabbes Bachir Bouiadjera	Professeur	Université de Sidi Bel Abbés	Co-directeur de thèse

2018 – 2019

# *Remerciements*

Ce travail a été réalisé au sein du Laboratoire de Mécanique et Structure de l'université de technologie de Mascara, sous la direction de Messieurs El Bahri OULD CHIKH et Belabbes BACHIR BOUIADJERA, respectivement Professeur à l'université de technologie de Mascara, et Professeur à l'université de technologie de Sidi bel abbés.

Je tiens à leur exprimer toute ma gratitude et ma profonde reconnaissance pour avoir accepté l'encadrement de ma thèse. Ils ont su orienter et diriger mes recherches en me laissant une complète autonomie et en me confiant la représentation du laboratoire lors des événements scientifiques. Qu'ils trouvent, ici, mes sincères remerciements.

Mes remerciements s'adressent également à Mr. Mohammed EL MEGUENNI, Docteur en mécanique et expert en simulation des polymères de l'école Polytechnique Universitaire de Lille, je retiendrai sa grande disponibilité, son soutien. Je le remercie également pour tout le temps qu'il m'a consacré à la discussion par Skype, et au moment de ces vacances en Algérie. Je le remercie profondément de son précieux aide scientifique pour structurer ce travail, et pour tous ces conseils le long de ces années de thèse.

Mes remerciements s'adressent également à Mr. Abdenour ZAIME, Maître de conférences à l'université de technologie de Mascara, que je le remercie particulièrement pour sa grande disponibilité, son soutien, et l'exemple qu'il incarne pour tous ces chercheurs. Qu'ils trouvent ici le témoignage d'une immense reconnaissance et d'un profond respect.

Je tiens à remercier Mr. Mohamed BELHAMIANI, responsable du laboratoire de recherche SSL (Smart Structures Laboratory) au centre universitaire de Ain Temouchent pour son soutien scientifique et ces précieux conseils.

Mes remerciements s'adressent à Monsieur le président et aux membres du jury qui me font l'honneur de participer à l'évaluation de ce travail. Ils ont également contribué par leurs remarques et suggestions à améliorer la qualité de ce mémoire, et je leur en suis très reconnaissant.

Enfin, Je dédie ce travail à mes chers parents, à ma famille, à mon épouse qui a toujours cru en moi, qui a été très présente pour me soutenir dans ce travail difficile et qui m'a rendu la vie de tous les jours fortement agréable. Je remercie également mes proches et amis qui m'ont toujours soutenu dans tout ce que j'ai entrepris.

Je remercie, enfin, l'ensemble du personnel de l'université de technologie de Sidi bel abbés, que j'ai côtoyé durant ces années.

# *Sommaire*



## **TABLES DES MATIERES**

Remerciements  
Table des matières  
Liste des Figures  
Liste des Tableaux  
Liste des notations

## **INTRODUCTION GÉNÉRALE** 01

## **CHAPITRE-I : ELÉMENTS BIBLIOGRAPHIQUES**

### **I.1 Introduction** 08

### **I.2 le matériaux polymère** 08

I.2.1 Généralités sur les polymères 08

I.2.2 Caractères spécifiques de la structure des Polymères amorphes 09

I.2.3 Structure et propriétés du PVC 10

### **I.3 Plasticité et endommagement des polymères amorphes** 13

I.3.1 Courbe contrainte-déformation 13

I.3.2 Observations macroscopiques de l'endommagement 15

I.3.2.1 Les bande de cisaillement 15

I.3.2.2 Striction 16

I.3.2.3 phénomène de craquelure 18

a- La nucléation (germanition) 20

b- La croissance 21

c- Craquelures et rupture 22

I.3.3 Compétition entre bandes de cisaillement et craquelures 22

### **I.4 Déformation plastique des polymères** 23

I.4.1 Seuil de plasticité 23

I.4.2 Critères de plasticité générale 24

I.4.3 Formulation mathématique des critères 26

I.4.3.1 Le critère de Tresca 27

I.4.3.2 Le critère de Von Mises 27

I.4.2.3 Représentation graphique des critères de Tresca et de Von Mises 28

I.4.4 Effet de la pression hydrostatique sur le seuil de plasticité 29

I.4.5 Critère de Tresca modifié 29

I.4.6 Critère de Von Mises modifié 31

I.4.7 Représentation graphique des critères de Tresca et Von Mises modifiés 32

### **I.5 Paramètres influençant la plasticité** 33

# Tables des matières

---

I.5.1 La température	33
I.5.2 La vitesse de sollicitation	35
I.5.3 La pression hydrostatique	38
I.5.4 La structure moléculaire	40
I.5.5 L'environnement extérieur	41
<b>I.6 Conclusion</b>	41
<b>REFERENCES BIBLIOGRPHIQUES DU CHAPITRE I</b>	43
 <b>Chapitre-II : Caractérisation Expérimentales du PVC</b>	
<b>II.1 Introduction</b>	46
<b>II.2 Présentation du Matériau</b>	48
<b>II.3 Caractérisation du PVC</b>	49
<b>II.4 Principales méthodes employées en expertise :</b>	50
II.4.1 Traction uni axiale sur éprouvette	50
II.4.1.1 Vue générale de la plate-forme expérimentale	51
II.4.1.2 Géométrie des éprouvettes	52
II.4.2 Caractérisation du comportement plastique	53
II.4.2.1 Seuil de plasticité	53
II.4.2.2 déformation volumique et endommagement	55
II.4.3 Analyse spectrométrie infrarouge (IR) :	59
II.4.3.1 Principe de l'analyse	60
II.4.3.2 Méthode classique	61
II.4.3.3 Usage et applications	62
II.4.3.4 Analyse spectrométrie du PVC	63
II.4.4 Analyse enthalpique différentielle (DSC)	64
II.4.4.1 Principe d'analyse	65
II.4.4.2 Essai & Mesure	67
II.4.5 Analyse Thermogravimétrique (ATG)	69
II.4.5.1 Principe de la technique	69
II.4.5.2 Essai expérimentale	71
II.4.6 Microscopie optique	73
<b>II.5 Conclusion</b>	75
<b>REFERENCES BIBLIOGRPHIQUES DU CHAPITRE II</b>	76
 <b>CHAPITRE-III : Instabilités de déformation plastique du PVC</b>	

# Tables des matières

---

<b>III.1 Introduction</b>	79
<b>III.2 Structure et propriétés des polymères solides</b>	80
III.2.1 Transition de phase d'un polymère	81
III.2.2 Mécanismes de déformation des polymères	83
<b>III.3 Equations constitutives des polymères en traction</b>	84
III.3.1 Notion de comportement intrinsèque des polymères	84
III.3.2 Définition d'une loi de comportement	86
III.3.3 Critères d'instabilités plastiques	90
III.3.3.1 Formation d'une bande de cisaillement	92
III.3.3.2 Formation d'une striction diffuse	94
<b>III.4 Modélisation du comportement du PVC</b>	98
III.4.1 Résultat Expérimentale	98
III.4.2 Effet de la triaxialité des contraintes sur la striction	102
III.4.2.1 Dépendance du facteur de triaxialité au rayon de courbure	102
III.4.2.2 Dérivation de la formule de triaxialité pour des contraintes plane	103
III.4.3 Instabilité plastique	106
III.4.4 Evolution de l'endommagement	112
<b>III.5 Conclusion</b>	115
<b>REFERENCES BIBLIOGRPHIQUES DU CHAPITRE III</b>	116

## Chapitre-IV : Modélisation du Comportement du PVC

<b>IV.1 Introduction</b>	118
<b>IV.2 Critère de rupture</b>	119
IV.2.1 Approche de la mécanique linéaire de la rupture	119
IV.2.2 Approche de la mécanique non linéaire de la rupture	123
IV.2.3 Détermination expérimentale des paramètres de ténacité statique	125
<b>IV.3- Critère de dimensionnement contre le risque de rupture.</b>	127
IV.3.1 Diagrammes Intégrité-rupture (D.I.R)	127
IV.3.2 Principe de diagramme Intégrité rupture	130
IV.3.3 Formules d'interpolation entre les états limites de référence	131
IV.3.4 procédure des essais de base et les mesures $J_{IC}$	135
<b>IV. 4 Analyse Numérique</b>	138

# Tables des matières

---

IV.4.1 Présentation du code de calcul Abaqus/CAE™	138
IV.4.2 Système d'unités dans le code de calcul Abaqus	140
IV.4.3 Géométrie d'éprouvette	140
IV.4.4 Les conditions aux limites et propriété du matériau	142
IV.4.5 Maillage	143
<b>IV.5 Résultats et discussions</b>	146
IV.5.1 Influence de la sévérité d'entaille	146
IV.5.2 Détermination de la ténacité à l'aide de l'intégrale $J$	148
IV.5.3 Le paramètre énergétique $J$	150
IV.5.3.1 Détermination de l'amorçage de la fissure	150
IV.5.4 Coefficient de Sécurité	163
<b>IV.6 Conclusion</b>	165
<b>REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE IV</b>	166
<b>CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES</b>	167
<b>Annexe-I</b>	169
<b>Annexe-II</b>	174

## Liste des Figures

### CHAPITRE I

<b>Figure I.1</b>	Hierarchie dans la structure des matériaux polymères : (a) segment, (b) chaîne unique, (c) réseau de chaîne moléculaire (d) matériaux polymères.	9
<b>Figure I.2</b>	Evolution du comportement d'un polymère amorphe.	14
<b>Figure I.3</b>	Bande de cisaillement isolée dans le polycarbonate	16
<b>Figure I.4</b>	(a) courbe de la contrainte nominale en fonction de la déformation nominale $\epsilon$ , (b) courbe de la contrainte vraie en fonction de la déformation montrant une striction instable menant à la rupture sans étirage, (c) courbe de la contrainte vraie en fonction de la déformation montrant une striction stable suivie d'un étirage.	17 18
<b>Figure I.5</b>	Craquelure dans le polyéthylène	19
<b>Figure I.6</b>	les craquelures d'un polymère linéaire	20
<b>Figure I.7</b>	Ruptures des craquelures : a) au centre des fibrilles ; b) aléatoire, à l'interface craquelure-matériau solide	22
<b>Figure I.8</b>	Synergie entre les deux mécanismes dans un échantillon de P.E.T	23
<b>Figure I.9</b>	superposition des courbes représentatives des deux critères	28
<b>Figure I.10</b>	critères de Von Mises et de Tresca modifier et ajustés sur des valeurs expérimentales pour le polystyrène	32
<b>Figure I.11</b>	Evolution schématique du module d'élasticité d'un polymère amorphe avec la température ; Transition $\alpha$ et passage à l'état fluide	34
<b>Figure I.12</b>	Exemple de comportements en traction de polymères à 0,001 s <sup>-1</sup> en fonction de la température (donnée par rapport à leur T <sub>g</sub> respective)	35

## LISTE DES FIGURES

---

<b>Figure I.13</b>	Effet de la vitesse de déformation sur le comportement du PC à différentes vitesses de déformations	36
<b>Figure I.14</b>	Evolutions de la contrainte en fonction de la déformation pour le PC, le PMMA et le PAI pour différentes vitesses de déformation	37
<b>Figure I.15</b>	Courbe contraintes-déformations du PMMA en cisaillement à différentes pressions hydrostatiques	39
<b>Figure I.16</b>	Influence de la pression hydrostatique	40

## CHAPITRE II

<b>Figure II.1</b>	a) Photo du dispositif expérimental de caractérisation mécanique macroscopique. b) Schéma synoptique correspondant.	51
<b>Figure II.2</b>	Schéma de prélèvement des éprouvettes.	52
<b>Figure II.3</b>	a) Schématisation d'une éprouvette entaillée ; b) Géométries des quatre éprouvettes R2, R4, R10 et R80.	53
<b>Figure II.4</b>	Effet de la triaxialité sur la réponse du PVC en grandes déformations	54
<b>Figure II.5</b>	détermination du seuil plastique	55
<b>Figure II.6</b>	Effet de la triaxialité sur l'évolution de la déformation volumique	56
<b>Figure II.7</b>	Effet de la triaxialité sur l'évolution de l'endommagement.	56
<b>Figure II.8</b>	Evolution de la contrainte vraie et des différents mécanismes de déformation Volumique en fonction de la déformation vraie	59
<b>Figure II.9</b>	Schéma de fonctionnement d'un spectromètre infrarouge « classique ».	61
<b>Figure II.10</b>	Spectre IR des films PVC et PVC plastifié.	64
<b>Figure II.11</b>	Thermo grammes DSC d'un échantillon de PVC.	67
<b>Figure II.12</b>	Schéma du principe de l'analyse thermogravimétrique (ATG)	70

## LISTE DES FIGURES

---

<b>Figure II.13</b>	Courbes thermogravimétriques d'un échantillon de <i>PVC</i> .	71
<b>Figure II.14</b>	Courbes ATG d'un échantillon de <i>PVC</i> pure et <i>PVC</i> plastifié.	72
<b>Figure II.15</b>	Photographie macroscopique d'une éprouvette après rupture	73
<b>Figure II.16</b>	a) Photographie macroscopique d'une éprouvette (R80) avec sens d'observation, b) Observations du faciès de rupture	74

## CHAPITRE III

<b>Figure III.1</b>	Représentation schématique de la rotation d'une chaîne macromoléculaire	80
<b>Figure III.2</b>	Evolution typique du module d'Young des polymères amorphes et semi-cristallins avec la température	82
<b>Figure III.3</b>	Variation du coefficient de durcissement relatif $\gamma = (\partial \ln \sigma / \partial \epsilon)_{\epsilon, T}$ du <i>PVC</i> avec la déformation	89
<b>Figure III.4</b>	Construction de Considere avec : a) pas de tangente possible = pas de striction ; b) une tangente d'où striction qui s'amorce puis fracture ; c) deux tangentes d'où striction et propagation stable de celle-ci.	92
<b>Figure III.5</b>	Cas simplifié de la formation d'une bande de cisaillement dans un échantillon soumis à un cisaillement simple macroscopique.	93
<b>Figure III.6</b>	Formation et propagation d'une striction dans un barreau cylindrique de Polyéthylène à Haute densité	94
<b>Figure III.7</b>	Variation du coefficient de durcissement relatif $\gamma$ du <i>PVC</i> avec la déformation vraie.	97
<b>Figure III.8</b>	Comparaison entre les résultats de la modélisation propose par G'sell et les données expérimentales	101
<b>Figure III.9</b>	Dépendance du facteur de correction de triaxialité de Bridgman $F_T$ au rapport $(R/a)$ .	103
<b>Figure III.10</b>	Esquisse d'une éprouvette de déformation plane à rainures plates.	104

## LISTE DES FIGURES

---

<b>Figure III.11</b>	taux de triaxialité en fonction du rapport ( $a/R$ ) pour différents rayon de courbure.	106
<b>Figure III.12</b>	Evolution de la contrainte vraie en fonction de la déformation vraie pour les quatre rayons de courbure.	108
<b>Figure III.13</b>	Comparaison entre les résultats expérimentaux, théoriques et celle modifier par un facteur de triaxialité pour les quatre rayons de courbure.	111
<b>Figure III.14</b>	Evolution de l'endommagement par rapport à la contrainte axiale vraie.	114

## CHAPITRE IV

<b>Figure IV.1</b>	Etats limites de référence et positionnement dans le diagramme ( $k_r$ ; $S_r$ ).	130
<b>Figure IV.2</b>	Diagramme intégrité- rupture, définition de la zone de sécurité	131
<b>Figure IV.3</b>	Contour $\Gamma$ .	135
<b>Figure IV.4</b>	Méthodes de calcul de $J$ pour les cas de déplacement et de force imposée	137
<b>Figure IV.5</b>	Étapes à suivre pour la programmation.	139
<b>Figure IV.6</b>	a) échantillon de flexion en forme d'arc découpé à partir de la paroi d'un tube, b) Géométrie et dimensions d'une éprouvette Arquée.	141
<b>Figure IV.7</b>	Application des conditions aux limites et chargement	142
<b>Figure IV.8</b>	Type d'élément utilisé pour le maillage, (a) éléments Hexaèdres, (b) éléments Tétraèdre	144
<b>Figure IV.9</b>	Influence du type d'élément de maillage sur l'évolution de la contrainte $\sigma_{yy}$ le long du ligament.	145
<b>Figure IV.10</b>	Courbes charge - déplacement pour différentes longueurs de fissure	146
<b>Figure IV.11</b>	Courbes charge - déplacement plastique pour différentes longueurs de fissure	148



## LISTE DES FIGURES

---

<b>Figure IV.12</b>	Mesure de l'énergie à partir d'une courbe charge - déplacement	149
<b>Figure IV.13</b>	Variation de l'énergie en fonction de la longueur de fissure	149
<b>Figure IV.14</b>	Déformation de l'éprouvette Arquée et évolution de la pré-entaille au cours de la sollicitation.	151
<b>Figure IV.15</b>	(a) Charge et intégrale J en fonction du déplacement pour les Cinque rapport	154
<b>Figure IV.16</b>	l'évolution de l'intégrale J en fonction du déplacement plastique	155
<b>Figure IV.17</b>	Evolution de JM en fonction d'a/W pour les trois méthodes	155
<b>Figure IV.18</b>	Isovaleur au moment de l'instabilité plastique. a) contraintes équivalentes ; b) déformations plastiques équivalentes.	157
<b>Figure IV.19</b>	Isovaleur des contraintes au moment de coalescence : (a) contrainte équivalente et (b) contrainte moyenne. a/w=0.45	158
<b>Figure IV.20</b>	Isovaleur des contraintes au moment de coalescence : (a) contrainte équivalente et (b) contrainte moyenne. a/w=0.47	159
<b>Figure IV.21</b>	Isovaleur des contraintes au moment de coalescence : (a) contrainte équivalente et (b) contrainte moyenne. a/w=0.49	160
<b>Figure IV.22</b>	Isovaleur des contraintes au moment de coalescence : (a) contrainte équivalente et (b) contrainte moyenne. a/w=0.51	161
<b>Figure IV.23</b>	Isovaleur des contraintes au moment de coalescence : (a) contrainte équivalente et (b) contrainte moyenne. a/w=0.53	162
<b>Figure IV.24</b>	Définition du facteur de sécurité dans un diagramme intégrité rupture	164

## Liste des tableaux

### CHAPITRE I

<b>TABLE I.1</b>	Applications typiques du polypropylène	13
------------------	--	----

### CHAPITRE II

<b>TABLE II.1</b>	Spécifications techniques et physiques du PVC.	49
-------------------	--	----

<b>TABLE II.2</b>	résultats d'analyse de la température de transition vitreuse de l'échantillon de PVC par DSC.	68
-------------------	---	----

<b>TABLE II.3</b>	résultats d'analyse thermogravimétriques de PVC pure et PVC plastifié.	73
-------------------	--	----

### CHAPITRE IV

<b>TABLE IV.1</b>	Les équations Proposées pour le diagramme intégrité-Rupture	132
-------------------	---	-----

<b>TABLE IV.2</b>	Système d'unités pour la programmation	140
-------------------	--	-----

<b>TABLE IV.3</b>	caractéristiques mécaniques du <i>PVC</i>	143
-------------------	---	-----

<b>TABLE IV.4</b>	Comparaison entre les deux types d'éléments de maillages	145
-------------------	--	-----

<b>TABLE IV.5</b>	Valeurs des coefficients de sécurité et de fiabilité pour un défaut géométrique $a/w = 0.45$ .	164
-------------------	--	-----

# Liste des notations

$a$	Longueur de fissure
$a_{ef}$	Longueur effective de fissure
$a_c$	Taille de défaut critique
$F(a/w)$	Correction de géométrie ou fonction de calibration des éprouvettes de mécanique de rupture
$w$	Langueur de l'éprouvette
$G$	Taux d'énergie élastiqued disponible
$G_c$	Taux d'énergie élastiqued disponible critique
$E$	Module d'Young
$E'$	$E/(1-\nu^2)$
$\nu$	Coefficient de poisson
$J$	Intégrale énergétique
$J_{el}$	composante élastique de l'intégral $J$
$J_{pl}$	composante plastique de l'intégral $J$
$\eta_{el}$	facteurs de proportionnalité (de correction) élastique
$\eta_{pl}$	facteurs de proportionnalité (de correction) plastique
$U_{el}$	Energies potentielle élastique
$U_{pl}$	Energies potentielle plastique.
$\Gamma$	contour entourant le front de la fissure
$K_{Ic}$	Facteur d'intensité de contraintes critique
$K_c$	Ténacité
$K_r$	Ténacité non dimensionnelle
$S_r$	Contrainte non dimensionnelle
$R_e$	Limite d'élasticité
$R_c$	Containte d'écoulement
$R_m$	Résistanceeu ltime

## LISTE DES NOTATIONS

---

$R_{0.2}$	limite d' élasticité conventionnelle du matériau
$\delta$	Ecartement de fissure
$\delta_c$	Ecartement critique de fissure
$\gamma$	Energie surfacique de rupture
$\gamma_{ef}$	Energie surfacique effective
$\alpha$	Constante de la loi de Ramberg-Osgood
$\sigma_{ij}$	Composante du tenseur des contraintes
$\sigma_N$	Contrainte nominale
$\sigma_g$	Contrainte globale
$\phi$	Facteur de correction
$\varepsilon_{ref}$	Déformation de référence
$\varepsilon_{el}$	Déformation élastique
T	Température de transition
P	charge
$\theta$	rotation due à la présence de fissure

# *Introduction Générale*

### Introduction Générale

Le terme polymère vient du grec "polus" plusieurs et "meros" parties, ce qui signifie qu'il s'agit d'une structure ayant une architecture le plus souvent linéaire (chaîne de polymère) ou tridimensionnelle (réseau tridimensionnel) constituée par l'enchaînement covalent de plusieurs unités chimiques de répétitions ou motifs unitaires. La différence avec une grosse molécule quelconque provient de cette répétition de molécules identiques ou similaires et constituant une chaîne ou une portion de chaîne.

Le concept de macromolécules a été établi par H. Staudinger dans les années 1920. C'est aussi dans les années 1920 que W.H. Carothers de la Compagnie Dupont de Nemours et son équipe ont réalisé la synthèse d'un matériau macromoléculaire (le polyamide). Les premières fibres de polyamide 6-6 ont été élaborées dès 1935 et ont été commercialisées en 1939.

Les polymères naturels ont été les premiers matériaux utilisés : bois et fibres végétales, cuir, tendons d'animaux, laine, etc. Les polymères synthétiques ont été développés durant la Seconde Guerre mondiale, les États-Unis étant alors privés de leur approvisionnement en caoutchouc naturel (sève d'hévéa).

Les polymères sont utilisés essentiellement pour :

- leur souplesse : textiles, joints, flexibles, élastiques, films plastiques (emballage, sacs) ;
- leur facilité de mise en forme : moulage d'objets de forme parfois complexe, contenants (flacons, bouteilles, bidons, cuves) ;
- leur légèreté (faible masse volumique, certains flottent dans l'eau) : matrices de matériaux composites (construction navale, aviation), objets du quotidien ;
- leurs propriétés de surface : anti-adhérence (Téflon) ou au contraire forte adhérence (pneu, peinture, colle) ;
- leurs propriétés isolantes, thermiques et électriques ;
- leur résistance à divers environnements chimiques : alimentaire, acides, ...

## Introduction Générale

---

Les limites d'utilisation sont :

- la température : leurs propriétés mécaniques se dégradent dès que la température s'élève, la plupart des polymères s'altèrent, brûlent ou fondent à température modérée (inférieure à 300 °C) ;
- la dégradation sous l'effet des rayons ultraviolets, de l'air (dioxygène, ozone) et de l'eau ;
- leur faible dureté, leur faible résistance à la traction (sauf les fibres).

Les polymères en tant que matériau sont connus depuis longtemps : par exemple, l'emploi du caoutchouc naturel donné par l'Hévéa est pratiqué depuis plus de cent ans (vulcanisation à la soufre mise au point par Goodyear vers 1840). Cependant, c'est avec le développement des polymères de synthèse que la science des matériaux macromoléculaires a pris son essor. En effet, c'est à la fin du 19<sup>ème</sup> siècle que les premières matières plastiques ont vu le jour, inventées par L.H. Baekeland, mais la production industrielle à grande échelle de ces matériaux a réellement commencé à partir de la première guerre mondiale, le plastique s'imposant dans de nombreux secteurs en raison de la pénurie des matières premières telles que le bois ou l'acier. Dans les années 1930 à 1940, les grands laboratoires de recherche allemands et américains ont mis au point les principaux thermoplastiques : polychlorure de vinyle (*PVC*), polystyrène (*PS*), polyéthylène (*PE*), polyamide (*PA*)...etc. La production mondiale de matières plastiques n'a depuis cessé de s'accroître ces dernières années, montrant en moyenne une progression en volume de +6% chaque année.

Le secteur de la plasturgie a connu de grandes avancées technologiques, tant sur la conception de nouveaux matériaux que sur les procédés de transformation des matières plastiques. La facilité de mise en œuvre de ces matériaux, des propriétés mécaniques différentes, choisies selon l'application demandée, permet leur utilisation dans de nombreux domaines industriels.

## Introduction Générale

---



Figure 1 Exemples d'application.

» L'industrie automobile remplace des pièces mécaniques métalliques par des pièces en polymère de géométrie identique avec une plus faible densité permet un meilleur rapport poids / puissance.

» L'industrie textile modifie les fibres par l'ajout de polymère permettant d'obtenir un comportement anti-ampoule à partir de l'amélioration du frottement peau / textile.

» Le domaine du sport est également concerné avec le désormais célèbre 'Jabulani', ballon de la coupe du monde 2010. La synthèse et l'assemblage particulier des huit pièces de polymère permettent d'obtenir une sphéricité tellement bonne que les gardiens de but se sont plaints des trajectoires obtenus.

De nombreux autres domaines industriels sont également concernés, tel que le secteur de l'emballage, le bâtiment, l'industrie électrique et électronique, l'innovation a ainsi permis



## Introduction Générale

---

aux matériaux plastiques d'acquérir des qualités qui font que ceux-ci s'imposent maintenant sur de nombreux marchés techniques à haute valeur ajoutée, tels que l'aéronautique, le spatial et le biomédical (figure 1).

Néanmoins, si le comportement mécanique des polymères, bien connu empiriquement, rend leur utilisation toujours plus innovante et diversifiée, la compréhension des phénomènes complexes liés à la déformation des polymères soumis à des contraintes est encore à étudier.

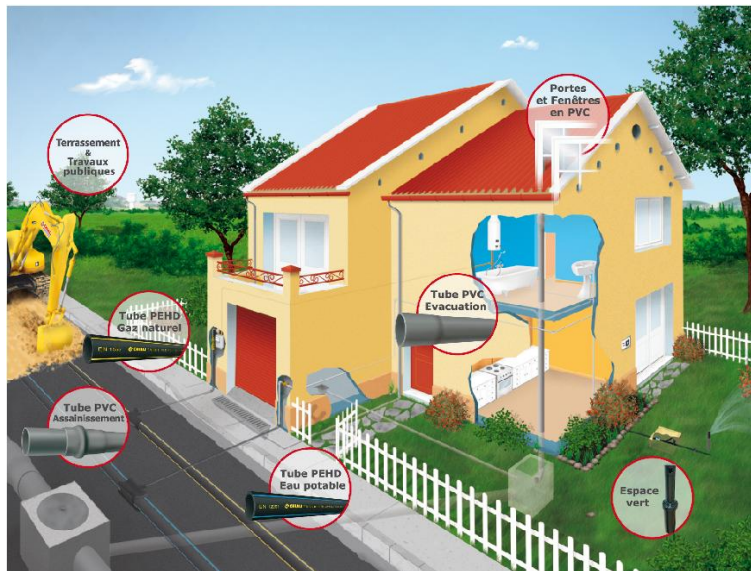


Figure 2 Exemples d'application des conduites en *PVC*.

En ce qui concerne cette étude, on s'intéresse à l'étude du comportement mécanique, l'endommagement et la rupture d'un Polychlorure de Vinyle (*PVC*) utilisé pour la fabrication des conduites pour des utilisations le plus particulièrement sous pressions internes et contraintes externes. Un produit sous pression et en contact direct circule à l'intérieur de la conduite (figure 2). Ce dernier est un polymère modèle de la famille des polymères amorphes. Il représente un réel intérêt industriel puisqu'il est l'un des polymères thermoplastiques les plus produits dans le monde, principalement utilisé dans des applications adaptées à la fabrication de conduites destinées à la réalisation des divers réseaux pour ses facultés de résistance aux conditions d'utilisation sévères (impact,

## Introduction Générale

---

fluage, fatigue...etc.). Dans le contexte de l'exploitation de ce matériau, s'ajoute à ses propriétés, un rôle structural qui requiert la connaissance du comportement du matériau et de sa tenue à long terme. Dans les conditions réelles de service, ce thermoplastique présente en outre un régime de durée de vie et un mode de rupture atypique dont l'origine physique est encore très mal connue.

La compréhension des micromécanismes de déformation et d'endommagement du *PVC* à partir de son comportement mécanique, et une meilleure connaissance des processus à l'origine de la rupture constituent la problématique de cette thèse. L'étude du *PVC* en grandes déformations n'a fait l'objet que de rares travaux. En l'absence de connaissances poussées sur ce matériau en grandes déformations, l'étude entreprise dans ce travail de thèse, a pour ambition d'aboutir à une meilleure compréhension de son comportement mécanique de façon large.

En ce qui concerne le plan suivi dans ce manuscrit, nous allons rappeler dans le premier chapitre, un état des lieux des connaissances sur la microstructure et morphologie des polymères, et plus précisément celles des polymères amorphes. En particulier, la structure et les propriétés du *PVC* seront décrites. Les caractéristiques mécaniques sous sollicitations simples de plusieurs polymères amorphes sont présentées au travers d'observations expérimentales mettant en évidence les effets de la vitesse de déformation, de la température et de la pression hydrostatique. Les divers mécanismes de déformation et d'endommagement observés dans les polymères amorphes, ainsi que différentes lois de comportement sont exposés et discutés. Par ailleurs, les principales approches dédiées à l'étude mécanique de l'endommagement des matériaux seront brièvement présentées.

L'effet de la triaxialité sur le comportement mécanique du *PVC* en grandes déformations ainsi que les techniques expérimentales mises en œuvre et outils d'analyse auxquels l'étude va recourir feront l'objet du deuxième chapitre. Des essais de traction sur éprouvettes plates entaillées ont été réalisés afin de faire varier le taux de triaxialité en contrainte plane. La forte déformation et l'étirement de la matière permettent une détermination macroscopique des phénomènes d'endommagement qui se sont déroulés à

## Introduction Générale

---

une échelle microscopique. Le paramètre d'endommagement retenu est la variation de volume plastique. Afin d'étayer les résultats obtenus à l'échelle macroscopique, quelques observations microscopiques réalisées sur les faciès de rupture seront présentées.

Le domaine des procédés de mise en œuvre industriels des conduites en *PVC* est très affecté par le phénomène d'instabilité plastique lié à des processus de localisation de la déformation, puisque celui-ci contrôle l'aspect et les performances du produit final. Il est donc indispensable de bien comprendre les mécanismes à l'origine de l'instabilité plastique.

Dans le chapitre III, nous nous intéresserons en particulier à l'initiation et à la propagation de la striction, sur lesquelles de nombreux modèles dans la littérature ont été proposés. Notre travail est porté en particulier sur le modèle de G'Sell, et ceci jusqu'aux grandes déformations. L'apparition de la striction correspond au passage par un maximum de force, dont la valeur est retenue pour caractériser la contrainte d'écoulement. Pour notre matériau, la striction apparaît beaucoup plus tôt en déformation. En outre, à partir d'un niveau de déformation critique, et en fonction de la triaxialité, la striction se stabilise à l'endroit de son amorçage (dans l'entaille), et la largeur de la section minimale ne varie pratiquement plus. Cette stabilisation est notamment due à une forte augmentation de la contrainte qui est due elle-même à l'effet de la triaxialité. Les modélisations seront ensuite confrontées aux résultats d'essais, ce qui nous permettra d'évaluer la pertinence et l'efficacité du modèle de G'Sell. Ce travail de confrontation expérience / modélisation fera l'objet du troisième chapitre qui comprendra également une comparaison avec des résultats numériques et une discussion générale.

Le dernier et quatrième chapitre est consacré à la modélisation numérique par éléments finis du comportement mécanique et de l'endommagement du *PVC*. Des éprouvettes fissurées ont été étudiées numériquement ont permis de discuter/juger de la pertinence des critères impliquant les concepts de la mécanique de la rupture ductile pour l'étude du *PVC*. Pour étayer la discussion, intégrale  $J$  a été utilisé comme une approche énergétique de la mécanique de la rupture qui a été examinée sur un type d'éprouvette

## **Introduction Générale**

---

arquée sollicitées en flexion trois points. Les résultats obtenus mettent en évidence un comportement très ductile caractérisé par l'existence d'une large phase de déformation plastique. Au plan microstructural, la forte déformation en pointe de fissure conduit à un endommagement manifesté par de nombreuses cavités et craquelures. La combinaison des différents résultats obtenus au cours de ce travail de thèse a permis de déterminer la ténacité du PVC et de mieux cerner les mécanismes d'endommagement susceptibles de se produire en pointe de fissure au cours des sollicitations mécaniques.

Enfin, une conclusion permet de donner les principaux points obtenus dans ce travail de thèse et d'esquisser les perspectives.

*Chapitre I*  
*Eléments Bibliographiques*

### I.1 Introduction

Le présent chapitre est consacré à la description de la déformation des polymères amorphes. Avant de s'intéresser au comportement des polymères amorphes, il est important de présenter une caractérisation microstructurale de ces matériaux afin de disposer d'une bonne connaissance de leur état de référence. Cette caractérisation fait l'objet de la première partie de ce chapitre. Le matériau étudié, le polychlorure de vinyle (*PVC*), est plus particulièrement décrit. La seconde partie porte sur la description, d'un point de vue global du comportement mécanique des polymères amorphes à partir des observations déjà effectuées lors des essais mécaniques simples, ainsi que d'illustrer de façon simple les principaux effets agissant sur les réponses mécaniques de ce type de matériaux. Par la suite, nous présenterons les divers mécanismes de déformation et d'endommagement des polymères amorphes pouvant intervenir lors des sollicitations mécaniques. Nous allons rappeler aussi, les différentes études réalisées permettant de décrire la déformation plastique des polymères amorphes. Enfin, la dernière partie du chapitre est consacrée à la description des différents mécanismes physiques d'endommagement et de quelques modèles associés.

### I.2 Le matériaux polymère

#### I.2.1 Généralités sur les polymères

La plupart des plastiques sont des solides sous leur forme finale. Mais à une certaine étape de leur existence, ils sont liquides et peuvent être transformés sous de nombreuses formes. Cette transformation implique généralement l'utilisation de chaleur et / ou de pression. De nos jours, on compte plus de cinquante différentes familles de plastique dans l'industrie et chaque famille peut avoir des douzaines de variations.

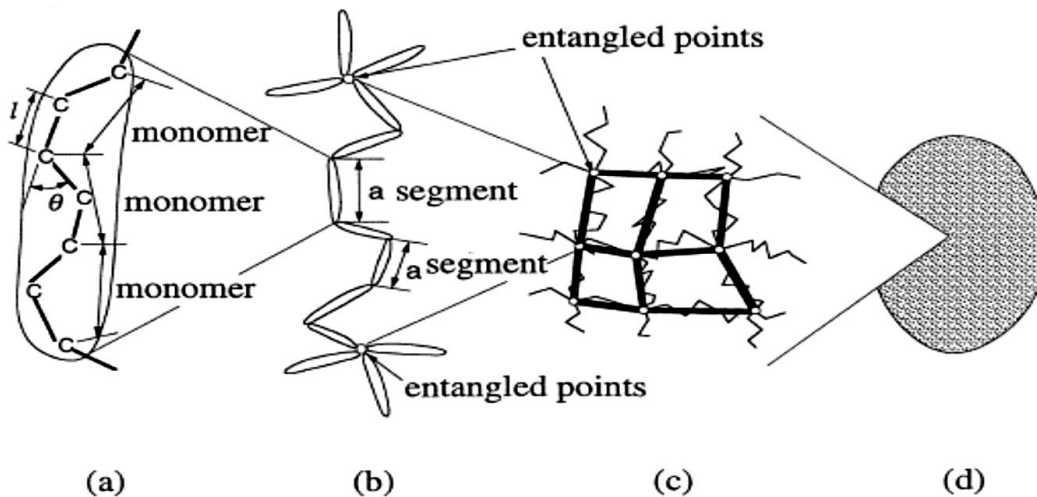
Ce sont des matériaux complexes dont le comportement face à la pression varie : sous de faibles contraintes, ils réagissent en se déformant de manière élastique et viscoélastique ; sinon, ils suivent un comportement plastique dont il résulte ce qu'on appelle de l'endommagement. Au niveau macroscopique, les phénomènes de déformation plastique

## Chapitre-I : Eléments Bibliographiques

---

se traduisent principalement par l'apparition de bandes de cisaillement et/ou de craquelures.

La plasticité est influencée par divers paramètres que sont principalement la température et la vitesse de sollicitation. Elle n'est pas forcément néfaste pour les polymères, cependant au-delà du seuil de plasticité (défini par les échelles de Tresca ou de Von Mises), l'endommagement nuit aux propriétés mécaniques (rigidité, résistance mécanique) et peut mener à la rupture de la pièce.



**Figure I.1:** Hiérarchie dans la structure des matériaux polymères : (a) segment, (b) chaîne unique, (c) réseau de chaîne moléculaire (d) matériaux polymères.[1]

### I.2.2 Caractères spécifiques de la structure des Polymères amorphes

Les polymères sont souvent décrits comme étant cristallins ou amorphes alors qu'il est plus exact de décrire les plastiques par leur degré de cristallinité. Aucun polymère n'est à 100 % cristallin car autrement il ne pourrait se dissoudre à cause de sa structure très organisée. Cependant, plusieurs polymères sont considérés comme des matériaux semi-cristallins avec un maximum de 80 % de cristallinité.

Les matériaux amorphes n'ont pas un ordre établi dans leur structure moléculaire qui les compose et peuvent être comparés à un bol de spaghettis cuits. Les plastiques amorphes

## Chapitre-I : Eléments Bibliographiques

---

incluent les polymères atactiques alors que leur structure moléculaire ne résulte généralement pas à une cristallisation. Cette catégorie de plastiques amorphes inclut entre autres le polystyrène, le PVC et l'acrylique.

Les polymères amorphes manifestent des comportements mécaniques spécifiques : le crazing et l'écoulement à froid, dont l'apparition et surtout l'évolution sont les conséquences de la structure macromoléculaire linéaire.

Le premier phénomène est une microfissuration dont la nature, l'évolution, l'influence sur les propriétés résiduelles dépendant de la structure sont nettement différentes de ce qui peut être observé dans les autres matériaux : métaux, céramiques, verres, dans lesquels pourtant se forment des microfissures.

Le second commence comme la formation d'une striction dans un métal soumis à un essai de traction, mais, au lieu d'aboutir rapidement à la rupture, le phénomène évolue de façon très différente : les macromolécules se déroulent et se stabilisent dans une nouvelle organisation conférant au matériau des propriétés nouvelles.

### I.2.3 Structure et propriétés du PVC

Le matériau étudié dans ce travail est le polychlorure de vinyle ou chlorure de polyvinyle. Il fait partie de la famille des thermoplastiques amorphes, connu généralement sous le sigle PVC.

Avant de s'intéresser aux caractéristiques de comportement mécanique du *PVC* présentées dans les chapitres suivants, nous allons rappeler dans cette partie, la structure chimique de ce matériau ainsi que ses diverses propriétés.

Le PVC de qualité commerciale est produit principalement par polymérisation en suspension et en émulsion initiée par les radicaux libres du chlorure de vinyle. La polymérisation en suspension représente plus de 80% du PVC produit. La solution et la polymérisation en masse sont également utilisées dans une certaine mesure. Cependant, il existe des difficultés avec la polymérisation en masse parce que le PVC est insoluble dans le monomère, et donc précipite. Dans la polymérisation en suspension, des gouttelettes de chlorure de vinyle sont mises en suspension dans l'eau au moyen de colloïdes protecteurs



## Chapitre-I : Eléments Bibliographiques

---

tels que l'alcool polyvinylique, la gélatine ou la méthyl-cellulose dans des récipients sous pression équipés d'agitateurs et de systèmes d'évacuation de la chaleur.

La polymérisation est effectuée à des températures de 40 à 70 ° C, typiquement autour de 60 ° C. Des températures plus élevées peuvent entraîner une ramification mineure et une formation excessive de HCl par déshydrochloration.

Des températures plus basses produisent une teneur élevée en polymères syndiotactiques. A un point final prédéterminé, le monomère de chlorure de vinyle n'ayant pas réagi est extrait de la suspension sous vide. En raison de préoccupations environnementales et sanitaires, un contrôle rigoureux de l'échappement du chlorure de vinyle monomère dans l'atmosphère devient un problème important. [2].

Le poly (chlorure de vinyle) est partiellement syndiotactique ; il a un faible degré de cristallinité dû à la présence d'irrégularités structurelles. Le PVC est relativement instable à la chaleur et à la lumière. Le PVC non stabilisé subit une déshydrochloration lorsqu'il est chauffé au-dessus de sa Tg (environ 87 ° C), par exemple pendant le traitement à l'état fondu. Ceci conduit à la production d'acide chlorhydrique, à la formation d'une couleur intense et à la détérioration des propriétés du polymère. Par conséquent, dans la pratique, un certain nombre d'ingrédients doivent être ajoutés au PVC pour améliorer la stabilité thermique et ainsi améliorer les performances du traitement et du produit. Les stabilisants thermiques sont l'additif le plus important. Ce sont généralement des sels organométalliques de l'étain, du plomb, du baryum-cadmium, du calcium et du zinc. D'autres additifs comprennent des lubrifiants, des plastifiants, des modificateurs d'impact, des charges et des pigments.

Les propriétés du PVC peuvent être modifiées par modification chimique, copolymérisation et mélange. L'homopolymère de PVC contient environ 57% de chlore. Le PVC chloré avec une teneur en chlore augmentée à 67% à une température de déformation thermique supérieure à celle de l'homopolymère. Ceci étend la plage de température sur laquelle les produits peuvent être utilisés, permettant une utilisation dans des conduites d'eau chaude résidentielles par exemple. Plus de 90% du PVC produit est

## Chapitre-I : Eléments Bibliographiques

---

sous la forme d'un homopolymère avec le reste sous la forme de copolymères et dans une faible mesure de terpolymères.

Les produits de film flexibles sont obtenus en copolymérisant du chlorure de vinyle avec des monomères à chaîne flexible tels que l'acétate de vinyle et le chlorure de vinylidène. Les avantages des copolymères avec de petites quantités d'acétate de vinyle sur l'homopolymère comprennent un point de ramollissement plus bas et une solubilité plus élevée et, par conséquent, une aptitude au traitement améliorée, une stabilité améliorée et une meilleure couleur et une meilleure transparence. Les copolymères les plus importants sur le plan commercial contiennent environ 13% d'acétate de vinyle et sont utilisés pour les phonographes et les dalles de vinyle. Les copolymères avec le chlorure de vinylidène ont de meilleures propriétés de traction que l'homopolymère. Ils sont utilisés dans les applications de revêtement en raison de leur solubilité améliorée. Copolymères de chlorure de vinyle et de fumarate de diéthyle ou maléate de diéthyle (teneur de 10 à 20%), tout en conservant

La température de ramollissement de l'homopolymère de poly (chlorure de vinyle) a une ouvrabilité et une ténacité améliorées. La ténacité du PVC peut également être améliorée en mélangeant avec des résines à fort impact comme l'ABS.

Comme indiqué précédemment, le PVC est disponible sous forme de résines rigides ou flexibles. Le PVC flexible est obtenu en incorporant des plastifiants internes ou externes dans le PVC. Le PVC rigide représente environ 55% du PVC utilisé tandis que le PVC plastifié ou flexible représente le reste. La plus grande utilisation du PVC est pour les systèmes de tuyauterie. Les principaux domaines d'utilisation et applications typiques du PVC sont énumérés dans le tableau I.1.

## Chapitre-I : Eléments Bibliographiques

Secteur	Applications typiques
Système des pipes	Conduites sous pression : approvisionnement et distribution d'eau, irrigation agricole, traitement chimique. tuyaux sans pression : tuyaux d'évacuation, de vidange et de ventilation, systèmes d'égout, conduits pour l'électricité et le téléphone, câbles.
Bâtiment construction	Revêtement, cadres de fenêtres, des gouttières, des garnitures intérieures, revêtements de sol, l'isolation des câbles, tapisserie d'ameublement, rideaux de douche, joints de réfrigérateur.
Transport	tapis de plancher, dessus automatiques, fil d'automobile, garniture intérieure et extérieure
Les produits de consommation	Chaussures, vêtements d'extérieur, articles de sport, jouets....

**TABLE I.1** Applications typiques du polypropylène

### I.3 Plasticité et endommagement des polymères amorphes

#### I.3.1 Courbe contrainte-déformation

Pour comprendre le comportement d'un matériau polymère lors d'une sollicitation en traction par exemple, et donc prédire sa rupture, les polyméristes s'appuient sur des courbes décrivant l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation. Ces courbes, décrivant le comportement mécanique, sont découpées en différents domaines.

L'évolution de la contrainte vraie en fonction de la déformation vraie montre l'existence d'un maximum de la contrainte, appelé contrainte d'écoulement, suivi d'un adoucissement puis d'un durcissement aux grandes déformations. Ceci conduit à distinguer trois stades :

1- Pour des petites déformations, le polymère suit un comportement linéaire décrit par la loi de Hooke :

$$\sigma = E \cdot \varepsilon \quad (I.1)$$

C'est le domaine élastique.

2- Pour des déformations légèrement supérieures, on entre dans le domaine viscoélastique.

## Chapitre-I : Eléments Bibliographiques

3- Le seuil de plasticité, noté  $y$ , représente la limite entre le domaine élastique et le domaine plastique. Typiquement, ce seuil intervient aux environs de 5 à 15 % de déformation.

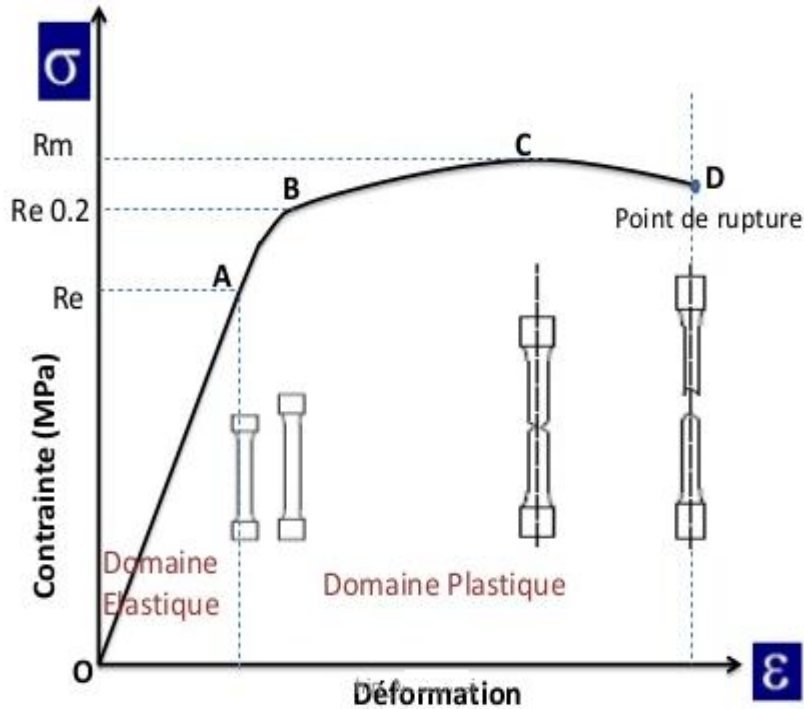


Figure I.2 : Evolution du comportement d'un polymère amorphe.

Pour le domaine plastique, on distingue différentes zones :

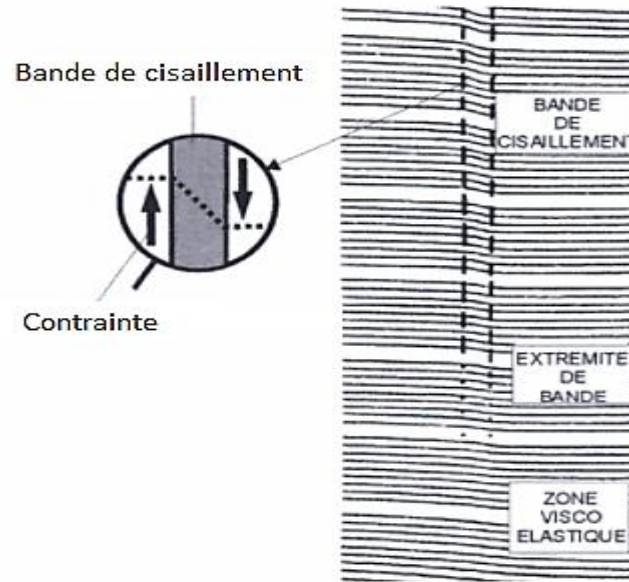
- L'apparition de la striction, où la déformation plastique est instable du fait de la localisation des déformations. Cette striction est générée par les bandes de cisaillement ;
- La zone d'étirage, qui s'étend sur de grandes déformations et qui correspond à l'allongement et à l'alignement des chaînes de polymère à contrainte constante ;
- Le durcissement final, étape durant laquelle les chaînes sont en extension ;
- La rupture, où le polymère cède.

### I.3.2 Observations macroscopiques de l'endommagement

Une connaissance précise des mécanismes de déformation et d'endommagement est nécessaire à l'analyse du comportement et des propriétés mécaniques du matériau. Les mécanismes de déformation et d'endommagement observés dans un matériau polymérique sont étroitement liés à sa nature [3]. On distingue les mécanismes de déformation, telle que la striction des éprouvettes tendues, observés à une échelle macroscopique et les mécanismes observés à une échelle petite. Ces dernières résultent de déformations qui n'impliquent pas la contribution de l'ensemble du volume soumis à la contrainte, mais des zones de dimensions microscopiques à l'intérieur desquelles des déformations plastiques hétérogènes sont confinées [4]. Les craquelures et les bandes de cisaillement observées dans les polymères relèvent de cette famille de mécanismes de déformation. Les deux mécanismes de déformation sont viscoplastiques et, pour certaines conditions de température et/ou de vitesse de chargement, peuvent apparaître simultanément. Les polymères vitreux présentent ces deux modes élémentaires de déformation.

#### I.3.2.1 Les bande de cisaillement

Les bandes de cisaillement sont couramment observées pendant la déformation plastique à grande vitesse des matériaux métalliques ou des polymères, notamment lors de chocs de véhicules ou de projectiles, ou à l'occasion de la mise en forme ou de l'usinage rapide des matériaux. Un grand nombre de travaux ont été consacrés à ce phénomène, car la rupture intervient souvent à l'intérieur de ces zones étroites de cisaillement intense. La formation des bandes de cisaillement est le plus souvent interprétée de la façon suivante : environ quatre-vingt-dix pour cent (90%) de l'énergie de déformation plastique est convertie localement en chaleur, alors que la contrainte d'écoulement de la plupart des matériaux présente une sensibilité à la température, décroissant lorsque la température augmente (matériaux thermo-adoucissants). Il en résulte une localisation quasi-adiabatique du cisaillement dans les régions les plus chaudes, et déformées le plus rapidement.



**Figure I.3 :** Bande de cisaillement isolée dans le polycarbonate [5].

Un certain nombre d'auteurs ont proposé des critères d'instabilité basés sur l'existence d'un maximum de la contrainte de cisaillement durant le processus de déformation homogène en incluant les effets de la conduction thermique, d'autre ont proposé une théorie linéarisée classique de l'instabilité, en examinant la croissance d'un petit défaut initial de la solution homogène instationnaire. Toutes les théories mentionnées ci-dessus permettent d'obtenir des critères d'instabilité, mais pas en général des critères de localisation. Par localisation, nous entendons que la déformation devient en une petite région beaucoup plus grande que partout ailleurs. C. Fressengeas et A. Molinari [6] ont fourni des critères de localisation dans le cas du glissement simple quasi-statique et adiabatique.

### I.3.2.2 Striction

Lors d'un essai de traction au voisinage de la température de transition vitreuse  $T_g$ , un polymère thermoplastique peut donner naissance (ou non) au-delà du seuil d'écoulement plastique  $\sigma_e$ , à un phénomène de striction associé à une baisse de charge

## Chapitre-I : Eléments Bibliographiques

---

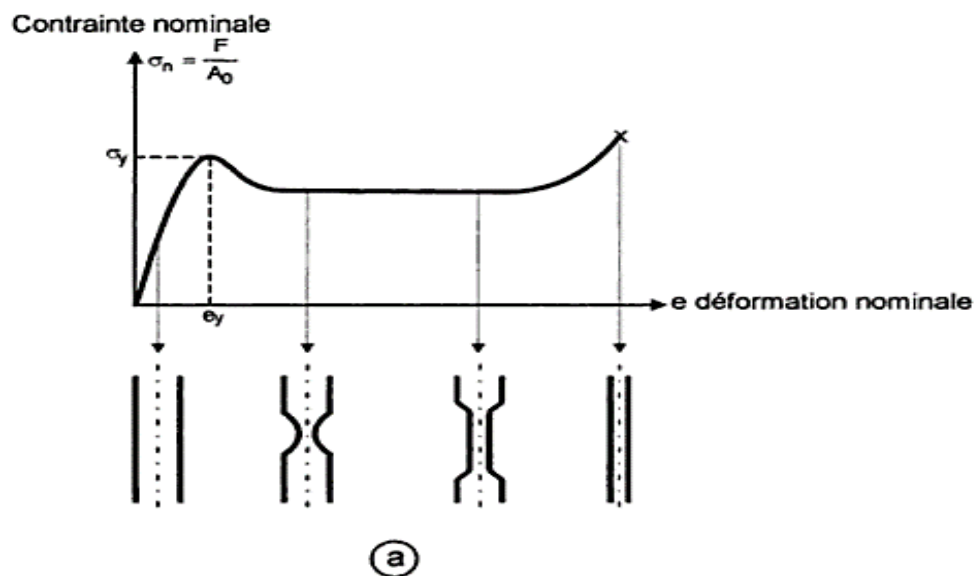
nécessaire pour continuer cet écoulement. Cette déformation localisée est associée à l'étirage.

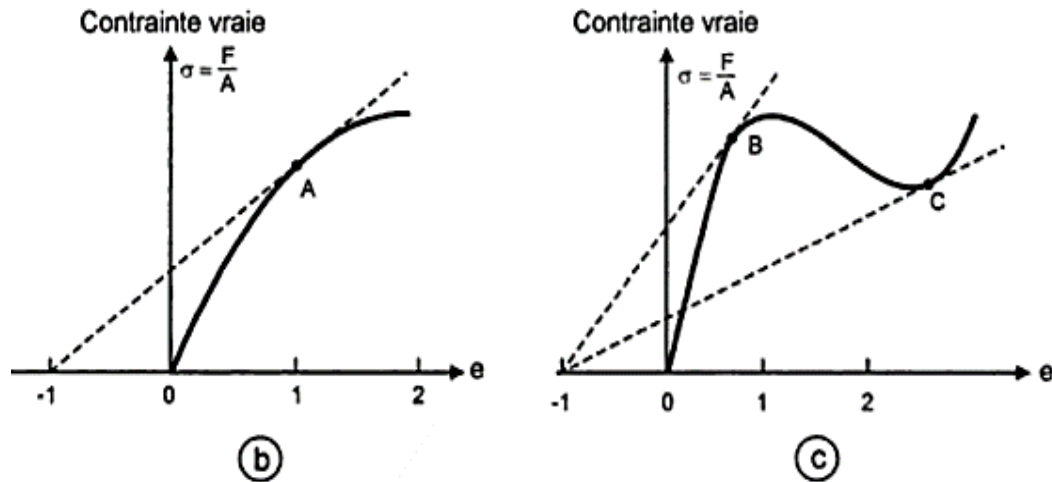
La capacité de certains polymères à former une « striction stable » qui se propage à toute l'éprouvette et donc un étirage, est commune avec celle de certains métaux, comme les aciers doux ; par contre d'autres polymères ou d'autres métaux forment une « striction instable » qui continue à amincir localement l'éprouvette jusqu'à sa rupture ; dans ce dernier cas, l'étirage n'existe pas puisque la rupture intervient avant.

L'aptitude d'un polymère à former une striction stable (donc un phénomène d'étirage) ou instable (rupture) est donnée par la construction de Considère qui fait intervenir la courbe de traction reliant la contrainte vraie  $\sigma$  et la déformation  $\epsilon$ . La contrainte vraie est rapportée à la section A de l'éprouvette d'essai lorsqu'elle subit la charge F.

La construction de Considère permet donc d'évaluer lors d'un essai de traction uni axial :

- La valeur de la contrainte au seuil d'écoulement plastique (point A ou B sur les courbes de la figure I.4).
- la « stabilité » de la striction c'est-à-dire le caractère plus ou moins stable de la déformation plastique et l'existence ou non du phénomène d'étirage.





**Figure I.4 :** (a) courbe de la contrainte nominale en fonction de la déformation nominale  $\epsilon$ , (b) courbe de la contrainte vraie en fonction de la déformation montrant une striction instable menant à la rupture sans étirage, (c) courbe de la contrainte vraie en fonction de la déformation montrant une striction stable suivie d'un étirage.

### I.3.2.3 phénomène de craquelure

Les craquelures ne sont pas nécessairement des phénomènes d'endommagement, dans le sens où la formation d'une craquelure absorbe de l'énergie mécanique et n'entraîne pas forcément une rupture. Elles apparaissent principalement dans les polymères thermoplastique amorphes et parfois dans les thermoplastiques semi-cristallins, souvent lorsqu'ils sont sollicités en traction. Dans le cas des résines thermodurcissables, le réseau moléculaire réticulé limite les possibilités de formation de craquelures.

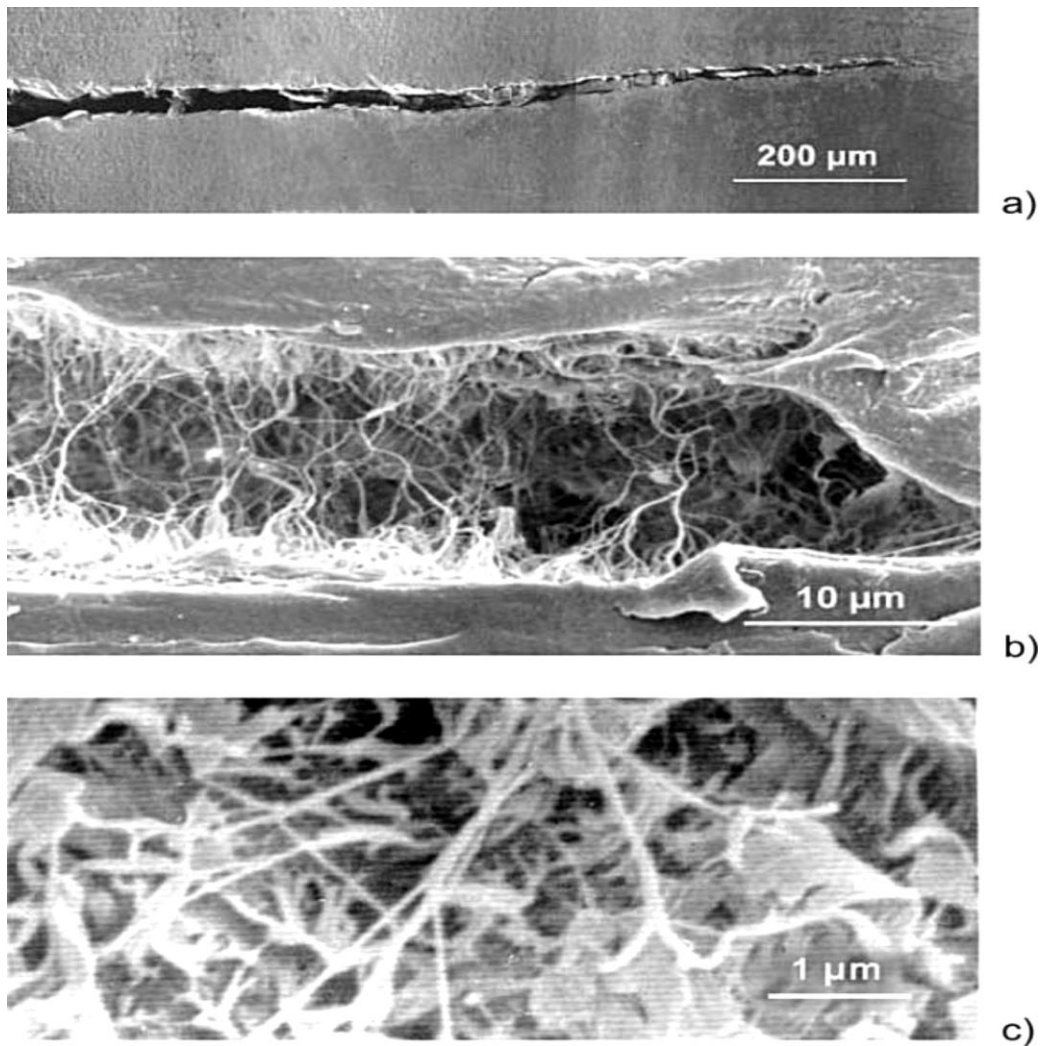
Les craquelures sont la conséquence d'un phénomène de cavitation propre aux polymères ; elles ont une forme lenticulaire dont les dimensions latérales se situent entre 10  $\mu\text{m}$  et quelques millimètres, et l'épaisseur varie entre 1 et 10  $\mu\text{m}$  (Figure I.5). Lorsqu'elles sont observées au microscope électrique, elles révèlent un réseau de vides et de fibrilles étirées reliant les deux faces de la craquelure (Figure I.5). Les fibrilles, ensemble de macromolécules orientées ont un diamètre de l'ordre de 10 nanomètres.



## Chapitre-I : Eléments Bibliographiques

---

La présence de fibrilles permet à la craquelure de soutenir une charge dans la direction perpendiculaire à ses faces. L'évolution de la craquelure est alors très limitée par le solide environnant qui n'est pas déformé. Le taux d'allongement au sein d'une craquelure est très élevé : il est de l'ordre de 100 à 500%. Cela ressemble à un étirage localisé à l'intérieur du polymère.



**Figure I.5 :** Craquelure dans le polyéthylène [6].

Cette micrographie électronique à balayage a été obtenue dans un échantillon de polyéthylène à haute densité PEHD soumis à un essai de fatigue à 80 C°. La craquelure est située en pointe de fissure lors de sa propagation lente [7].

## Chapitre-I : Eléments Bibliographiques

Les craquelures, dans un échantillon transparent déformé en traction, se présentent sous forme de nombreuses petites stries orientées perpendiculairement à l'axe de traction. Grâce à leur structure hétérogène et leur taille de l'ordre du micron, elles diffusent la lumière et produisent une irisation de l'échantillon éclairé en lumière rasante.

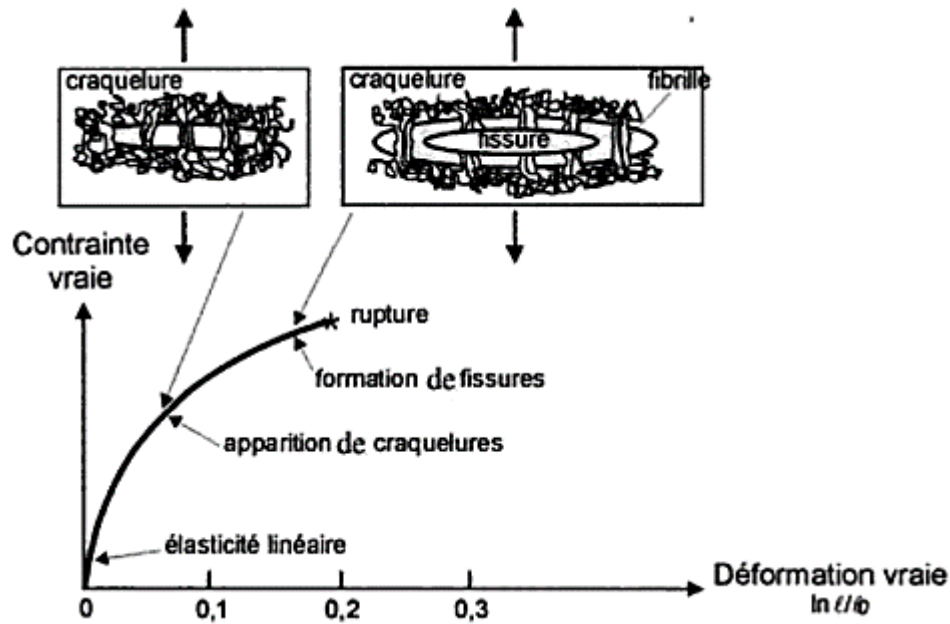


Figure I.6 : les craquelures d'un polymère linéaire.

Le processus de craquelage a lieu en trois étapes : la germination, la croissance et la rupture interne.

### a- La nucléation (germination)

L'approche de la nucléation des craquelures est problématique. En effet, sur le plan physique, on constate une discontinuité des propriétés mécaniques (telle que la densité), ce qui pose problème. Il s'agit néanmoins d'un mécanisme de cavitation.

La nucléation a toujours lieu dans une zone affaiblie, c'est-à-dire où il y a des impuretés, une densité d'enchevêtrements plus faible ou un défaut géométrique (fissure). Il s'agit donc souvent d'une zone de concentration de contraintes.

Remarquons que pour les alliages de polymères, comme par exemple le polystyrène choc, le phénomène de craquelure est important compte tenu du nombre

## Chapitre-I : Eléments Bibliographiques

---

élevé de sites de nucléation. On remarque d'autre part, qu'expérimentalement la nucléation est plus faible pour des polymères fortement orientés ; pour les résines thermodurcissables, le réseau est tellement réticulé que les craquelures ne peuvent pas apparaître.

Les craquelures sont également impossibles si l'on exerce une compression, car alors la pression exercée empêche la création de vide. Enfin, ce phénomène ne se produit que pour des températures de l'ordre de  $0,8.T_g$ .

Les craquelures extrinsèques naissent localement dans les zones affaiblies, parfois avant le seuil de plasticité ; les craquelures intrinsèques apparaissent dans le volume tout entier pour des températures très proches de la température de transition vitreuse ( $T_g$ ).

### **b- La croissance**

La croissance des craquelures s'explique plus facilement par deux mécanismes régissant l'allongement des fibrilles sous contrainte. Le premier est un mécanisme de fluage qui entraîne la croissance des craquelures perpendiculairement à la direction d'étirement. La deuxième repose sur l'approvisionnement de la matière située dans la masse totale du polymère.

Typiquement, l'allongement peut atteindre des valeurs de 500 %, le diamètre des fibrilles restant constant (10 nm). Pour le taux de vide dans une craquelure, cela s'élève à 50 voire 80 %.

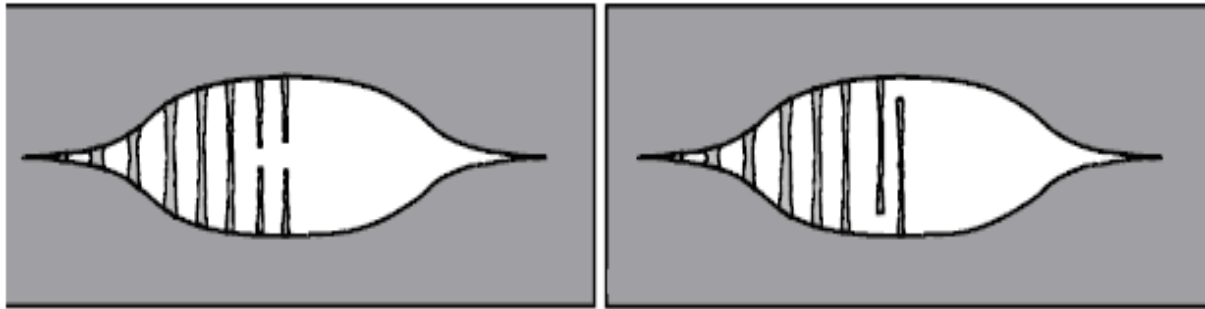
Le mécanisme d'extraction de matière est prépondérant pour la croissance des craquelures, cependant le mécanisme minoritaire de fluage à une importance capitale dans la rupture finale du matériau.

D'un point de vue mécanique, un polymère infesté de craquelures n'est pas ruiné ; au contraire, la présence des fibrilles permet aux craquelures de soutenir une charge dans la direction perpendiculaire à leurs faces.

### c- Craquelures et rupture

La ruine d'un polymère endommagé débute lorsque les fibrilles des craquelures commencent à se rompre. Il existe deux modes de rupture de ces fibrilles en fonction de la vitesse de chargement, la température et de la structure du polymère (Figure I.7).

Le premier mode conduit à une rupture des fibrilles en leur milieu qui est favorisée aux températures élevées car les mouvements moléculaires permettent un dé-enchevêtrement aisé des chaînes (figure I.7-a). Le second processus est un mode aléatoire de rupture le long des fibrilles, qui se produit généralement à basse température car les chaînes n'ont pas assez de degrés de liberté à courte distance (figure I.7-b).

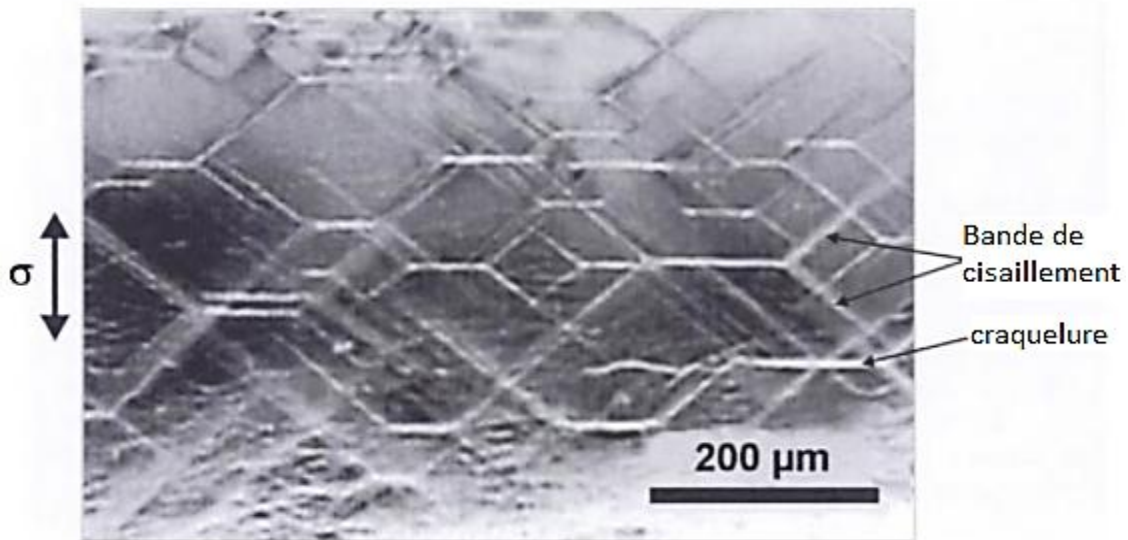


**Figure I.7 :** Ruptures des craquelures : a) au centre des fibrilles ; b) aléatoire, à l'interface craquelure-matériau solide [8].

### I.3.3 Compétition entre bandes de cisaillement et craquelures

Suivant le type d'essai réalisé sur l'échantillon, on observe en traction majoritairement des craquelures et en compression des bandes de cisaillement.

Lors d'un essai de compression, les craquelures ne peuvent se former ; ce sont donc les bandes de cisaillement qui l'emportent et qui se développent. Au contraire, en traction, les craquelures apparaissent pour des valeurs de déformations inférieures à 10 % ; ce qui limite le développement des bandes de cisaillement. On peut également assister à une osmose entre les phénomènes. En effet, les deux mécanismes de cisaillement et de craquelures ne sont pas toujours en compétition, il peut exister une synergie entre eux : des craquelures peuvent naître à l'intersection de bandes de cisaillement et inversement des craquelures peuvent générer des bandes de cisaillement comme le montre la (figure I.8).



**Figure I.8** : Synergie entre les deux mécanismes dans un échantillon de P.E.T [9].

## I.4 Déformation plastique des polymères

### I.4.1 Seuil de plasticité

La figure (I.4 a) indique la forme d'une courbe « contrainte-déformation » pour un polymère ductile. Dans ce cas, la contrainte nominale est tracée en fonction de la déformation nominale. Au début de l'essai de traction, la contrainte est proportionnelle à la déformation et l'ensemble suit la loi de Hooke de l'élasticité linéaire. Le module d'Young est représenté par la pente de la droite initiale.

Lorsque la contrainte augmente, la pente de la courbe décroît de sorte que la contrainte atteint un maximum, appelé le seuil d'écoulement plastique ou seuil de plasticité  $\sigma_e$  (Yield point). Il constitue un critère de plasticité en déformation uniaxiale.

C'est seulement au-delà de ce seuil qu'apparaît la déformation plastique permanente. Cependant pour les polymères, ce seuil est difficile à définir ; car en toute rigueur, il subsiste une « déformation retardée et rémanente » dès la fin de l'essai de traction lorsque la contrainte est relâchée à partir d'un état situé au-dessous du maximum  $\sigma_e$ , lorsque la courbe « contrainte-déformation » n'est plus linéaire. Cette déformation retardée

## Chapitre-I : Eléments Bibliographiques

---

observable après le relâchement de la contrainte, est due à l'effet viscoélastique ; elle disparaît avec le temps, mais celui-ci peut être très long si la température est basse.

Aussi, pour accélérer le phénomène de recouvrement de la déformation retardée viscoélastique, il faut porter le polymère à des températures proches de  $T_g$ , ce qui accélère la relaxation moléculaire viscoélastique.

### I.4.2 Critères de plasticité généraux

Historiquement, la notion de critère de plasticité est associée à la notion de limite d'élasticité. Le critère traduit l'existence d'un domaine d'élasticité initial du matériau, tel que si la contrainte  $\sigma$  se situe à l'intérieur de ce domaine, le comportement du matériau demeure élastique. Le comportement au seuil de plasticité a fait donc l'objet de plusieurs travaux, et plusieurs théories ont été proposées. Les plus acceptées sont celle de Tresca et von Mises. En 1864 Tresca a publié sa théorie de la contrainte de cisaillement maximale qui postule que, le matériau passe d'un état de déformation élastique à un état plastique quand la contrainte de cisaillement maximale atteint une valeur critique, indépendamment de l'état de contraintes. Cette théorie est basée sur le fait que les déformations plastiques apparaissent en général suite à un glissement du réseau cristallin dû à une sollicitation par cisaillement. Von Mises quant à lui, a proposé un critère postulant que le seuil de plasticité n'est plus lié à la contrainte de cisaillement maximale, mais à l'énergie de cisaillement. En effet les déformations plastiques des matériaux sont les résultats de glissements, de cisaillements intracristallins gouvernés par les contraintes tangentielles.

Ces deux critères sont basés sur des hypothèses d'isotropie et d'incompressibilité ; et sont essentiellement utilisés pour les matériaux métalliques. Mais dans l'idéal, pour un matériau donné, le critère devrait représenter parfaitement le comportement de ce matériau quel que soit l'état de celui-ci ; il devrait tenir compte de tous les paramètres présentant une influence sensible sur le seuil de plasticité. La contrainte hydrostatique constitue, pour les polymères par exemple, un paramètre important influant sur le comportement au seuil de plasticité de ces matériaux.

## Chapitre-I : Eléments Bibliographiques

---

Des études ont montré que la réponse mécanique des polymères est sensible en plus du tenseur déviatorique, à la pression hydrostatique [10]. Par conséquent, pour prendre en compte son effet sur la réponse multiaxial des thermoplastiques, la contrainte hydrostatique doit être incluse dans tout critère adopté par les lois de comportement de ce type de matériau. Ces dernières années plusieurs critères basés sur la théorie de plasticité classiques incluant la composante hydrostatique du tenseur de contrainte ont été proposés pour décrire le seuil de plasticité pour les polymères. Certains auteurs ont utilisé une forme modifiée des critères de Tresca et de Von Mises. Whitney [11] a étudié le comportement au seuil du polystyrène (PS) sous un état de contrainte axial. Il a préconisé que les résultats expérimentaux (traction, compression, cisaillement pur et compression en déformation plane) concordent avec le critère de Tresca modifié dépendant de la pression hydrostatique. De même, Sternstein [12] a proposé un critère de Von Mises modifié lorsqu'il a étudié le comportement au seuil du polyméthyl méthacrylate (PMMA) sous déformation plane.

D'autres travaux ont montré que lorsque le polymère (tel que le HDPE, le polyvinylchloride PVC et le PMMA) se déforme d'une manière homogène sans bandes de cisaillement, il obéit au critère de Von Mises modifié, tandis que, si le polymère (tel que le polyéthylène téréphtalate (PETP) et le PS) se déforme d'une manière inhomogène par la formation de bandes de cisaillement, il obéit au critère de Tresca modifié [13]. Raghava et al. [14] Dans leurs travaux ont proposé un critère de Von Mises modifié et l'ont comparé à des résultats expérimentaux obtenus par des essais de traction/compression uniaxiale combiné à une pression interne sur des éprouvettes tubes en PVC et polycarbonate PC. Un excellent accord a été obtenu. Le même type d'essai a été réalisé récemment par Lesser et Kody [15] sur des cylindres creux en époxy, la validité du critère de Von Mises modifié a été montrée pour la réponse au seuil de ce matériau.

De récents travaux ont montrés aussi que pour les polymères thermoplastiques, le comportement au seuil est régi par le critère de Von Mises modifié ou de Tresca modifié [16]. D'autre part, Bauwens [17] a proposé une fonction du seuil de plasticité basée sur le critère de Von Mises. Son travail est basé sur des essais de traction et de torsion sur des

tubes en PVC. Très récemment, ce même critère a été appliqué avec succès à une série de polymères par d'autres auteurs.[18]

### I.4.3 Formulation mathématique des critères

La formulation mathématique des critères de plasticité met en jeu une fonction  $f$  qui dépend des contraintes exercées au sein du matériau et qui permet par conséquent de tracer la surface seuil (ou l'enveloppe de plasticité). Elle est définie de la manière suivante :

- Si  $f(\sigma) < 0$ , la déformation est élastique.
- Si  $f(\sigma) = 0$ , le matériau se déforme plastiquement ; on est sur le critère de plasticité.
- Si  $f(\sigma) > 0$ , étant impossible pour un comportement indépendant du temps.

On notera les invariants du tenseur de contraintes dans le repère principale comme suit

:

$$\begin{cases} I_1 = \text{trace}(\sigma) = \sigma_I + \sigma_{II} + \sigma_{III} \\ I_2 = (1/2) \text{trace}(\sigma^2) = (1/2)(\sigma_I^2 + \sigma_{II}^2 + \sigma_{III}^2) \\ I_3 = (1/3) \text{trace}(\sigma^3) = (1/3)(\sigma_I^3 + \sigma_{II}^3 + \sigma_{III}^3) \end{cases} \quad (\text{I.2})$$

$\sigma_I$ ,  $\sigma_{II}$  et  $\sigma_{III}$  représentent les contraintes principales.

Le déviateur  $s$  du tenseur des contraintes est ses invariants sont notés comme suit :

$$\begin{cases} S = \sigma - (I_1/3)I \\ J_2 = (1/2) \text{trace}(S^2) = (1/2)(S_{ij}S_{ji}) \\ J_3 = (1/3) \text{trace}(S^3) = (1/3)(S_{ij}S_{jk}S_{ki}) \end{cases} \quad (\text{I.3})$$

On notera aussi la pression hydrostatique  $p$  (ou la contrainte moyenne  $\sigma_m$ ) :

$$P = \sigma_m = \frac{I_1}{3} = (1/3)(\sigma_I + \sigma_{II} + \sigma_{III}) \quad (\text{I.4})$$

On présentera dans ce qui suit qu'une liste non exhaustive de l'ensemble des critères de plasticité traités dans la littérature. Cependant nous nous limiterons à ceux qui décrivent le seuil plasticités des matériaux isotopes et ceux qui sont bien représentatif du comportement au seuil des polymères qui font intervenir la pression hydrostatique.



### I.4.3.1 Le critère de Tresca

Puisque la déformation plastique se fait par cisaillement, le critère de Tresca (ou critère de Tresca-Guest) considère la cission déterminée selon le cercle de Mohr. Dans le cas de contraintes planes, la condition de déformation élastique devient :

$$|\sigma_I - \sigma_{II}| \leq \sigma_e \quad (\text{I.5})$$

Le graphique est un hexagone.

Dans le cas de contraintes tridimensionnelles, on a :

$$|\sigma_I - \sigma_{II}| \leq \sigma_e \text{ et } |\sigma_I - \sigma_{III}| \leq \sigma_e \text{ et } |\sigma_{II} - \sigma_{III}| \leq \sigma_e \quad (\text{I.6})$$

Ou encore :

$$\text{Max}_{i \neq j} |\sigma_i - \sigma_j| \leq \sigma_e \quad (\text{I.7})$$

La fonction d'écoulement plastique est alors :

$$f(\sigma_I, \sigma_{II}, \sigma_{III}) = \text{Max}_{i \neq j} (|\sigma_i - \sigma_j|) - \sigma_e \quad (\text{I.8})$$

La surface limite est un prisme à base hexagonale dont l'axe est la trisectrice des trois axes  $(\sigma_I, \sigma_{II}, \sigma_{III})$ .

### I.4.3.2 Le critère de Von Mises

Le critère dit de Von Mises fut formulé par Maxwell en 1865. Huber (1904) la développa partiellement dans un article en polonais. Cependant, sa paternité est généralement attribuée à Von Mises (1913). On parle aussi parfois de la théorie de Maxwell–Huber–Hencky–Von Mises, ou de critère de Prandtl-Reuss.

Ce critère, basé sur des considérations énergétiques, stipule que l'écoulement plastique se produit lorsque l'énergie de distorsion atteint une valeur critique. Il peut s'écrire sous la forme :

$$f = \sqrt{3J_2} - \sigma_e \leq 0 \quad (\text{I.9})$$

$$O J_2 = (1/6)[(\sigma_I - \sigma_{II})^2 + (\sigma_{II} - \sigma_{III})^2 + (\sigma_{III} - \sigma_I)^2] \quad (\text{I.10})$$

## Chapitre-I : Eléments Bibliographiques

$\sigma_e$  est la limite d'élasticité en traction simple

Dans l'espace des contraintes principales à trois dimensions, le critère de Von Mises s'écrit donc :

$$f = (\sigma_I - \sigma_{II})^2 + (\sigma_{II} - \sigma_{III})^2 + (\sigma_{III} - \sigma_I)^2 - 2\sigma_e^2 = 0 \quad (\text{I.11})$$

Le critère de Von Mises est représenté dans l'espace des contraintes principales par cylindre à base circulaire axé sur la trisectrice du repère  $(\sigma_I, \sigma_{II}, \sigma_{III})$  (figure I.9).

### I.4.2.3 Représentation graphique des critères de Tresca et de Von Mises

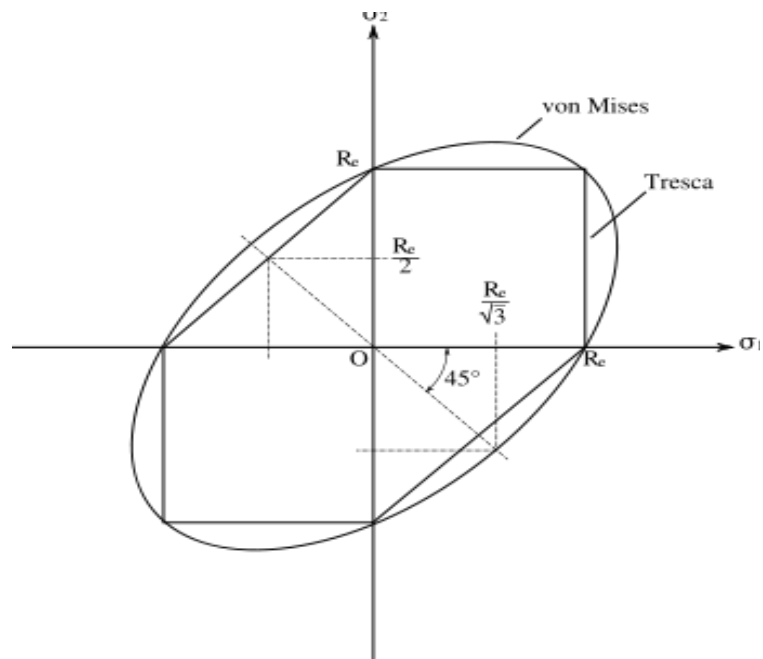
Pour simplifier les calculs des deux critères, on annule la contrainte  $\sigma_{III}$ . Le critère de Von Mises devient donc :

$$(\sigma_I / \sigma_e)^2 + (\sigma_{II} / \sigma_e)^2 - (\sigma_I / \sigma_e) * (\sigma_{II} / \sigma_e) = 1 \quad (\text{I.12})$$

Ceci est l'équation d'une ellipse.

De même, le critère de Tresca se traduit par six segments de droites :

- Si  $\sigma_I > \sigma_{II} > 0 \rightarrow \sigma_I = \sigma_e$
- Si  $\sigma_I > 0 > \sigma_{II} \rightarrow \sigma_I - \sigma_{II} = \sigma_e$
- Si  $0 > \sigma_I > \sigma_{II} \rightarrow \sigma_{II} = -\sigma_e$
- Si  $\sigma_{II} > \sigma_I > 0 \rightarrow \sigma_{II} = \sigma_e$
- Si  $\sigma_{II} > 0 > \sigma_I \rightarrow \sigma_{II} - \sigma_I = \sigma_e$
- Si  $0 > \sigma_{II} > \sigma_I \rightarrow \sigma_I = -\sigma_e$



**Figure I.9** : superposition des courbes représentatives des deux critères.

## Chapitre-I : Eléments Bibliographiques

---

Sur cette figure, on remarque que les deux critères sont très proches et que les deux courbes coïncident pour chaque sommet de l'hexagone de Tresca, c'est-à-dire que les deux critères prédisent un seuil de plasticité identique en traction comme en compression. Ce constat est observé en général pour tous les matériaux hormis pour les polymères car ces derniers sont sensibles à la pression hydrostatique.

### I.4.4 Effet de la pression hydrostatique sur le seuil de plasticité

Expérimentalement, on constate pour la plupart des polymères que :

- le seuil de plasticité  $\sigma_e$  en traction est plus faible que celui en compression uniaxiale. En effet, la contrainte de compression augmente fortement entre les unités constitutives du polymère et donc le glissement va être plus difficile ;
- le seuil de plasticité  $\sigma_e$  croît fortement avec la pression hydrostatique car les polymères sont sensibles à la pression, du fait de l'existence du volume libre disponible entre les unités constitutives.

Les critères de Von Mises et de Tresca ne tenant pas compte de ces deux effets, nous allons désormais les modifier pour prendre en compte l'influence de pression sur le seuil de plasticité.

### I.4.5 Critère de Tresca modifié

Il en est de même pour le critère de Tresca pour lequel la valeur critique  $\sigma_e$  (cission critique) que doit atteindre la contrainte de cisaillement maximale, est une fonction linéaire de la pression P suivant l'expression :

$$\sigma_e = \sigma_e^0 - \mu P \quad (\text{I.13})$$

Ou  $\mu$  est un coefficient de frottement qui dépend du matériau et  $\sigma_e^0$  est la valeur de  $\sigma_e$  lorsqu'aucune pression n'est appliquée. D'après la définition donnée ici, la pression est la moyenne des trois contraintes principales :  $P = (\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3)/3$  (P est positif dans le cas d'un chargement uniaxiale en tension et négatif en compression).

## Chapitre-I : Eléments Bibliographiques

---

La formule (I.13) indique que si le coefficient  $\mu$  est positif, la valeur critique  $\sigma_e$  augmente lorsque la compression hydrostatique croît en valeur absolue ( $P$  est négatif dans l'expression (I.13) en régime de compression). Ceci a pour effet de rendre plus difficile la plasticité en compression, donc d'augmenter la limite élastique  $\sigma_e^c$  dans un essai en compression, et de la diminuer en traction  $\sigma_e^t$ .

Il est possible de calculer le coefficient  $\mu$  à partir du critère de Tresca qui devient :

- **en traction uniaxiale** :  $\sigma_e = \sigma_e^t/2$  soit :

$$\sigma_e^t = 2\sigma_e^0 - 2\mu \sigma_e^t/3 \text{ (Puisque } \sigma_2 = \sigma_3 = 0 \text{ et } \sigma_1 = \sigma_e^t)$$

$$\text{Ou } \sigma_e^t = 2\sigma_e^0/(1 + 2\mu/3)$$

- **en compression** :  $\sigma_e = \sigma_e^c/2$  soit :

$$\sigma_e^c = 2\sigma_e^0 - 2\mu \sigma_e^c/3 \text{ (Puisque } \sigma_2 = \sigma_3 = 0 \text{ et } \sigma_1 = -\sigma_e^c)$$

$$\text{Ou } \sigma_e^c = 2\sigma_e^0/(1 - 2\mu/3)$$

Soit en éliminant  $\sigma_e^0$  entre ces deux dernières équations :

$$\mu = \frac{3}{2} \left( \frac{\sigma_e^c - \sigma_e^t}{\sigma_e^c + \sigma_e^t} \right) \quad (\text{I.14})$$

On voit que  $\mu$  est positif, si  $\sigma_e^c > \sigma_e^t$ , ce qui est le cas des polymères en général, et que ce coefficient  $\mu$  est accessible par l'expérience.

Comme pour le critère de Von Mises, on a reporté sur la figure (I.10) L'enveloppe du critère de Tresca délimitant la frontière entre la déformation élastique et la déformation plastique. Cette enveloppe s'inscrit dans la « pseudo ellipse » de Von Mises en faisant apparaître un hexagone déformé. Elle est établie pour un matériau donné, à partir d'essais unidirectionnels : traction, compression, torsion, et bidirectionnels : tension ou compression[11].

## Chapitre-I : Eléments Bibliographiques

---

A trois dimensions suivant les axes principaux, la frontière délimitant la déformation plastique devient une pyramide (Tresca) ou une surface conique indiquant l'effet de la pression hydrostatique.

### I.4.6 Critère de Von Mises modifié

Afin de prendre en considération l'effet de la contrainte hydrostatique sur le comportement au seuil des polymères, une écriture du critère de Von Mises « modifié en pression » a été alors proposé [13]. Il s'écrit de la forme :

$$f = \sqrt{\frac{2}{3}J_2} - \left[ \tau_0 + \alpha \frac{I_1}{3} \right] = 0 \quad (\text{I.15})$$

$$f = \left( \frac{1}{3} \right) [(\sigma_I - \sigma_{II})^2 + (\sigma_{II} - \sigma_{III})^2 + (\sigma_{III} - \sigma_I)^2]^{1/2} - \left[ \tau_0 + \alpha \frac{\sigma_I + \sigma_{II} + \sigma_{III}}{3} \right] = 0 \quad (\text{I.16})$$

Où  $\tau_0 = \frac{\sqrt{2}}{3}\sigma_e$  : la contrainte octaédrale critique à la limite élastique (observée en cisaillement pur).

$\alpha$  : Paramètre ajustable sensible à la pression hydrostatique.

On constate que le terme ajouté au critère de Von Mises est celui de la pression hydrostatique (représenté par la trace du tenseur des contraintes principale) multiplié par le paramètre  $\alpha$ . Pour  $\alpha = 0$  ce critère se simplifie à la forme standard du critère de Von Mises.

Une autre forme d'écriture du critère de Von Mises modifié est celle proposée par Bauwens [17] et est donnée par :

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{\sqrt{2}(\sigma_e^c - \sigma_e^t)}{\sigma_e^c + \sigma_e^t} (\sigma_I + \sigma_{II} + \sigma_{III}) + [(\sigma_I - \sigma_{II})^2 + (\sigma_{II} - \sigma_{III})^2 + (\sigma_{III} - \sigma_I)^2]^{\frac{1}{2}} \\ = \frac{2\sqrt{2}\sigma_e^c\sigma_e^t}{\sigma_e^c + \sigma_e^t} \end{array} \right. \quad (\text{I.17})$$

Si  $\sigma_e^c = \sigma_e^t$  cette forme se réduit à celle du critère de Von Mises classique.

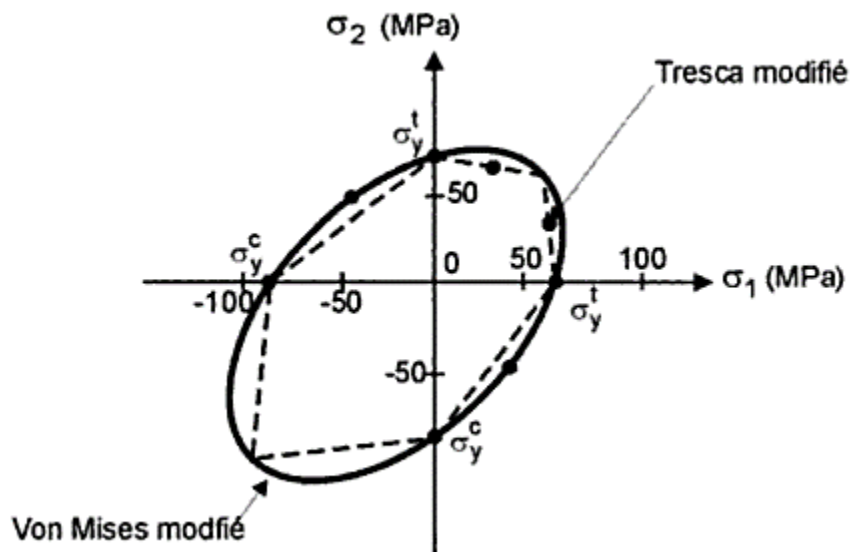
## Chapitre-I : Eléments Bibliographiques

---

La représentation graphique de ce critère est l'ellipse de Von Mises translatée selon la première diagonale dans le plan des contraintes principales (figure I.10). Cette figure indique que la limite élastique en compression est supérieure à la limite élastique en traction.

### I.4.7 Représentation graphique des critères de Tresca et Von Mises modifiés

On retrouve le critère classique de Von Mises si  $\sigma_e^c = \sigma_e^t$ . Ce nouveau critère est tracé sur la figure I.9 qui représente les divers états de contraintes planes possibles ( $\sigma_3 = 0$ ), comme auparavant. On établit ainsi une nouvelle enveloppe ressemblant à une ellipse marquant la frontière entre la déformation élastique et la déformation plastique. Cette enveloppe est ajustée sur les valeurs expérimentales des seuils de plasticité mesurés en traction  $\sigma_e^t$  et en compression  $\sigma_e^c$ .



**Figure 1.10** : critères de Von Mises et de Tresca modifier et ajustés sur des valeurs expérimentales pour le polystyrène[11].

### I.5 Paramètres influençant la plasticité

En général, les polymères ont la capacité de réorienter leurs chaînes à l'instar des autres matériaux (métaux, céramiques). Leur comportement mécanique est donc très sensible à la température et à la vitesse de sollicitation, car ces paramètres influents sur la mobilité des chaînes. Ce sont ces deux paramètres principaux qui agissent par voie de conséquence sur la plasticité.

D'autre part, la structure des molécules joue également un rôle important sur les propriétés mécaniques. Par exemple, la longueur des chaînes et leurs enchevêtrements vont influencer sur la mobilité moléculaire et donc sur la plasticité. Les conditions externes peuvent avoir aussi une influence sur le comportement mécanique.

#### I.5.1 La température

Le comportement des polymères dépend fortement de la température. Ils sont le siège de transitions de comportement qui peuvent être associées aux différentes relaxations moléculaires, i.e. activation de changements de conformations locales. Du point de vue macroscopique cela se traduit par des évolutions de comportement plus brutales pour certaines gammes de température.

La plus importante de ces relaxations est la relaxation  $\alpha$  associée à la transition vitreuse, qui se traduit par une grande évolution du comportement. Elle correspond au moment où la chaîne polymère amorphe acquiert assez de mobilité pour être le siège de changements de conformation globale, du fait de la coopérativité de mouvements locaux.

Elle se traduit, en particulier, par une diminution brutale des modules d'élasticité (Figure I.11) qui peuvent être divisés par 100 ou 1000 sur un intervalle de 5 à 10 °C. En fait, l'ensemble du comportement évolue fortement dans cet intervalle (Figure I.12).

Cette transition délimite le passage de l'état vitreux, à basse température, à l'état caoutchoutique, à température intermédiaire, en passant par l'état que l'on appelle

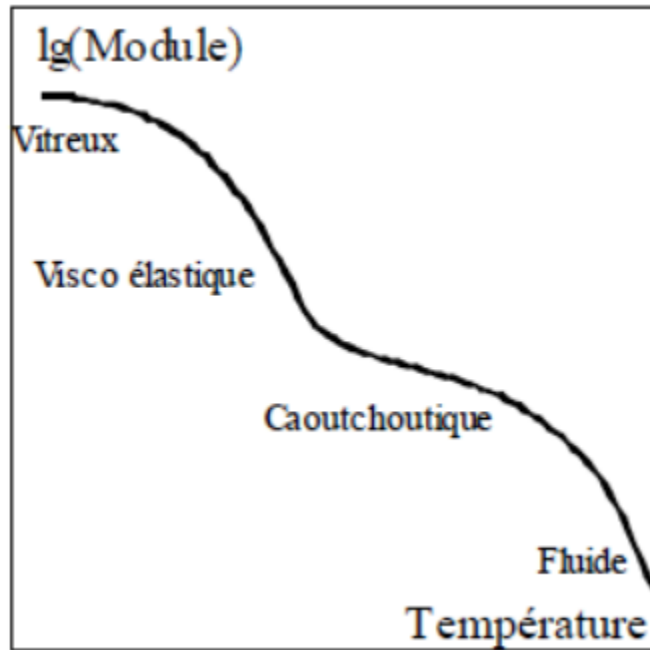
## Chapitre-I : Eléments Bibliographiques

---

quelquefois viscoélastique. Le plateau caoutchoutique prend fin lors de l'écoulement du polymère, c'est-à-dire lorsqu'il entre dans son état fluide. En fait, un polymère à faible déformation est toujours viscoélastique à des degrés divers et passe progressivement d'un solide viscoélastique vitreux à un fluide viscoélastique (figure I.11).

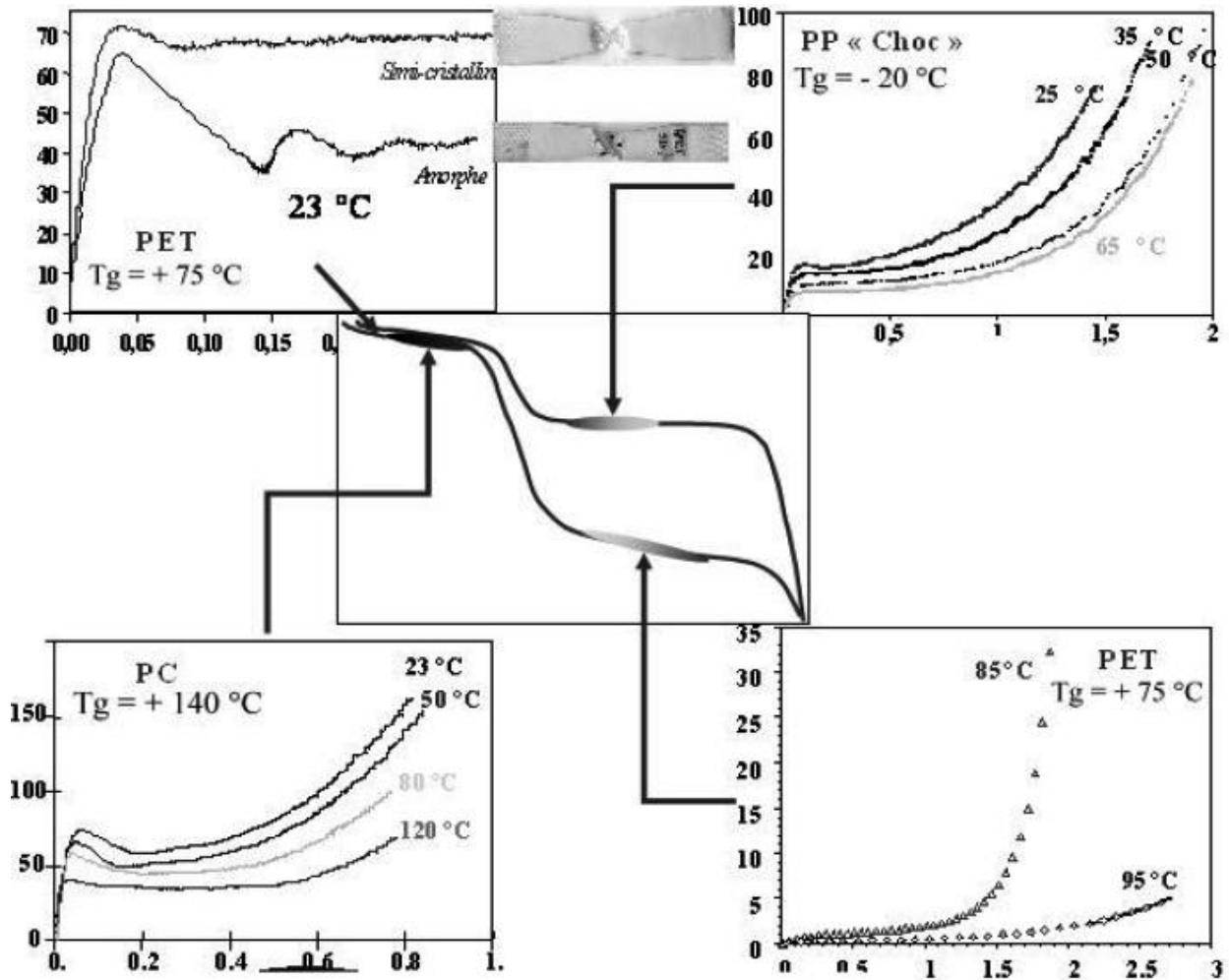
La transition  $\alpha$  n'affecte que le polymère amorphe et est, de ce fait, moins importante pour les polymères semi cristallins (Figure I.12), quoique sensible.

La température de cette transition dépend du polymère et dans une moindre mesure de sa formulation.



**Figure I.11** : Evolution schématique du module d'élasticité d'un polymère amorphe avec la température ; Transition  $\alpha$  et passage à l'état fluide[19].





**Figure I.12 :** Exemple de comportements en traction de polymères à  $0,001 \text{ s}^{-1}$  en fonction de la température (donnée par rapport à leur  $T_g$  respective)[19].

### I.5.2 La vitesse de sollicitation

La vitesse de déformation est un paramètre qui joue également un rôle prépondérant dans la déformation des polymères. L'effet de la vitesse de déformation peut être déterminé aussi bien par un ensemble d'essais mécaniques à différentes vitesses de déformations qu'à partir de sauts de vitesses réalisés au cours d'un essai choisi. De nombreuses études expérimentales ont mis en évidence la variation de la contrainte d'écoulement avec la vitesse de déformation. Les courbes de la figure I.13 représentent les résultats d'essais de

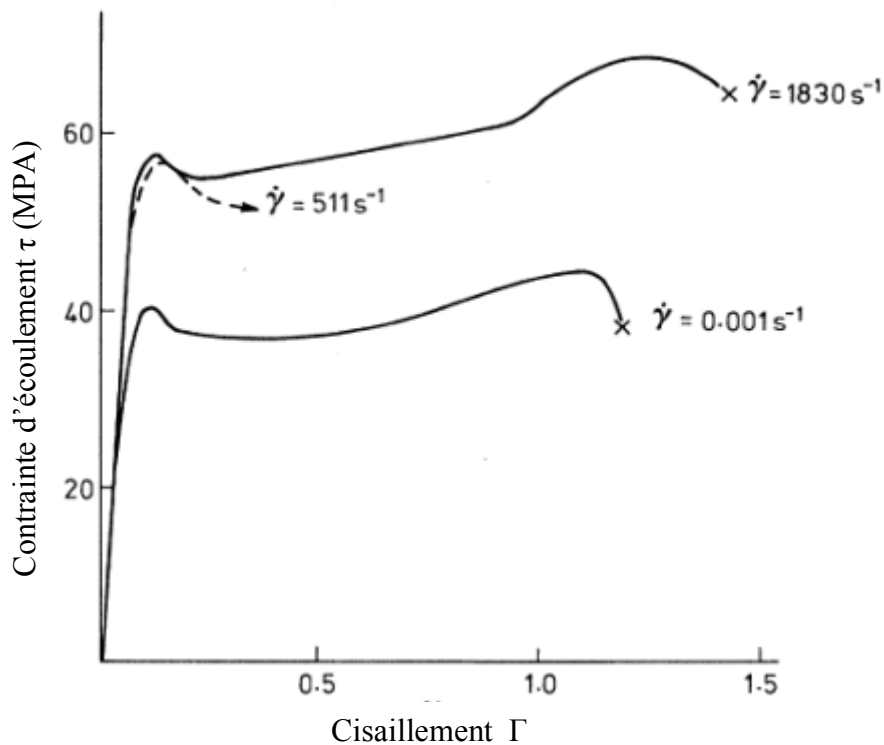
## Chapitre-I : Eléments Bibliographiques

---

torsion réalisés sur un PC à température ambiante [20]. Ces courbes montrent la sensibilité du comportement du PC à la vitesse de déformation mise en évidence par une augmentation de la contrainte d'écoulement en fonction de la vitesse de déformation. Klepaczko a montré que la sensibilité à la vitesse de déformation est déterminée dans le cas de traction & compression par l'un des coefficients  $B$  et  $m$  définis par l'équation suivante [21]:

$$\begin{cases} \beta = \left( \frac{\partial \sigma_e}{\partial \log(\dot{\epsilon})} \right) \\ m = \left( \frac{\partial \log \sigma_e}{\partial \log(\dot{\epsilon})} \right) \end{cases} \quad (\text{I.18})$$

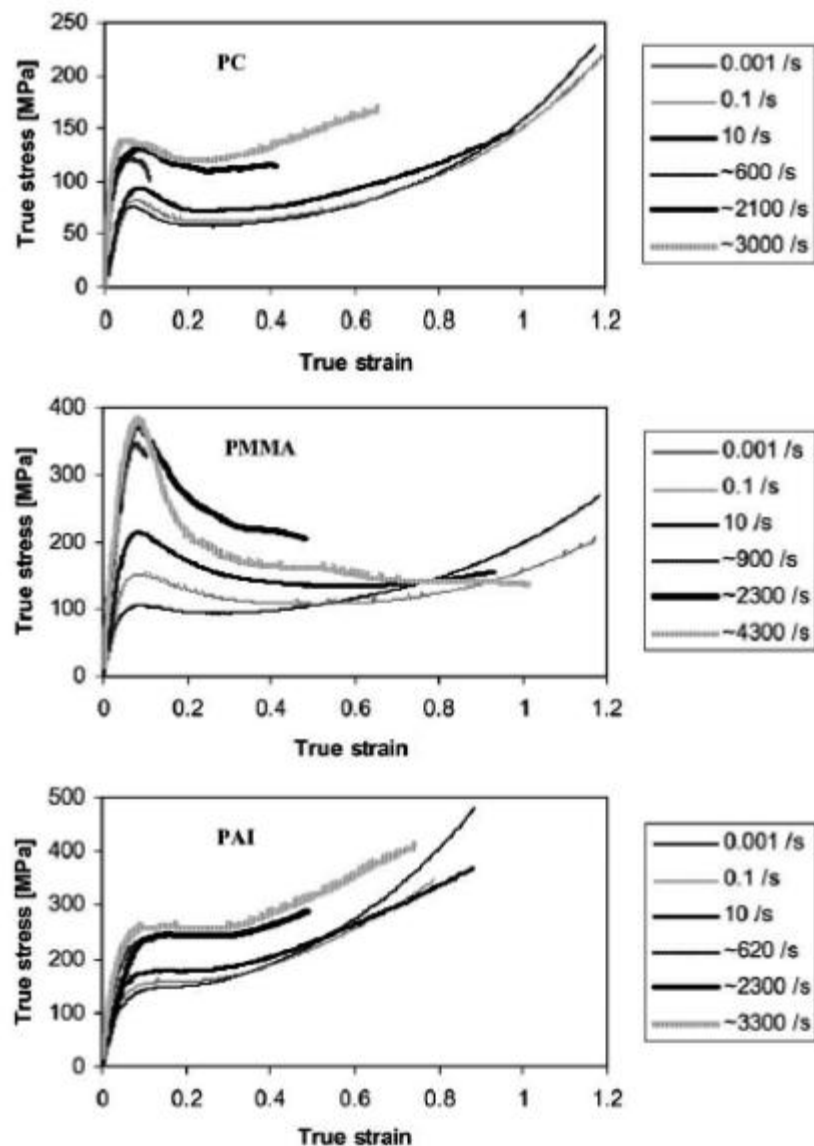
Où  $m$  est le coefficient de sensibilité logarithmique à la vitesse de déformation. Manifestement les deux coefficients sont reliés par  $\beta = m \sigma$ .



**Figure I.13 :** Effet de la vitesse de déformation sur le comportement du PC à différentes vitesses de déformations [20].

## Chapitre-I : Eléments Bibliographiques

Pour les polymères amorphes, le coefficient  $m$  dépend de la température et il varie de 0,03 à l'état vitreux jusqu'à pratiquement 0 à l'état caoutchoutique, en passant par un maximum vers la température de transition  $T_g$ . En ce qui concerne le crochet de traction, il devient très sensible à la vitesse de déformation au voisinage de la  $T_g$  et peut même disparaître totalement pour les faibles vitesses. Ce phénomène est lié à la nature transitoire du stade d'adoucissement comme l'ont montré G'Sell et Jonas [22].



**Figure I.14 :** Evolutions de la contrainte en fonction de la déformation pour le PC, le PMMA et le PAI pour différentes vitesses de déformation [23].

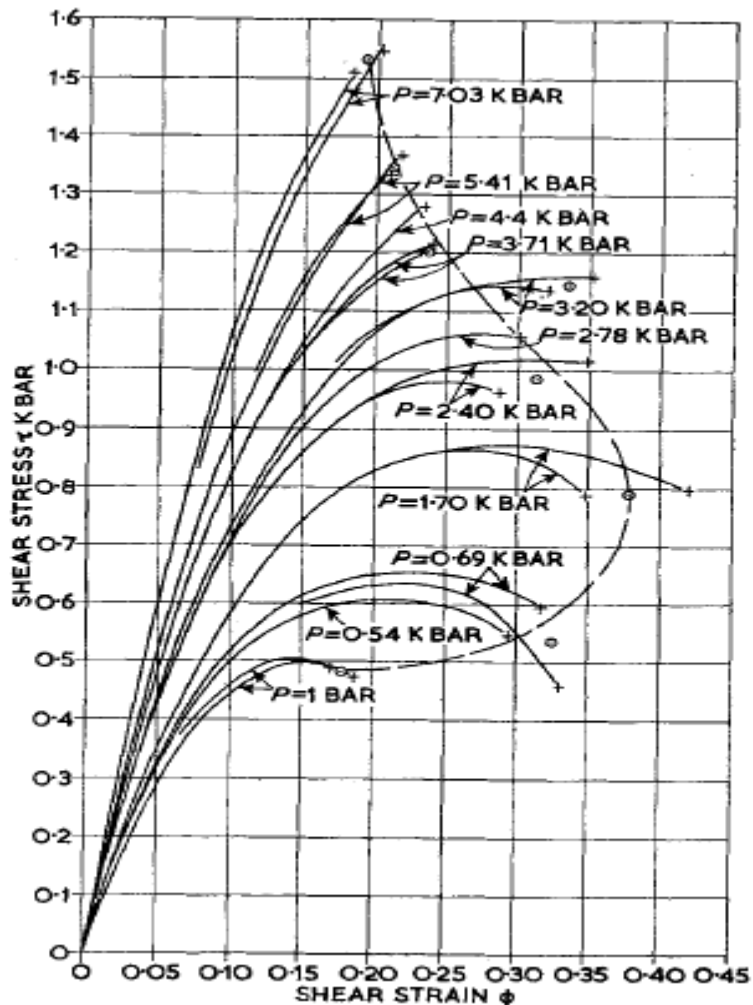
## Chapitre-I : Eléments Bibliographiques

---

D'autres auteurs comme [23], ont aussi étudié l'effet de la vitesse de déformation sur le comportement mécanique des trois polymères amorphes mentionnés dans le paragraphe précédent (PC ; PMMA et le PAI). Les résultats sont obtenus pour des essais en compression uniaxiale effectués pour une température constante de 25°C et différentes vitesses de déformation. On observe que la contrainte d'écoulement augmente lorsque la vitesse de déformation augmente et particulièrement pour les vitesses de déformation les plus élevées. Les trois polymères montrent une réponse mécanique semblable à basse vitesse de déformation : une première réponse élastique est suivie d'un écoulement plastique et ensuite d'un durcissement (figure I.14).

### I.5.3 La pression hydrostatique

Outre l'effet de la température et de la vitesse de déformation, la pression hydrostatique est également un paramètre qui influence sur la réponse en déformation des polymères amorphes. Cet effet a été observé par Rabinowitz et al.[24], dans le cas du PMMA sollicité sous différentes pressions (figure I.15) et par Spitzig et Richmond [25] pour un polycarbonate PC testé pour différentes pressions sous sollicitations de traction et de compression. La pression appliquée est uniforme dans toutes les directions. Il a été observé que le niveau de contrainte et la déformation au seuil ainsi que le module élastique augmente avec la pression appliquée. L'augmentation de la pression entraîne l'élévation de la limite élastique d'une manière semblable à la réduction de la température et l'augmentation de la vitesse de déformation.



**Figure I.15 :** Courbe contraintes-déformations du PMMA en cisaillement à différentes pressions hydrostatiques [24].

Plusieurs auteurs, [13, 26, 27], ont suggéré que la pression hydrostatique a pour effet d'augmenter la barrière énergétique à franchir, ce qui réduit la mobilité moléculaire. Pour provoquer l'écoulement plastique il faut donc appliquer une contrainte plus importante. Un tel phénomène s'observe également si on compare les courbes obtenues en traction et en compression simple. On remarque que la limite élastique correspondant à un essai de traction est inférieure à celle obtenue en compression (figure I.16).

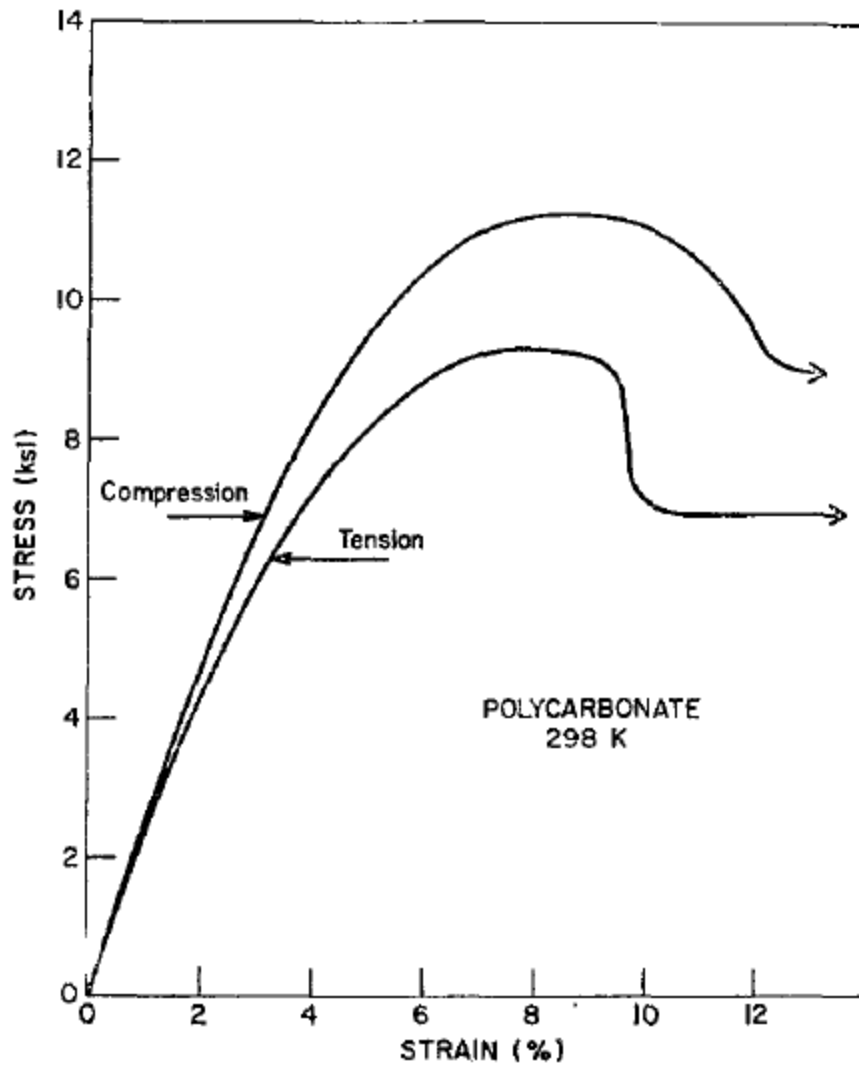


Figure I.16 : Influence de la pression hydrostatique [28].

### I.5.4 La structure moléculaire

La nature et la structure d'un matériau polymère influent sur la plasticité. Par exemple, la longueur et la mobilité des chaînes, mais surtout les degrés d'enchevêtrement, de cristallinité et de réticulation agissent sur la faculté plus ou moins grande de pouvoir se déformer.

Également l'orientation moléculaire et la nature des renforts sont des paramètres influents.

## Chapitre-I : Eléments Bibliographiques

---

On peut prendre l'exemple d'un polymère ayant des groupements latéraux encombrants comme des groupes phényles et qui par conséquent aurait une mobilité plus faible qu'un polymère peu encombré. Ainsi, les cinétiques des phénomènes d'endommagement seraient différentes.

Les conditions de mise en œuvre interviennent également car la présence de défauts, de contraintes internes et l'état de surface créent une certaine plasticité supplémentaire.

### I.5.5 L'environnement extérieur

Un autre paramètre pouvant influencer la plasticité des polymères est l'environnement dans lequel il est utilisé. En effet, la teneur en eau du milieu ainsi que la présence d'agents chimiques peuvent agir sur la résistance et la rigidité du matériau. Par exemple, la résistance et la rigidité diminue lorsque la teneur en eau augmente pour les polyamides.

De même, si le polymère est en contact avec un gaz ou s'il est irradié par des rayons  $\alpha$ , rayons  $\beta$  ou rayons  $\gamma$  (radioactivité) ; cela aura des conséquences sur l'endommagement du polymère et le conduira à la ruine.

### I.6 Conclusion

A travers cette étude bibliographique, nous avons essayé de relater un rappel sur les matériaux polymères. Le PVC est le polymère sur lequel nous nous sommes penchés dans ce travail. Ce polymère fait partie de la famille des thermoplastiques amorphes. La première partie de cette étude a donc présenté la structure générale des polymères amorphes et celle du PVC. Ainsi que, un bilan des connaissances sur ce matériau a été dressé. Le comportement mécanique général des polymères amorphes a ensuite été présenté à partir d'observations expérimentales. Il a été montré que la déformation des polymères amorphes est sensible à divers paramètres tels que la température, la vitesse de déformation et la

## Chapitre-I : Eléments Bibliographiques

---

pression hydrostatique. La seconde partie de ce chapitre a évoqué les différents modes de déformation plastique rencontrés lors des sollicitations mécaniques.

La déformation des polymères semble être la conséquence de la réorientation des chaînes moléculaires et elle est donc très liée à la structure du matériau. Ainsi, une partie de ce chapitre a constitué une synthèse sur les principaux modèles proposés dans la littérature pour caractériser au mieux le comportement des polymères amorphes vitreux.

Le chapitre se termine par la description des différents mécanismes physiques d'endommagement. Par ailleurs, un certain nombre de modèles qui ont pour avantage de modéliser ces mécanismes à savoir la nucléation, la croissance et la coalescence de cavités ont également été présentés.

Dans la suite de ce travail, on s'intéresse plus particulièrement au comportement mécanique du PVC qui sera l'objectif du chapitre suivant.



# Bibliographies

- [1] Tomita, Y., *Constitutive modelling of deformation behavior of glassy polymers and applications*. International Journal of Mechanical Sciences, 2000. **42**: p. 1455-1469.
- [2] Ebewele, R.O., *polymer-science-and-technology*. 1996.
- [3] C. G'Sell, J.M.H., *Lois de comportement mécanique des polymères solides*. Introduction à la mécanique des polymères, 1995: p. 141-168.
- [4] Schirrer, R., *Les craquelures dans les polymères*. Introduction à la mécanique des polymères, 1995: p. 395-411.
- [5] Grenet, J. and C. G'Sell, *Observation and modelling of shear-band propagation in glassy polycarbonate*. Polymer, 1990. **31**(11): p. 2057-2065.
- [6] C. Fressengeas, A.M., *Formation des bandes de cisaillement : une analyse de stabilité relative*. JOURNAL DE PHYSIQUE, 1985. **C5**(46): p. 283-289.
- [7] V. Favier, T.G., E. Strijko, J.M. Hiver, C. G'Sell, S. Hellinckx, A. Goldberg, *Slow crack propagation in polyethylene under fatigue at controlled stress intensity*. Polymer, 2002. **43**: p. 1375-1382.
- [8] Selini, N., *Etude expérimentale et simulation numérique de l'effet de la triaxialité sur le comportement mécanique du PVC*. 2013. **Chapitre-II**: p. 56-93.
- [9] C.G'Sell, *Instabilités de déformation pendant l'étirage des polymères solides*. Revue de Physique Appliquée, 1988. **23**(6): p. 1085-1101.
- [10] Mears, D.R., K.D. Pae, and J.A. Sauer, *Effects of Hydrostatic Pressure on the Mechanical Behavior of Polyethylene and Polypropylene*. Journal of Applied Physics, 1969. **40**(11): p. 4229-4237.
- [11] Whitney, W. and R.D. Andrews, *Yielding of glassy polymers: Volume effects*. Journal of Polymer Science Part C: Polymer Symposia, 1967. **16**(5): p. 2981-2990.
- [12] Sternstein, S.S. and F.A. Myers, *Yielding of glassy polymers in the second quadrant of principal stress space*. Journal of Macromolecular Science, Part B, 1973. **8**(3-4): p. 539-571.
- [13] Bowden, P.B. and J.A. Jukes, *The plastic flow of isotropic polymers*. JOURNAL OF MATERIALS SCIENCE, 1972. **7**(1): p. 52-63.

## Chapitre-I : Eléments Bibliographiques

---

- [14] Raghava, R., R.M. Caddell, and G.S.Y. Yeh, *The macroscopic yield behaviour of polymers*. Journal of materials science, 1973. **8**(2): p. 225-232.
- [15] Lesser, A.J. and R.S. Kody, *A generalized model for the yield behavior of epoxy networks in multiaxial stress states*. Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics, 1997. **35**(10): p. 1611-1619.
- [16] Escaig, B., *A physical model of the pressure dependence and biaxial mechanical properties of solid polymers*. Polymer Engineering & Science, 1997. **37**(10): p. 1641-1654.
- [17] Bauwens, J.C., *Yield condition and propagation of Lüders' lines in tension-torsion experiments on poly(vinyl chloride)*. Journal of Polymer Science Part A-2: Polymer Physics, 1970. **8**(6): p. 893-901.
- [18] Epee, A.F., et al., *Constitutive model for a semi-crystalline polymer under dynamic loading*. International Journal of Solids and Structures, 2011. **48**(10): p. 1590-1599.
- [19] Billon, N., *Comportment mécanique des polymers*. Matériaux pour l'ingénieur: p. 141 - 148.
- [20] Fleck Norman, A., et al., *High strain-rate shear response of polycarbonate and polymethyl methacrylate*. Proceedings of the Royal Society of London. A. Mathematical and Physical Sciences, 1990. **429**(1877): p. 459-479.
- [21] Klepaczko, J., *constitutive modeling in dynamic plasticity based on physical state variables - a review*. Journal de Physique Colloques, 1988. **49**(C3): p. C3-553-C3-560.
- [22] C. G'sell, J.J.J., *Yield and transient effects during the plastic deformation of solid polymers*. Journal of materials science 1981. **16**: p. 1956 - 1974.
- [23] Richeton, J., et al., *Influence of temperature and strain rate on the mechanical behavior of three amorphous polymers: Characterization and modeling of the compressive yield stress*. International Journal of Solids and Structures, 2006. **43**(7): p. 2318-2335.
- [24] Rabinowitz, S., I.M. Ward, and J.S.C. Parry, *The effect of hydrostatic pressure on the shear yield behaviour of polymers*. Journal of materials science, 1970. **5**(1): p. 29-39.
- [25] Spitzig, W.A. and O. Richmond, *Effect of hydrostatic pressure on the deformation behavior of polyethylene and polycarbonate in tension and in compression*. Polymer Engineering & Science, 1979. **19**(16): p. 1129-1139.

## Chapitre-I : Eléments Bibliographiques

---

- [26] Bauwens, J.-C., *Relation between the compression yield stress of poly(vinyl chloride) and the loss peak in the  $\beta$ -transition range*. Journal of Polymer Science Part C: Polymer Symposia, 1971. **33**(1): p. 123-133.
- [27] Ward, I.M., *The yield behavior of polymers*. Journal of Polymer Science Part C: Polymer Symposia, 1971. **32**(1): p. 195-218.
- [28] Rabinowitz, S. and P. Beardmore, *Cyclic deformation and fracture of polymers*. journal of materials science, 1974. **9**(1): p. 81-99.

## Chapitre II

### *Caractérisation Expérimentales du PVC*

### II.1 Introduction

Les polymères sont de plus en plus utilisés dans une large gamme d'applications structurelles. Ainsi, il devient fondamental de mieux comprendre et prédire leur réponse mécanique pour évaluer leur durabilité. Les polymères présentent un comportement non linéaire complexe dépendant de facteurs externes tels que la vitesse de déformation, la température, la pression hydrostatique (rapport de triaxialité de contrainte), mais également sur des paramètres morphologiques, par exemple le poids moléculaire ou le degré de cristallinité. Cela nécessite des investigations scientifiques afin de développer des outils prédictifs capables de capter les mécanismes de déformation, d'endommagement et de rupture.

De nombreuses études ont été réalisées pour développer des équations constitutives pour les matériaux polymères. Au-delà des facteurs externes précités, la modélisation de la réponse mécanique des polymères nécessite de prendre en compte une contrainte importante. De nombreux articles traitant de la réponse mécanique des polymères ont été rapportés dans la littérature mais, en général, toutes ces conditions n'étaient pas totalement remplies. En effet, la plupart des études traitaient des essais de traction uniaxiale, manifestement modélisés dans des conditions unidimensionnelles (1D) où des schémas rhéologiques étaient souvent proposés. Cette première classe de modèle a été étudiée sous faible contrainte (jusqu'à striction) pour les polymères rigides. Une exception peut être observée pour les élastomères qui nécessitent généralement une hypothèse de contrainte finie. De plus, de nombreux auteurs ont étudié les déformations viscoélastiques / viscoplastiques dans de tels modèles. Popelar et al. [1] ont proposé des modèles viscoélastiques en polyéthylène. Khan et Zhang [2] ont mis au point un modèle viscoélastique-viscoplastique pour décrire la réponse inélastique du polytétrafluoroéthylène. Grâce à une approche similaire, Khan et al. [3] ont capturé la réponse inélastique à de grandes déformations d'adiprène-L100. D'autres études ont été consacrées à la modélisation du comportement viscoplastique du polyamide Kreml et al.[4], Kreml et Ho [5].

## CHAPITRE II : Caractérisation Expérimentales du PVC

---

Pour prendre l'état de contrainte multiaxial sous viscoélasticité et / ou viscoplasticité, des modèles constitutifs ont été récemment développés par Van Domellen et al. [6] sous chargement monotone, par Drozdov [7] et Ayoub et al. [8] Sous charge d'inversion de contrainte et par Ben Hadj Hamouda et al. [9], et Regrain et al. [10] Pour le chargement par fluage. Ces modèles prennent généralement en compte le degré de cristallinité mais pas le changement de volume.

L'influence de la pression hydrostatique sur les matériaux polymères s'est révélée digne d'être étudiée dans ces conditions. Du point de vue expérimental, des essais de traction sous pression hydrostatique ou des essais de compression ont été réalisés pour démontrer cette influence voir par exemple Ghorbel, [11], Zaïri et al. [12]. Le blanchiment des polymères est lié à la cavitation qui se produit à l'intérieur du matériau par la nucléation et la croissance des vides, ce qui génère un changement de volume Schirrer et al. [13]. Pour les élastomères, les travaux de Ball [14], Dorfmann et al. [15], Ont décrit les courbes de pression hydrostatique en fonction du changement de volume malgré l'incompressibilité supposée d'un tel matériau.

Pour les thermoplastiques, lors de l'apparition de la striction lors des essais de traction uniaxiale, l'état de contrainte multiaxiale se situe dans la section transversale, sans aucune technique de mesure pour estimer cette triaxialité des contraintes. Seule la déformation peut être mesurée, au moins pour les directions axiales et transversales. Cette déformation transversale peut conduire à une mesure de variation de volume indirecte lorsque l'isotropie est supposée. En ce qui concerne l'état de contrainte triaxiale, Bridgman [16] et Kachanov [17] ont développé des analyses analytiques et expérimentales sur des échantillons à entaille idéalisé, c'est-à-dire des éprouvettes à entaille axisymétrique. La théorie, dédiée au métal, a été formulée avec une matière plastique parfaite et a ainsi ignoré la variation de volume. Mais l'approche est considérée comme pertinente en termes de répartition des contraintes.

## **CHAPITRE II : Caractérisation Expérimentales du PVC**

---

Au cours de ces deux dernières décennies, des modèles constitutifs traitant l'évolution de la porosité considérés comme des dommages pour les polymères - ont été développés. En particulier, les travaux essentiels portaient sur les polymères vitreux durcis au caoutchouc (par exemple: Fond et al. [18], Jeong et Pan, [19], Kuroda et al. [20], Lazzeri et Bucknall [21], Seelig et van der Giessen [22], Steenbrink et van der Giessen, [23]). Dans ces modèles, la croissance des vides est due à la cavitation des particules de caoutchouc et favorise un changement de volume important. L'étalonnage des coefficients de matériau liés à la porosité est effectué en utilisant des cellules unitaires construites pour être aussi représentatives que possible de la distribution des particules de caoutchouc.

Les polymères comme le polychlorure de vinyle (PVC), s'impose de plus en plus dans le secteur du transport des énergies et de bâtiment. Dans le même temps, un effort très important est consenti par le milieu scientifique pour l'étude de ce type de polymère. Jusqu'à présent, l'établissement du comportement mécanique du PVC aux conditions de chargement posait des grands problèmes d'instabilités plastiques, pour cela, dans ce chapitre notre travail consiste à étudier le comportement mécanique du PVC en grandes déformations et de son évolution vis-à-vis de la triaxialité des contraintes.

### **II.2 Présentation du Matériau**

Le poly(chlorure de vinyle), connu sous le sigle PVC (sigle venant de l'appellation anglaise polyvinyl chloride), est un polymère thermoplastique de grande consommation ; amorphe ou faiblement cristallin, principal représentant de la famille chloropolymères.

Il est préparé à partir de deux matières premières : à 57 % de sel de mer (Na Cl) et à 43 % de pétrole ; c'est la seule matière plastique constituée par plus de 50 % de matière première d'origine minérale.

Le PVC rigide est surtout utilisé pour la fabrication des profilés et tubes par extrusion. Le PVC souple (ou PVC plastifié) sert par exemple dans l'industrie des vêtements et des tapisseries.

## CHAPITRE II : Caractérisation Expérimentales du PVC

---

Notre matériau a été fabriqué dans un premier temps sous forme de granulés, importé par la société STPM CHIALI certifiée selon la norme ISO 9001 – 2000. Il a été ensuite extrudé afin de fabriquer des tubes de différents diamètres.

Les conditions d'extrusion sont déterminées afin de garantir un refroidissement le plus homogène possible dans les tubes. Le tableau II.1 résume les principales caractéristiques physiques de ce matériau.

<i>Propriété</i>	<i>Valeurs</i>
<i>Densité relative (Kg/m<sup>3</sup>)</i>	1,3 – 1,45
<i>Indices de réfraction</i>	1,54
<i>Température de fléchissement sous charge (1,82 MPa) (°C)</i>	62
<i>Point de ramollissement (°C)</i>	70
<i>Température de service max (°C)</i>	60
<i>Coefficient de dilatation thermique (Cm /cm °C K-1) à 20°C</i>	6,7x10-5
<i>Capacité thermique spécifique Cal/g °C</i>	0,26
<i>Coefficient de conductivité thermique Cal cm/cm<sup>3</sup>s</i>	4,5x10-4
<i>Indice de fluidité g/10 (min)</i>	0,2 – 1,4
<i>Masse molaire moyenne Mw (g/mol)</i>	310 000
<i>Température de fusion Tm (°C)</i>	130

**Table II.1** Spécifications techniques et physiques du PVC.

### II.3 Caractérisation du PVC

Les polymères sont de nature organique et autre sans pour autant être des composés simples. Ils sont intrinsèquement hétérogènes du fait de l'association des diverses molécules qui les composent. Chaque variante de ces molécules de base et de leur combinaison (micro structure) conduit à des caractéristiques et des propriétés différentes, liées plus ou moins directement à leur nature. Par ailleurs, l'adjonction de charges et d'additifs au polymère de base modifie significativement les propriétés globales du matériau.

Les méthodes classiques de caractérisation (chimique, physique, mécanique) ne sont plus suffisantes pour analyser et interpréter correctement le comportement de ces matériaux.



## **CHAPITRE II : Caractérisation Expérimentales du PVC**

---

Une approche multidisciplinaire, grâce à une panoplie d'essais spécifiques et indispensable. Ces techniques destructives sont regroupées au sein de la physico-chimie. En général, elles permettent :

- L'identification des composés.
- La détermination de la composition et de la structure des polymères et des adjuvants.
- Elles permettent de suivre l'évolution de tous les paramètres au cours d'un vieillissement ou d'une utilisation en service.

### **II.4 Principales méthodes employées en expertise :**

Globalement, mis à part les techniques classiques (densité, indice de réfraction, comportement à la flamme, aux solvants, indice de fluidité, viscosité, ...) les principales méthodes employées pour déterminer le comportement d'un polymère sont les suivantes :

#### **II.4.1 Traction uni axiale sur éprouvette**

L'essai de traction uni axiale est un essai « simple » à mettre en œuvre. Il consiste à soumettre une éprouvette du matériau à étudier à une traction et à mesurer l'allongement correspondant à une force  $F$  appliquée. Sa simplicité ainsi que l'existence de techniques poussées autorise une instrumentation riche des essais. En raison de son dépouillement simple, il permet d'établir des lois de comportement fiables et par conséquent permet d'accéder aux caractéristiques du matériau telles que le module d'Young, la contrainte au seuil d'écoulement et la contrainte à la rupture. En outre, il présente une reproductibilité remarquable [24].

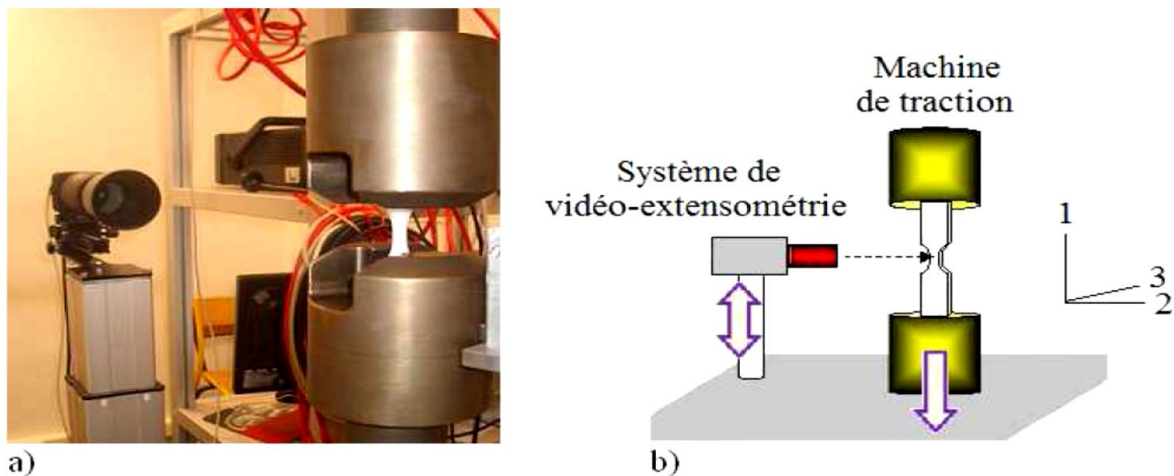
Les essais de traction ont été effectués au LMPM de Lille sur une machine hydraulique « INSTRON 5867 » fonctionnant à vitesse de traverse constante. Pour la détermination de la loi de comportement mécanique du PVC, nous avons utilisé la technique de la vidéo traction, qui donne accès au comportement intrinsèque des matériaux ductiles en temps réel et à température ambiante.

### II.4.1.1 Vue générale de la plate-forme expérimentale

La plate-forme expérimentale se compose d'une machine de traction et d'un extensomètre vidéo (figure II.1). La traverse mobile de la machine assure le déplacement du mors inférieur serrant l'éprouvette de test. Son extrémité supérieure est serrée dans un mors fixe par rapport au bâti de la machine équipé d'un capteur de force (notée  $F$ ). Le système de vidéo-extensométrie est monté sur un pied motorisé asservi de telle sorte qu'il mesure en temps réel les déformations vraies (longitudinale  $\varepsilon_{11}$  et transversale  $\varepsilon_{22}$ ) dans la zone de striction.

A travers la console de contrôle de la machine de traction, capable de récupérer et d'utiliser les déformations mesurées par le vidéo-extensomètre, il est possible de piloter la traverse de la machine de traction en temps réel (à travers une boucle feed-back) en lui imposant des trajets de chargement respectant des consignes en termes de déformation vraie.

Grâce à la mesure de la force et des déformations vraies, il est finalement possible d'accéder à une mesure de la contrainte vraie longitudinale  $\sigma_{11}$  (notée  $\sigma$  par la suite) et d'être à même de reconstruire la courbe intrinsèque de contrainte vraie-déformation vraie  $\sigma = f(\varepsilon_{11})$  du matériau considéré.



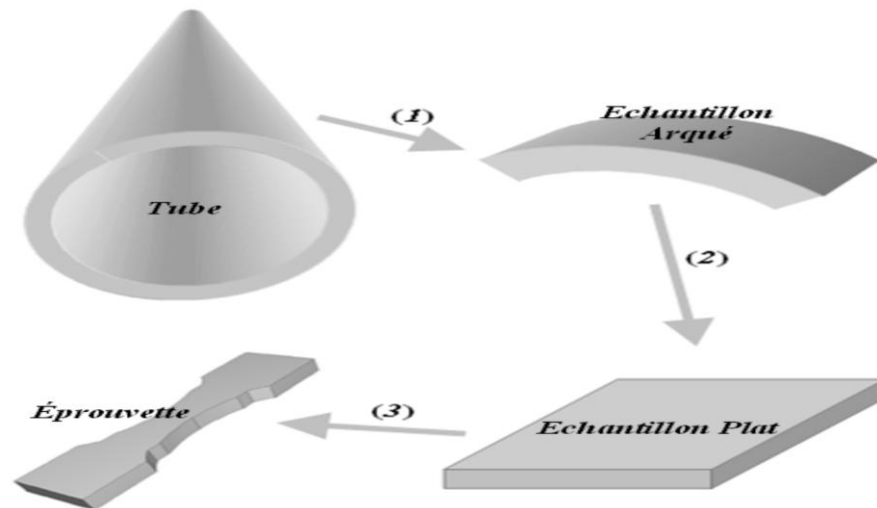
**Figure II.1** a) Photo du dispositif expérimental de caractérisation mécanique macroscopique. b) Schéma synoptique correspondant.

### II.4.1.2 Géométrie des éprouvettes

Les éprouvettes de traction adoptent deux géométries : cylindrique ou plate. La section doit être constante sur une longueur suffisante pour obtenir un état de contrainte homogène pendant l'essai. Aux deux extrémités sont usinées des têtes d'amarrage avec des rayons de courbures suffisamment grands pour éviter des concentrations de contrainte excessives.

Afin d'examiner la sensibilité du comportement mécanique du PVC à l'effet de la triaxialité des contraintes, des tests ont été faits sur des éprouvettes entaillées avec quatre rayons de courbure en traction uni axiale. En effet, les différents rayons d'entailles permettent de faire varier la triaxialité des contraintes dans la zone utile. Les éprouvettes ont été prélevées à partir des tubes parallèlement à la direction d'extrusion (figure II.2), et ont été usinées au laboratoire à partir des plaques de 4mm d'épaisseur.

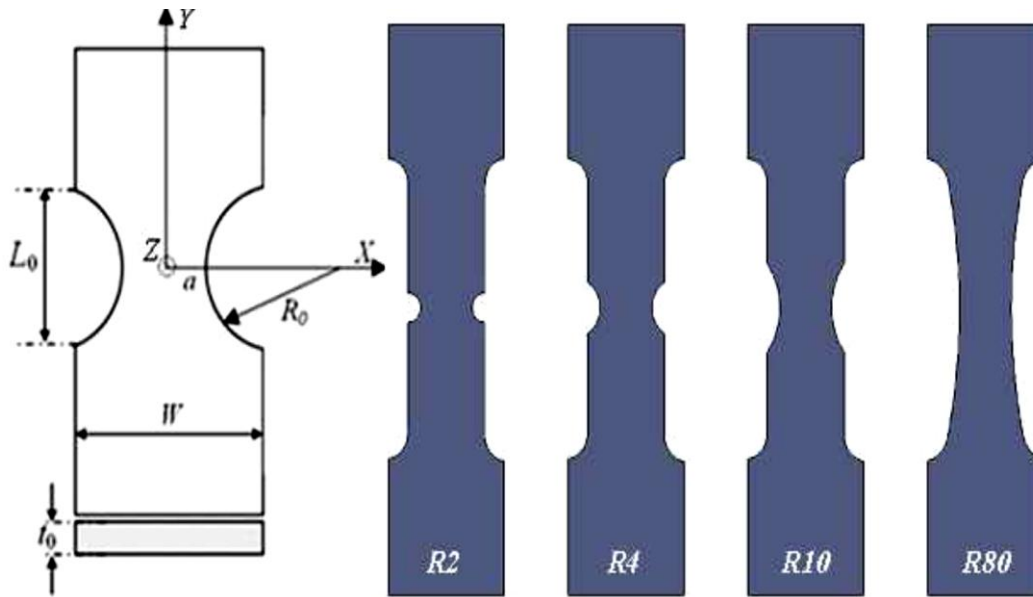
Cependant, des éprouvettes entaillées (appelées  $R_x$ ) de forme plate avec quatre rayons de courbure ( $R = 2 ; 4 ; 10$  et  $80\text{mm}$ ) sont employées. Etant donné les différences possibles de refroidissement entre la peau et le cœur du tube, les éprouvettes sont prélevées dans la zone de cœur, ayant une microstructure qui peut être considérée comme homogène. Les taux de triaxialité ont été évalués à l'aide du modèle analytique de base de Bridgman[25].



**Figure II.2** Schéma de prélèvement des éprouvettes.

## CHAPITRE II : Caractérisation Expérimentales du PVC

Une schématisation d'une éprouvette entaillée est donnée dans la figure II.3-a. Les géométries des quatre éprouvettes considérées dans cette étude sont données dans la figure II.3-b, avec la largeur minimale en fond d'entaille  $w_0 = 2a = 8\text{mm}$  ; la hauteur de la zone entaillée  $L_0$  varie avec le rayon de courbure  $R_0$  ; l'épaisseur  $t_0 = 4\text{mm}$ , et la largeur maximale de l'échantillon  $W = 12\text{mm}$ . Les différents rayons sont notés symboliquement  $R_x$  où  $x$  est la valeur du rayon de courbure (plus de détails sont donnés en annexe-II).



**Figure II.3** a) Schématisation d'une éprouvette entaillée ; b) Géométries des quatre éprouvettes R2, R4, R10 et R80.

### II.4.2 Caractérisation du comportement plastique

#### II.4.2.1 Seuil de plasticité

Les figures II.4 illustrent les réponses obtenues en grandes déformations lors des essais de traction en terme de contrainte vraie - déformation vraie du PVC à la température ambiante ( $23^\circ\text{C}$ ) et sous une vitesse de déformation vraie constante de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  pour les quatre rayons de courbure (R2, R4, R10 et R80).

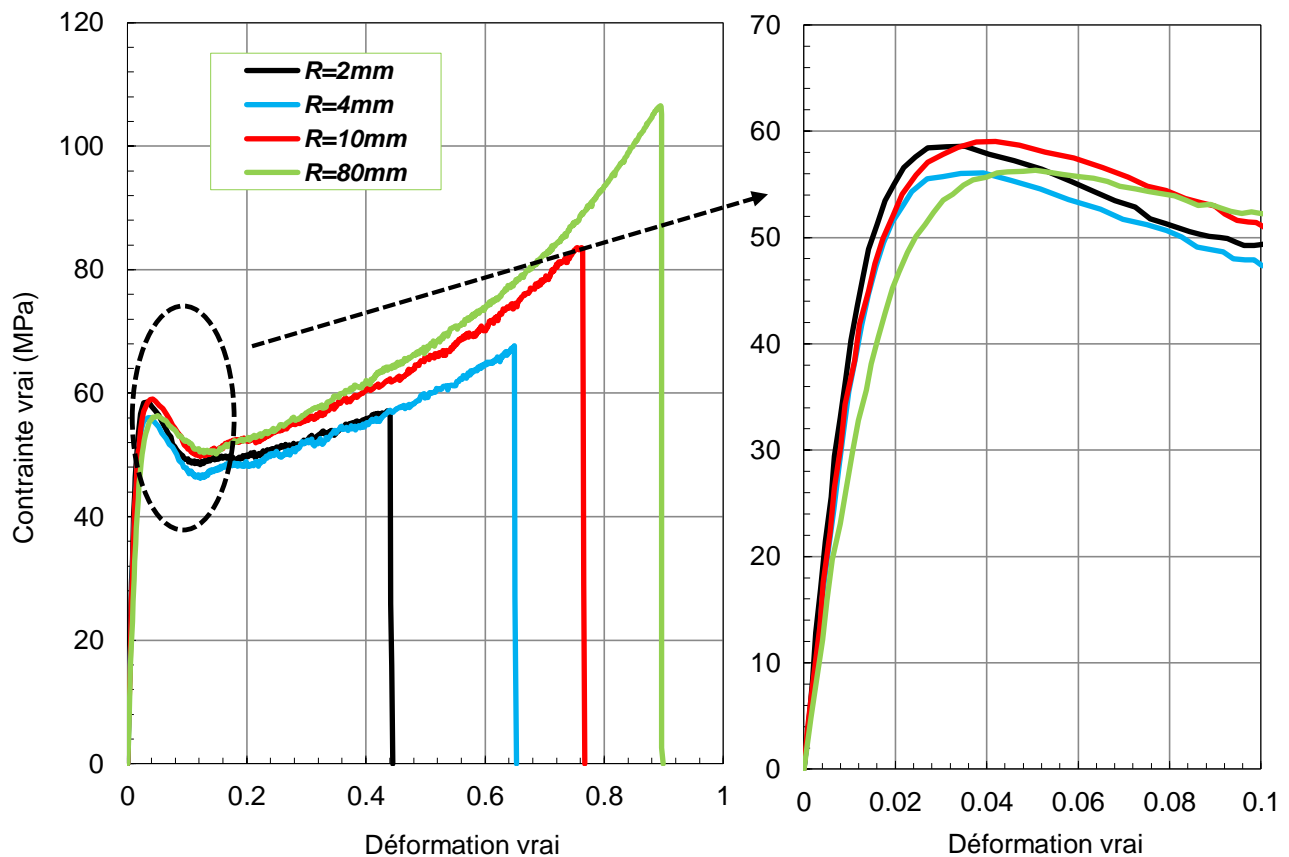
Du point de vue qualitatif les évolutions dans la figure II.4 présentent des réponses similaires quel que soit le taux de triaxialité des contraintes.

## CHAPITRE II : Caractérisation Expérimentales du PVC

Cependant, le taux de triaxialité des contraintes influe fortement sur la valeur maximale de la déformation vraie atteinte. Il apparaît également que la déformation et la contrainte vraie à rupture sont plus faibles lorsqu'on augmente la triaxialité.

Un caractère typique du comportement plastique des polymères amorphes est remarqué qui se caractérise d'une part, par une ductilité moyenne, et d'autre part, par un effet de la triaxialité des contraintes. L'allure générale des courbes est caractérisée par quatre principales zones : une réponse linéaire qui traduit le comportement élastique aux faibles déformations, qui est suivie par une seconde partie qui traduit l'apparition de la déformation plastique ; puis une troisième partie caractérisant le début du stade de durcissement structural dû à la réorganisation des chaînes dans le sens de sollicitation ; et enfin une dernière partie marquée par un durcissement avant la rupture finale.

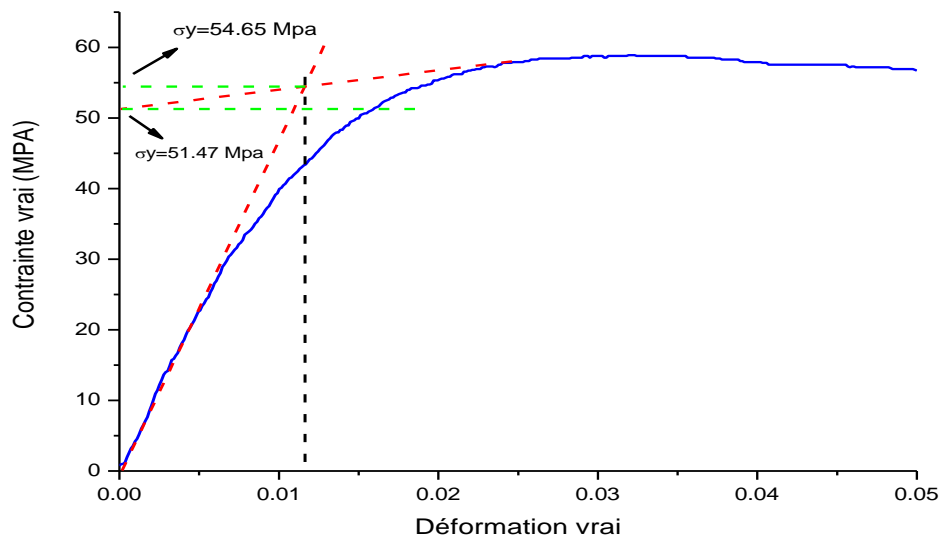
Rappelons que la vitesse de déformation vraie est maintenue constante tout au long de l'essai.



**Figure II.4** Effet de la triaxialité sur la réponse du PVC en grandes déformations

## CHAPITRE II : Caractérisation Expérimentales du PVC

Notamment, On peut observer la dépendance du comportement mécanique à la triaxialité des contraintes. Plus la triaxialité des contraintes est grand, plus le seuil plastique augmente en contrainte et diminue en déformation. La comparaison montre aussi que l'effet de la triaxialité affecte davantage le durcissement structural ; cela est dû aux mécanismes intermoléculaires incluant le seuil plastique et la rupture (figure II.4). Le seuil de la contrainte et de la déformation ont été déterminées graphiquement entre le domaine parfaitement élastique et le début de la plasticité de la courbe contrainte vraie - déformation vraie (figure II.5).

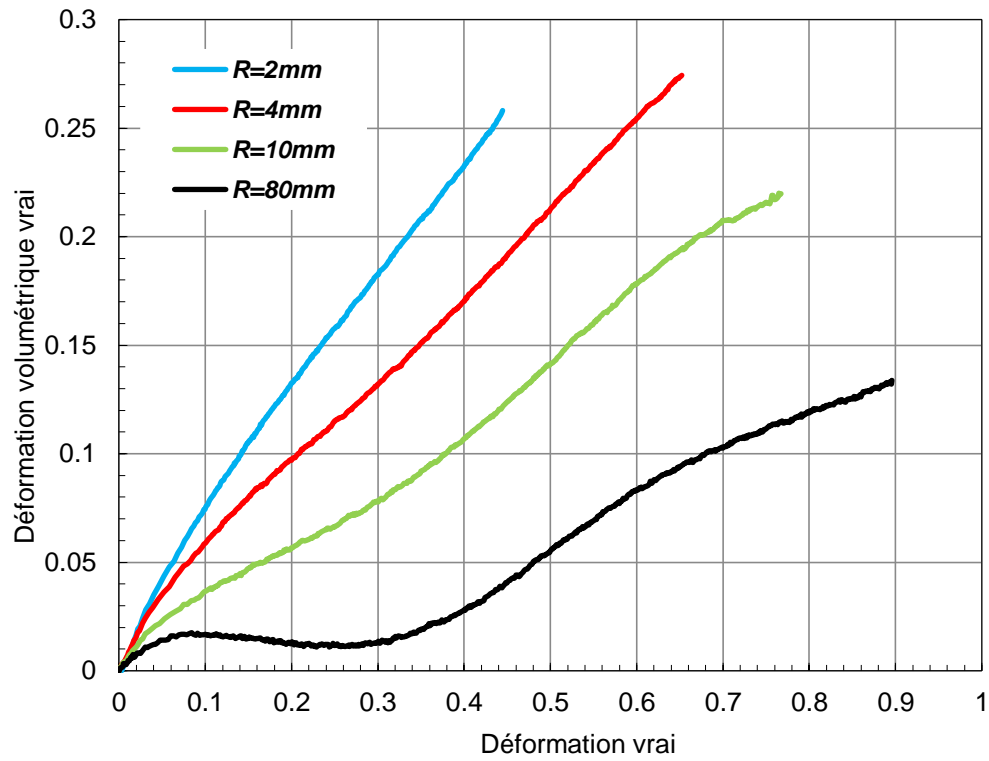


**Figure II.5** détermination du seuil plastique

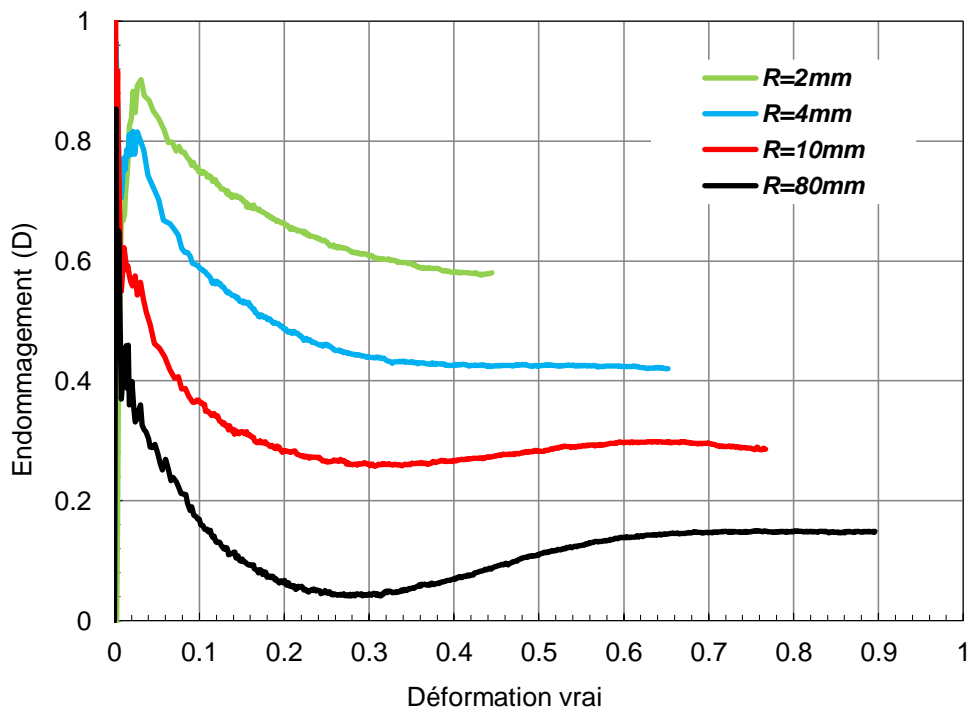
### II.4.2.2 déformation volumique et endommagement

L'effet de la triaxialité des contraintes sur le comportement et l'endommagement du PVC est récapitulé sur la figure II.6, en termes de déformation volumique. Les résultats montrent une forte influence de la triaxialité des contraintes sur le comportement. Cet effet est beaucoup plus marqué aux grandes déformations. Cette influence de la triaxialité des contraintes est également perceptible sur l'évolution de l'endommagement  $D$  (figure II.7).

En général, la notion de variable d'endommagement  $D$  est couramment utilisée pour traduire la dégradation des propriétés mécaniques des matériaux suite à des processus cavitationnels [26].



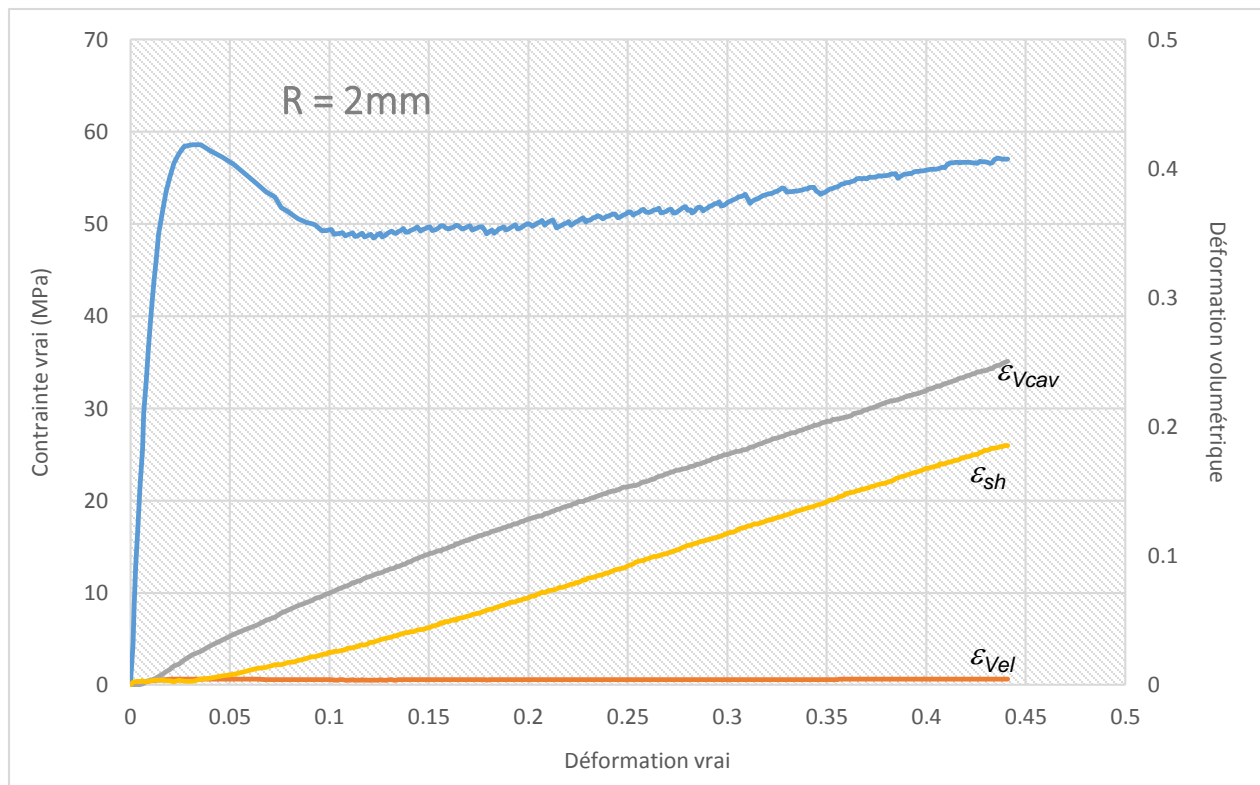
**Figure II.6** Effet de la triaxialité sur l'évolution de la déformation volumique



**Figure II.7** Effet de la triaxialité sur l'évolution de l'endommagement.

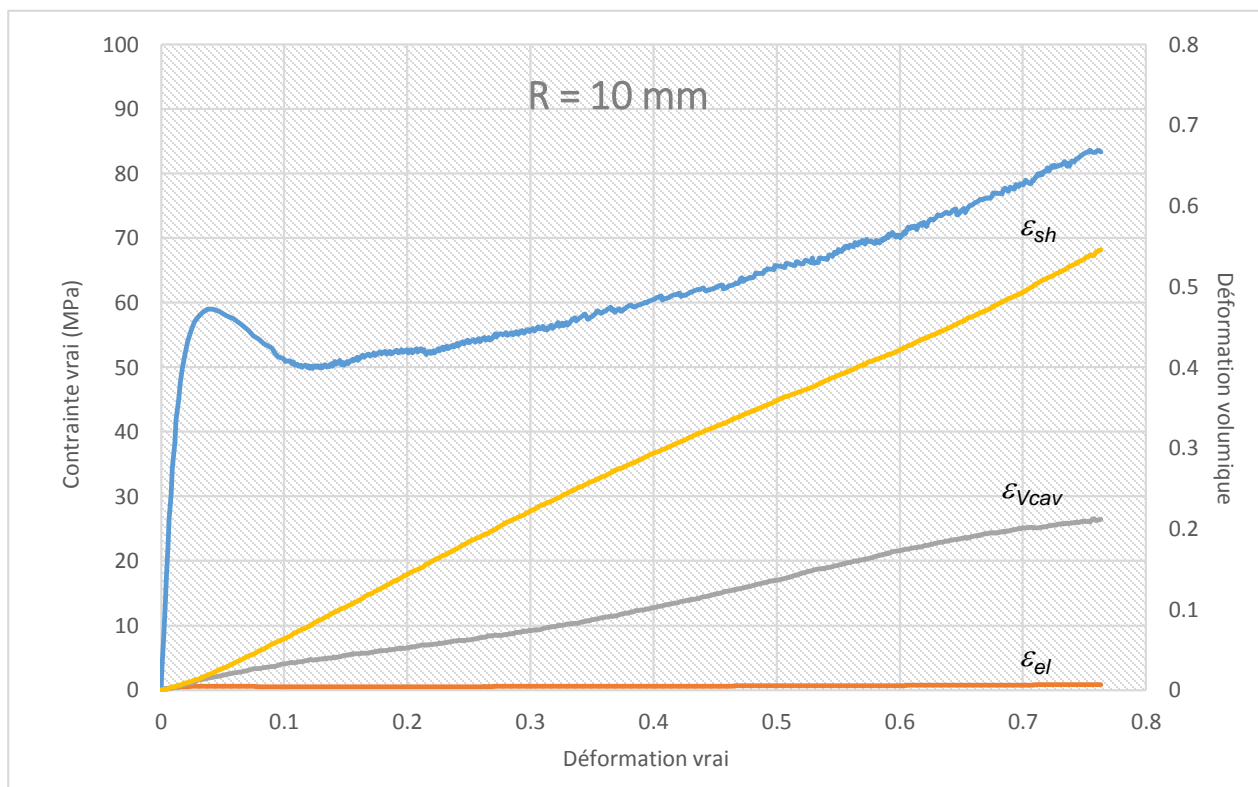
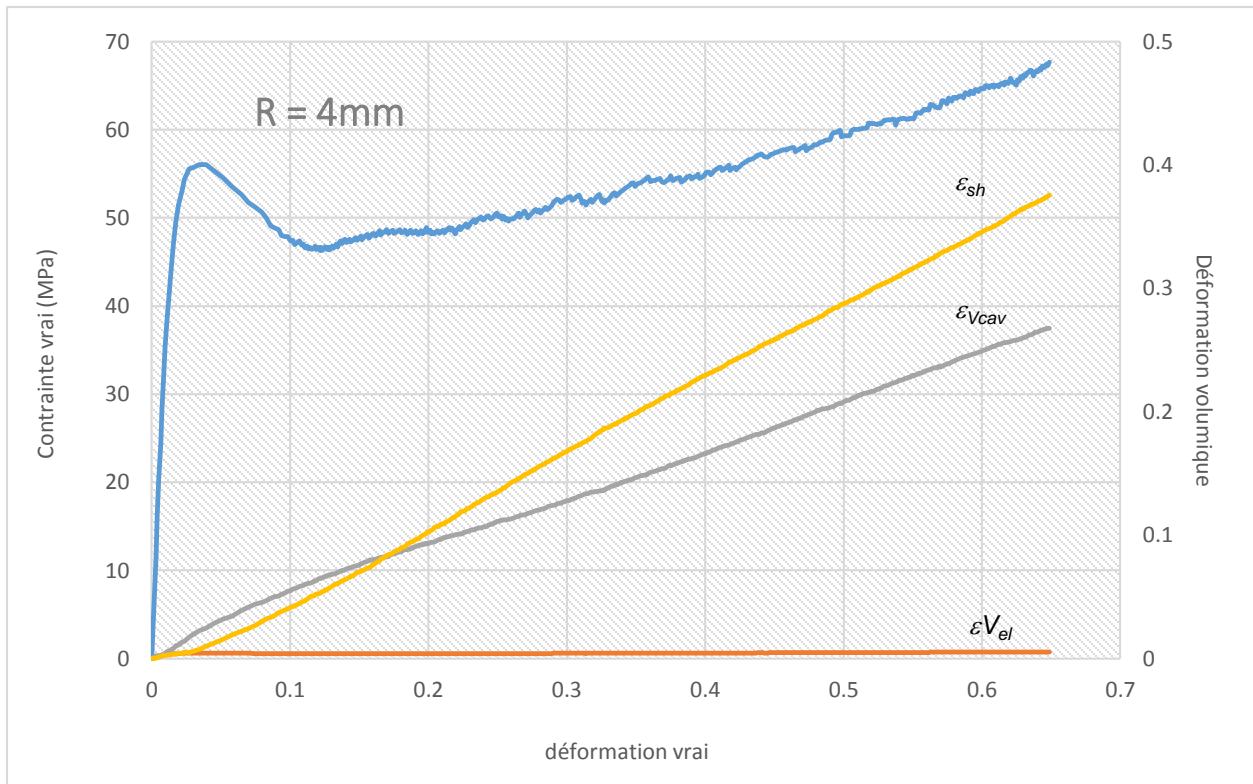
## CHAPITRE II : Caractérisation Expérimentales du PVC

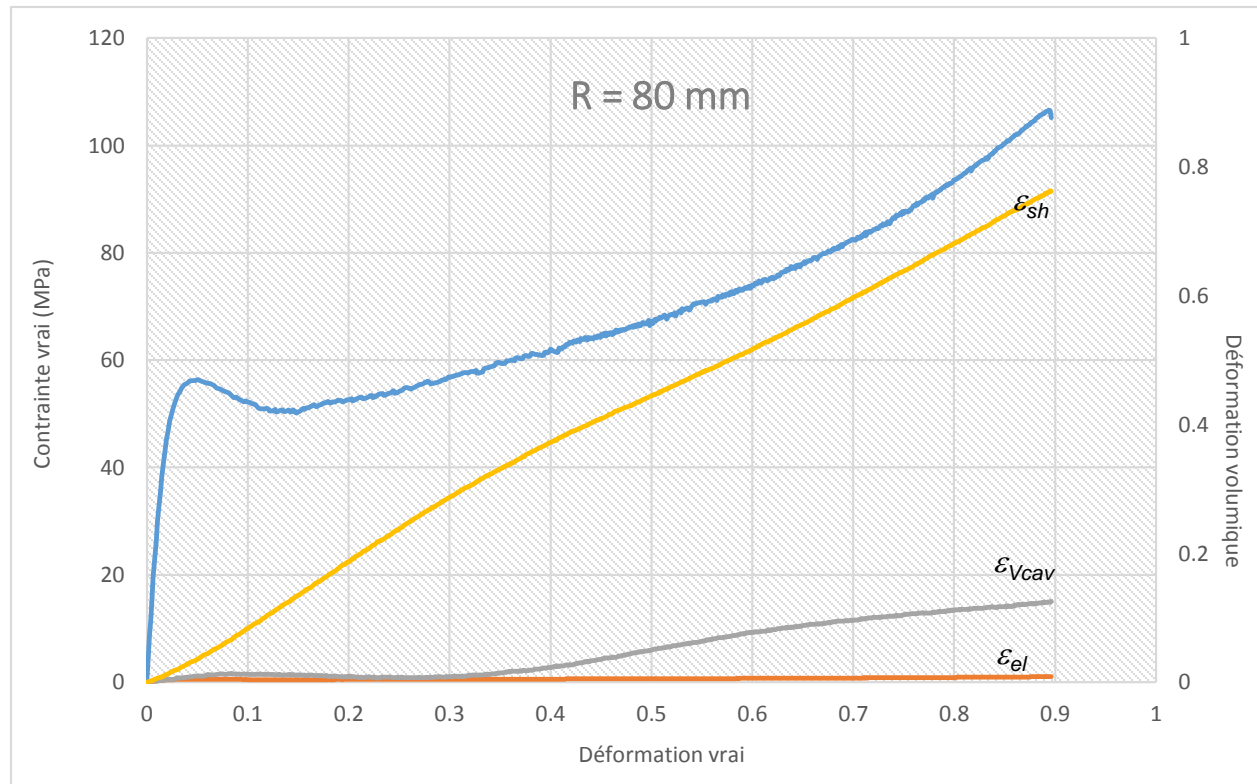
Sur la figure II.8, on présente les réponses obtenues en grandes déformations lors des essais de traction en terme de contrainte vraie - déformation vraie du PVC pour les quatre rayons de courbure (R2, R4, R10 et R80). On présente également l'évolution des trois composantes de la variation de volume selon la décomposition de Heikens et al. On remarque un caractère typique du comportement qui se caractérise d'une part, par une ductilité élevée, et d'autre part, par une dépendance à l'effet de la triaxialité des contraintes. Les trois composantes de la variation de volume du PVC en fonction de la déformation vraie nous informent sur les mécanismes de déformation et d'endommagement de ce polymère. La déformation volumique élastique  $\epsilon_{el}$  est due à l'effet du coefficient de Poisson et reste relativement faible compte tenu des très grandes déformations atteintes avant rupture. La déformation volumique plastique cavitationnelle  $\epsilon_{cav}$  permet de caractériser le début de l'endommagement et sa cinétique ; celle-ci représentant une partie non négligeable de la déformation totale. Enfin, la déformation due au cisaillement  $\epsilon_{cis}$  permet d'apprécier une grande partie de la déformation tout en n'impliquant aucune variation de volume.





## CHAPITRE II : Caractérisation Expérimentales du PVC





**Figure II.8** Evolution de la contrainte vraie et des différents mécanismes de déformation Volumique en fonction de la déformation vraie.

### II.4.3 Analyse spectrométrie infrarouge (IR) :

La spectroscopie infrarouge (parfois désignée comme spectroscopie IR) est une classe de spectroscopie qui traite de la région infrarouge du spectre électromagnétique. Elle recouvre une large gamme de techniques, la plus commune étant un type de spectroscopie d'absorption. Comme pour toutes les techniques de spectroscopie, elle peut être employée pour l'identification de composés ou pour déterminer la composition d'un échantillon.

On obtient alors des bandes d'absorption, résultant de modes vibrationnels intramoléculaires qui absorbent le rayonnement infrarouge dans des régions particulières, permettant l'identification de matériaux de nature organiques ou minérales.

### II.4.3.1 Principe de l'analyse

La partie infrarouge du spectre électromagnétique est divisée en trois régions : le proche, le moyen et le lointain infrarouges, nommés en relation avec le spectre visible. L'infrarouge lointain, allant approximativement de 400 à 10  $\text{cm}^{-1}$  (1000–25  $\mu\text{m}$ , en pratique gamme 1000–30  $\mu\text{m}$ ), mitoyen de la région micro-onde, a une énergie faible et peut être utilisé pour la spectroscopie rotationnelle. Le rayonnement infrarouge moyen, allant approximativement de 4000 à 400  $\text{cm}^{-1}$  (25–2,5  $\mu\text{m}$ , en pratique gamme 30–1,4  $\mu\text{m}$ ) peut être utilisé pour étudier les vibrations fondamentales et la structure rovibrationnelle associée. Le proche infrarouge, plus énergétique, allant approximativement de 14000 à 4 000  $\text{cm}^{-1}$  (2,5–0,7  $\mu\text{m}$ , en pratique gamme 1,4–0,8  $\mu\text{m}$ ) peut exciter les vibrations harmoniques. Les dénominations et classifications de ces sous-régions sont essentiellement des conventions. Elles ne sont pas basées sur des divisions strictes ou sur des propriétés moléculaires ou électromagnétiques exactes.

La spectroscopie infrarouge exploite le fait que les molécules possèdent des fréquences spécifiques pour lesquelles elles tournent ou vibrent en correspondance avec des niveaux d'énergie discrets (modes vibratoires). Ces fréquences de résonance sont déterminées par la forme des surfaces d'énergie potentielle, les masses atomiques et par le couplage vibronique associé.

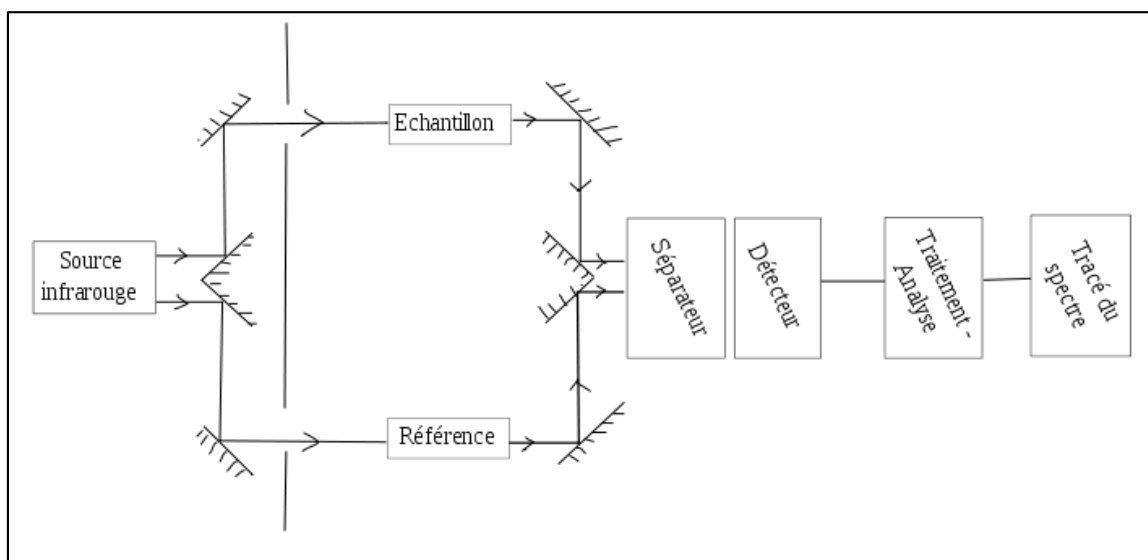
Afin qu'un mode vibrationnel dans une molécule soit actif dans l'infrarouge, il doit être associé à des modifications du dipôle permanent. En particulier, dans les approximations de Born-Oppenheimer et harmonique, lorsque le hamiltonien moléculaire correspondant à l'état fondamental électronique peut être approximé par un oscillateur harmonique au voisinage de la géométrie moléculaire d'équilibre, les fréquences de résonance sont déterminées par les modes normaux correspondant à la surface d'énergie potentielle de l'état fondamental électronique moléculaire. Néanmoins, les fréquences de résonance peuvent être dans une première approche liées à la force de la liaison, et aux masses atomiques de terminaison. Donc, la fréquence des vibrations peut être associée à une liaison particulière.

## CHAPITRE II : Caractérisation Expérimentales du PVC

Le spectre infrarouge d'un échantillon est établi en faisant passer un faisceau de lumière infrarouge au travers de cet échantillon. L'examen de la lumière transmise indique la quantité d'énergie absorbée à chaque longueur d'onde. On peut le faire avec un faisceau monochromatique, avec une modification de la longueur d'onde dans le temps, ou en utilisant un instrument à transformée de Fourier afin de mesurer toutes les mesures d'onde simultanément. On peut alors produire les spectres en absorbance ou en transmittance, et indiquer les longueurs d'onde d'absorption. L'analyse de ces caractéristiques indique des détails de la structure moléculaire de l'échantillon.

Cette technique fonctionne quasiment exclusivement sur les échantillons présentant des liaisons covalentes. Des spectres simples sont obtenus à partir d'échantillons avec peu de liaisons actives dans l'infrarouge et avec de hauts degrés de pureté. Les structures moléculaires plus complexes conduisent à plus de bandes d'absorption et donc à des spectres plus complexes. Cette technique a cependant été utilisée pour la caractérisation de mélanges très complexes.

### II.4.3.2 Méthode classique



**Figure II.9** Schéma de fonctionnement d'un spectromètre infrarouge « classique ».

## **CHAPITRE II : Caractérisation Expérimentales du PVC**

---

Dans un spectromètre infrarouge « classique » (il existe des montages spéciaux dépendants des activités poursuivies), un rayon de lumière infrarouge est produit et séparé en deux faisceaux. L'un passe au travers de l'échantillon, l'autre au travers d'une référence qui est parfois le composé dans lequel l'échantillon a été dissous. Les faisceaux sont ensuite réfléchis jusqu'à un détecteur, après être passés par un séparateur qui alterne rapidement les faisceaux entrant dans le détecteur. Les deux signaux sont comparés et le spectre ainsi obtenu tracé.

L'utilisation d'une référence permet :

- d'éviter les fluctuations de sortie de source qui peuvent affecter les données. Ces fluctuations ont des origines diverses, comme le vieillissement.
- d'éviter la prise en compte des effets de solvant (la référence est habituellement le solvant pur correspondant à celui dans lequel l'échantillon est dissous).

### **II.4.3.3 Usage et applications**

La spectroscopie infrarouge est très répandue dans la recherche académique et l'industrie en tant que technique simple et sûre de mesure, de contrôle de qualité et de mesure dynamique. Elle est, par exemple, utilisée en médecine légale pour les cas criminels ou civils pour la caractérisation de la dégradation polymérique. Elle est sans doute la technique de spectroscopie appliquée la plus utilisée [27].

Les instruments d'acquisition sont maintenant miniaturisés et donc transportables, même pour des usages en extérieur. Avec l'accroissement des technologies de filtrage informatique et de traitement des résultats, les échantillons en solution peuvent maintenant être mesurés précisément (l'eau présente une large absorbance sur les longueurs d'onde intéressantes, ce qui rend un spectre non traité ininterprétable). Certains instruments possédant leurs propres bases de données, l'identification peut ainsi également être automatisée.

## CHAPITRE II : Caractérisation Expérimentales du PVC

---

En se calant sur une fréquence spécifique dans le temps, les modifications dans les propriétés ou la quantité d'une liaison particulière peuvent être mesurées. Cette méthode est particulièrement utile pour mesurer le degré de polymérisation en production. Les instruments de recherche modernes peuvent acquérir des mesures sur une largeur de spectre voulue, aussi souvent que 32 fois par seconde. Cela peut se faire dans le même temps que d'autres mesures par d'autres techniques, ce qui permet l'observation de réactions et processus chimiques de manière plus rapide et plus précise.

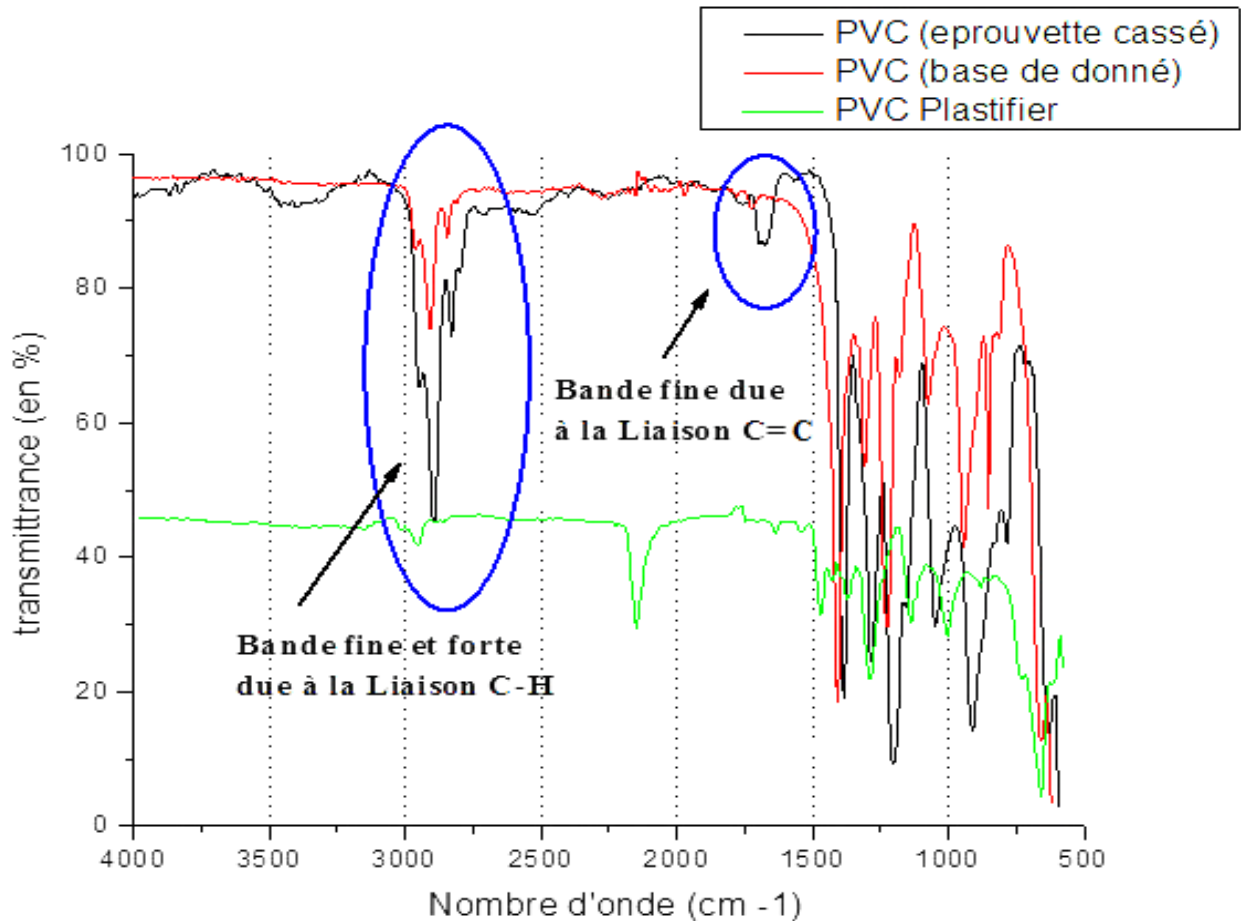
La spectroscopie infrarouge est une technique probante à la fois en chimie organique et en chimie inorganique. Ainsi on peut l'utiliser en analyse de surface dans l'industrie de la micro-électronique pour des semi-conducteurs comme le silicium, l'arséniure de gallium, le séléniure de zinc, le silicium amorphe, le nitrure de silicium, etc.

### II.4.3.4 Analyse spectrométrie du PVC

La spectroscopie infrarouge est un outil important pour l'identification des structures chimiques polymériques. Les spectres IR varient en fonction de la composition chimique du matériau et peuvent indiquer la complication et l'interaction entre ses constituants.

Le spectre IR pour un échantillon de PVC pur présentait des pics caractéristiques de ce polymère (Figure II.4). L'allongement de la liaison C-H est observé à  $2911\text{ cm}^{-1}$ , la déformation des groupes  $\text{CH}_2$  à  $1333\text{ cm}^{-1}$ , la déformation angulaire plane ( $\rho\text{CH}$ ) à  $1254\text{ cm}^{-1}$ , la déformation plane ( $\omega\text{CH}$ ) à  $959\text{ cm}^{-1}$  et Liaison C-Cl s'étendant à  $836\text{ cm}^{-1}$ . Ces bandes sont en accord avec les données trouvées dans la littérature pour le PVC [28].

La Figure II.10 montre également un spectre IR pour un échantillon de référence de PVC. Les deux spectres sont très similaires, mais révèlent, outre les pics caractéristiques du polymère, des bandes à  $3375\text{ cm}^{-1}$  correspondant à la déformation angulaire des groupes O-H; à  $2925\text{ cm}^{-1}$ , en raison de la déformation angulaire C-C-C et H-C-H ( $\nu_{\text{as}}\text{CH}_2$ ); à  $1734\text{ cm}^{-1}$  attribué à l'ester aliphatique saturé (C = C) et à  $1458\text{ cm}^{-1}$ , lié à des vibrations asymétriques ( $\nu_{\text{as}}\text{CH}_3$ ) ou des déformations angulaires ( $\delta\text{sCH}_2$ ).



**Figure II.10** Spectre IR des films PVC et PVC plastifié.

### II.4.4 Analyse enthalpique différentielle (DSC)

La calorimétrie différentielle à balayage (en anglais, Differential Scanning Calorimetry ou DSC) est une technique d'analyse thermique. Elle mesure les différences des échanges de chaleur entre un échantillon à analyser et une référence (par exemple alumine, mais peut aussi être de l'air).

Elle permet de déterminer les transitions de phase :

- la température de transition vitreuse ( $T_g$ ) des polymères, des verres métalliques et des liquides ioniques ;

## CHAPITRE II : Caractérisation Expérimentales du PVC

---

- les températures de fusion et de cristallisation ;
- Les enthalpies de réaction, pour connaître les taux de réticulation de certains polymères.

Les analyses sont réalisées sous balayage d'un gaz inerte (par exemple, l'azote ou l'argon) pour éviter toute réaction du matériau à étudier avec l'atmosphère du four.

L'appareil subit des changements de température importants. Par conséquent, la position de certains éléments de la DSC va varier. L'ensemble des calculs réalisés par l'interface informatique se fait par rapport au thermocouple positionné entre l'échantillon et la référence. En bougeant, les résultats vont être faussés. Il est donc nécessaire de calibrer régulièrement en vérifiant par exemple les températures de fusion à l'aide de l'indium, du zinc ou du plomb (généralement, on utilise l'indium :  $T_f = 156,6 \text{ °C}$  ;  $\Delta H = 28,45 \text{ J}\cdot\text{g}^{-1}$ ).

### II.4.4.1 Principe d'analyse

Cette technique repose sur le fait que lors d'une transformation physique, telle qu'une transition de phase, une certaine quantité de chaleur est échangée avec l'échantillon pour être maintenu à la même température que la référence. Le sens de cet échange de chaleur entre l'échantillon et l'équipement dépend de la nature endothermique ou exothermique du processus de transition. Ainsi, par exemple, un solide qui fond va absorber plus de chaleur pour pouvoir augmenter sa température au même rythme que la référence. La fusion (passage de l'état solide à l'état liquide) est en effet une transition de phase endothermique car elle absorbe la chaleur.

De même, l'échantillon peut subir des processus exothermiques, tels que la cristallisation, lorsqu'il transmet de la chaleur au système. En mesurant la différence de flux de chaleur entre l'échantillon et la référence, un calorimètre différentiel à balayage peut mesurer la quantité de chaleur absorbée ou libérée au cours d'une transition. Cette technique peut également être utilisée pour observer des changements de phase plus subtils, comme les transitions vitreuses.



## CHAPITRE II : Caractérisation Expérimentales du PVC

---

La DSC est largement utilisée en milieu industriel en contrôle qualité en raison de son applicabilité dans l'évaluation de la pureté d'échantillons ou dans l'étude du durcissement de polymères [29].

Selon le paramètre conservé constant, deux méthodes de DSC sont connues :

*1- à compensation de puissance ou « power-compensated DSC » :*

Dans cette méthode (initialement inventée par Perkin Elmer), l'échantillon et la référence sont placés dans deux fours différents mais dans la même enceinte calorifique. La variation de température entre les deux fours se fait simultanément par la même quantité de calories. La température est maintenue toujours égale dans les deux fours, et varie de manière linéaire.

Les différences des énergies absorbées ou dégagées par l'échantillon et la référence sont mesurées. Lorsqu'une transition se produit, selon qu'elle est endothermique ou exothermique, l'échantillon va absorber ou dégager de l'énergie. Un générateur de puissance fournit plus ou moins d'énergie par rapport à la référence. C'est cette variation d'énergie qui est enregistrée en fonction du temps ou de la température [30].

*2- à flux de chaleur « heat-flux DSC » :*

Pour cette méthode (mise au point par Du Pont de Nemours-Mettler), l'échantillon et la référence sont placés dans un même four. Une sonde de platine permet de contrôler et d'enregistrer l'évolution de la température de l'appareil. Le signal température est ensuite converti en signal de puissance calorifique.

Cette technique mesure les différences de flux de chaleur entre l'échantillon et la référence pendant un cycle de température. La température de chauffe, fournie par une résistance électrique, varie linéairement.

### II.4.4.2 Essai & Mesure

L'analyse DSC a été employée sur une éprouvette cassée en PVC non-plastifier, afin de déterminer l'ensemble des paramètres thermiques à savoir, la température de fusion ( $T_f$ ), la température de cristallisation ( $T_c$ ), l'enthalpie de fusion ( $\Delta H_f$ ), l'enthalpie de cristallisation ( $\Delta H_c$ ), par la suite une comparaison a été faite avec des données thermiques d'un échantillon d'un PVC Plastifier déjà réalisé.

Pour la condition de mesure DSC, un échantillon de 13.8 mg a été placé dans un récipient d'échantillon de type ouvert en aluminium. La plage de température de mesure était de  $-40\text{ C}^\circ$  à  $150\text{ C}^\circ$  et une vitesse de chauffage de  $10\text{ C}^\circ / \text{min}$  a été utilisée.

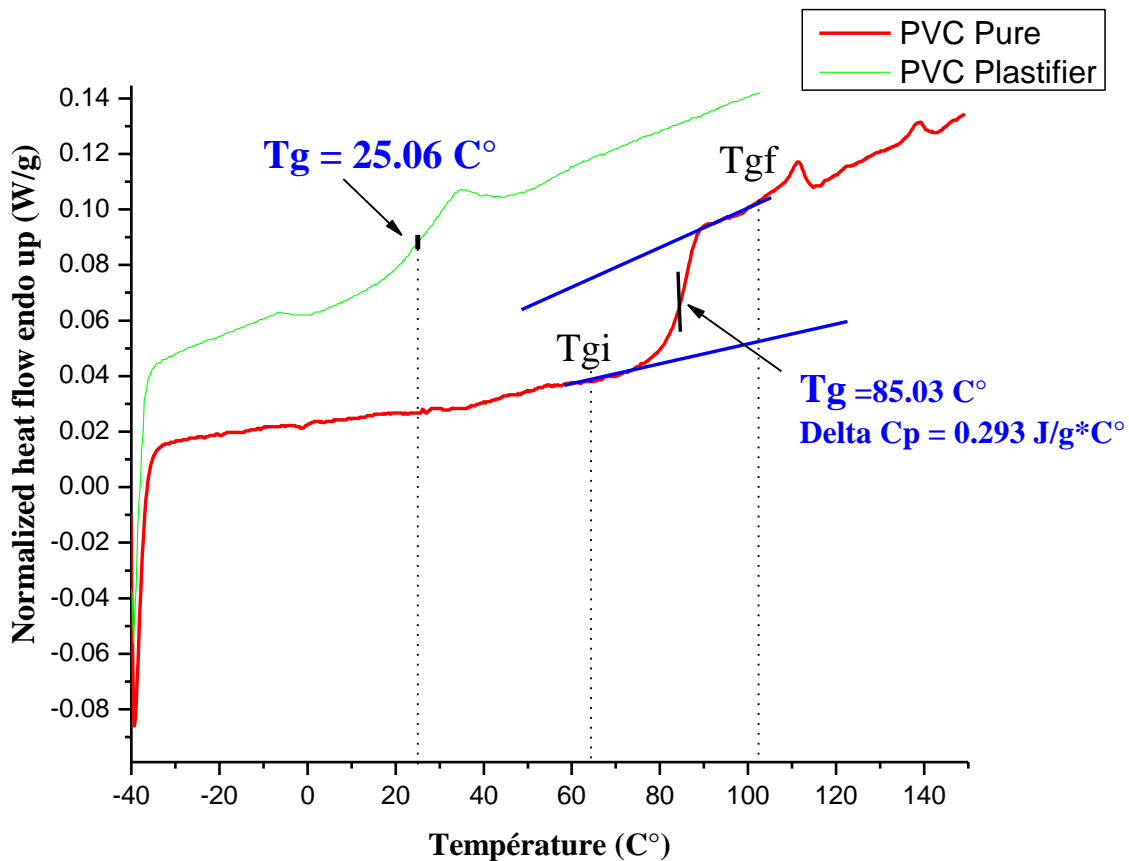


Figure II.11 Thermo grammes DSC d'un échantillon de PVC.

## CHAPITRE II : Caractérisation Expérimentales du PVC

L'effet du plastifiant interne peut être sondé par la température de transition vitreuse ( $T_g$ ) du PVC pure et du DOP-PVC (ou PVC plastifier) à l'aide de mesures DSC. Les courbes DSC du PVC et du DOP-PVC ont été présentées à la figure II.11. La valeur de la  $T_g$  a été présentée au tableau 1. Les courbes DSC du PVC ont montré un pic exothermique approximativement à  $85,03\text{ C}^\circ$ , correspondant à la  $T_g$  du PVC. . Pour le DOP-PVC, lorsque la teneur en DOP est de 28% en poids, la valeur mesurée était de  $25,06\text{ C}^\circ$ . Par rapport au PVC. Les résultats ont montré que les analogues du triazole liés par liaison covalente du plastifiant citrate de triéthyle aux chaînes de PVC via la «chimie du clic» augmentaient la distance entre les chaînes de PVC et réduisaient la force de Van Der Waals, ce qui augmentait la mobilité des segments, puis diminuaient la  $T_g$  du PVC de manière efficace[31].

La stabilité thermique du PVC peut être améliorée en présence de plastifiants. La raison en est qu'il existe plus de liaisons ester ou de groupes benzéniques à stabilité thermique élevée dans la structure des plastifiants (DOP et citrate de triéthyle), qui limitent la décomposition de ces segments avec des segments de chaîne de stabilité thermique moindre, augmentant ainsi la stabilité thermique des mélanges de PVC.

<i>DOP</i> (WT %)	<i>DSC</i>			
	<b>Tc (C°)</b>	<b>Tg (C°)</b>	<b>Tf (C°)</b>	<b><math>\Delta C_P</math> (J/g * C°)</b>
0 %	55.26	85.03	102.40	0.293
28 %	11.5	25.06	35.70	0.191

**Table II.2** : résultats d'analyse de la température de transition vitreuse de l'échantillon de PVC par DSC.

Tc : Température de cristallisation.

Tg : température de transition vitreuse.

Tf : Température de fusion.

$\Delta C_P$  : Différence de capacité thermique spécifique avant et après ( $T_g$ )

### II.4.5 Analyse Thermogravimétrique (ATG)

L'analyse thermogravimétrique (ATG), en anglais : thermogravimetric analysis (TGA), est une technique d'analyse thermique qui consiste en la mesure de la variation de masse d'un échantillon en fonction du temps, pour une température ou un profil de température donné.

Une telle analyse suppose une bonne précision pour les trois mesures : masse, température et variation de température.

Comme les courbes de variations de masse sont souvent similaires, il faut souvent réaliser des traitements de ces courbes afin de pouvoir les interpréter. La dérivée de ces courbes montre à quels points ces variations sont les plus importantes.

L'ATG est souvent employée dans la recherche et les essais pour déterminer les caractéristiques de matériaux tels que les polymères, pour estimer la cinétique d'oxydation en corrosion à haute température, pour déterminer les températures de dégradation, l'humidité absorbée par le matériau, la quantité en composés organiques et inorganiques d'un matériau, le point de décomposition d'un explosif et des résidus de solvants.

#### II.4.5.1 Principe de la technique

La TG est une technique qui mesure la variation de masse d'un échantillon lorsqu'il est soumis à une programmation de température, sous atmosphère contrôlée. Cette variation peut être soit un gain de masse (fixation de gaz, oxydation«) soit une perte de masse (émission de vapeur). La programmation de température sous atmosphère contrôlée peut être :

- Un chauffage et/ou refroidissement.
- Mesure iso-thermique.
- Combinaisons entre chauffage, refroidissement et l'isotherme.
- Autres méthodes plus modernes où le profil de la température est modifié selon le comportement de l'échantillon.

## CHAPITRE II : Caractérisation Expérimentales du PVC

La thermogravimétrie TG consiste à mesurer la variation de poids d'un échantillon soumis à un traitement thermique. C'est donc une analyse quantitative.

Elle permet d'étudier les phénomènes chimiques, physiques ou physicochimiques qui se traduisent, sous l'effet de la température et sous atmosphère contrôlée, par une variation de poids.

L'échantillon est pesé et la ligne de base est établie. L'échantillon est soumis à la montée de température. A différentes températures, des réactions chimiques peuvent libérer des espèces gazeuses ou former des oxydes entraînant une variation de masse de l'échantillon. Ce changement de masse est enregistré en fonction de la température.

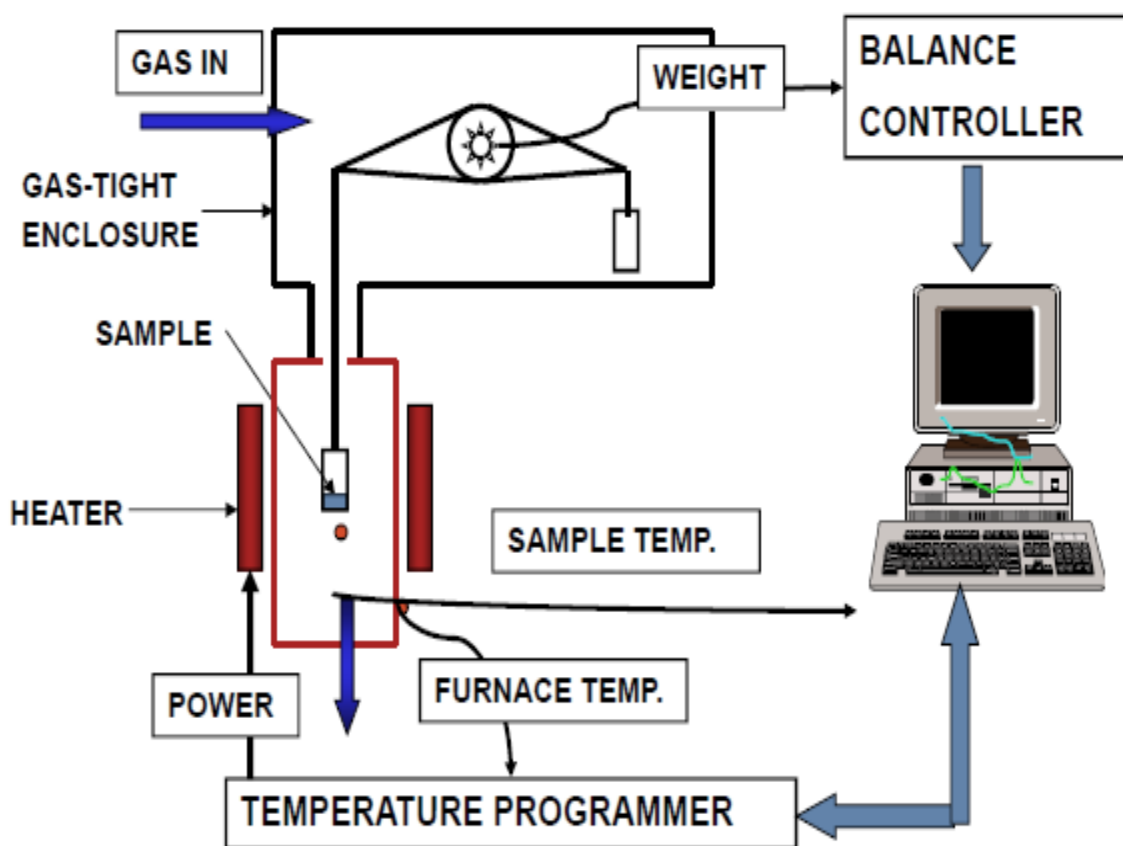


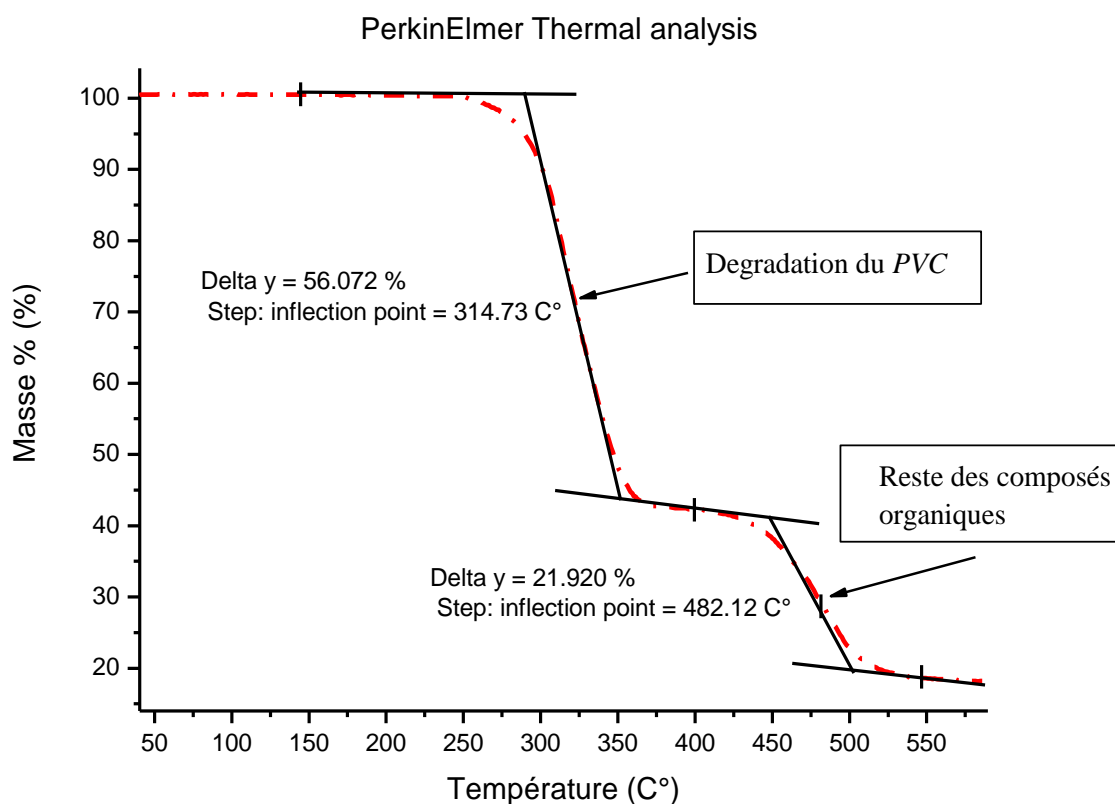
Figure II.12 Schéma du principe de l'analyse thermogravimétrique (ATG) [32].

### II.4.5.2 Essai expérimentale

Une éprouvette cassée en PVC est utilisé pour L'analyse, Pour la condition de mesure ATG, un échantillon de 15.239 mg chauffé de 40 C° jusqu'à 600 C° avec une vitesse de chauffe de 20 C°/min, sous un flux de 20cc/min d'azote.

La courbe thermogravimétrique (figure II.13) nous montre deux pics de dégradation à 314.73 C° et 482.12 C°, correspondant à des pertes de 56.072% et 21.920% de la masse initiale, entraînant une perte totale de 77.992%.

Le premier plateau concerne la déchloration du PVC, avec formation et élimination stoechiométrique de HCl, tandis que le second est attribué à la réticulation du polymère contenant des liaisons C=C. La dégradation thermique des polyènes implique la cyclisation et le dédoublement des chaînes [18,19].

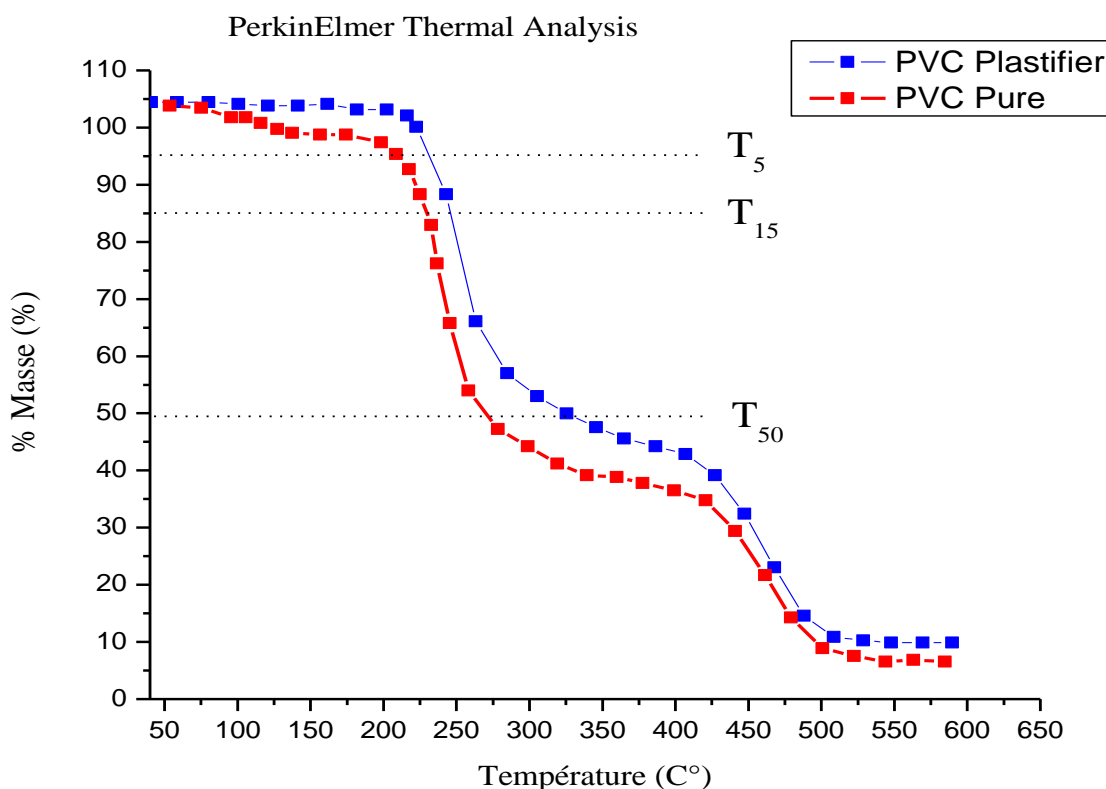


**Figure II.13** Courbes thermogravimétriques d'un échantillon de PVC.

## CHAPITRE II : Caractérisation Expérimentales du PVC

La figure II. 14 présente une comparaison entre les courbes ATG d'un PVC pure et un autre plastifiant (Dop-PVC). Les valeurs ATG comprenant T5 (température de perte de masse de 5%) et T15 (température de perte de masse de 15%) et T50 (température de perte de masse de 50%) ont été résumées dans le tableau 2. Ces régions de T5 et T15 sont plus représentatives des conditions de l'extrusion et du vieillissement thermique. Les valeurs de T5, T15 et T50 du Dop-PVC sont plus élevés que ceux du PVC pure. Les résultats suggèrent que le plastifiant externe (DOP) utilisés dans l'étude améliorent la stabilité thermique des matériaux en PVC [33].

En tant que composés de faible poids moléculaire, le DOP se volatilise facilement dans la matrice de PVC pour modifier les propriétés à long terme.



**Figure II.14** Courbes ATG d'un échantillon de PVC pure et PVC plastifier.

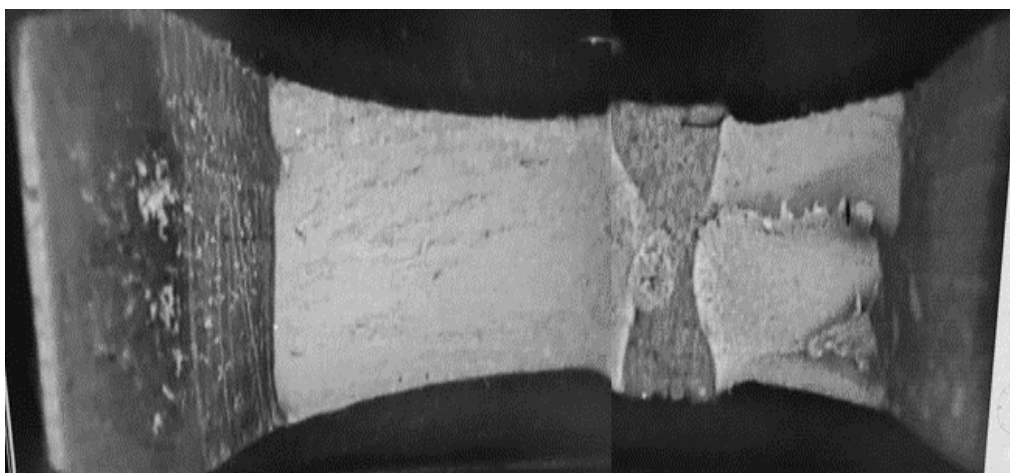
## CHAPITRE II : Caractérisation Expérimentales du PVC

Echantillon	T5/C°	T15/C°	T50/C°
PVC pure	122.4	246.8	284.9
PVC Plastifier	292.2	310.7	341.1

**Table II.3** : résultats d'analyse thermogravimétriques de PVC pure et PVC plastifié.

### II.4.6 Observation microscopie optique

Les surfaces sont observées au microscope électronique optique (MO). De façon générale, les éprouvettes de traction ( $R_x$ ) sont fortement déformées. Cela traduit une forte plasticité au centre de l'entaille (figure II.15).

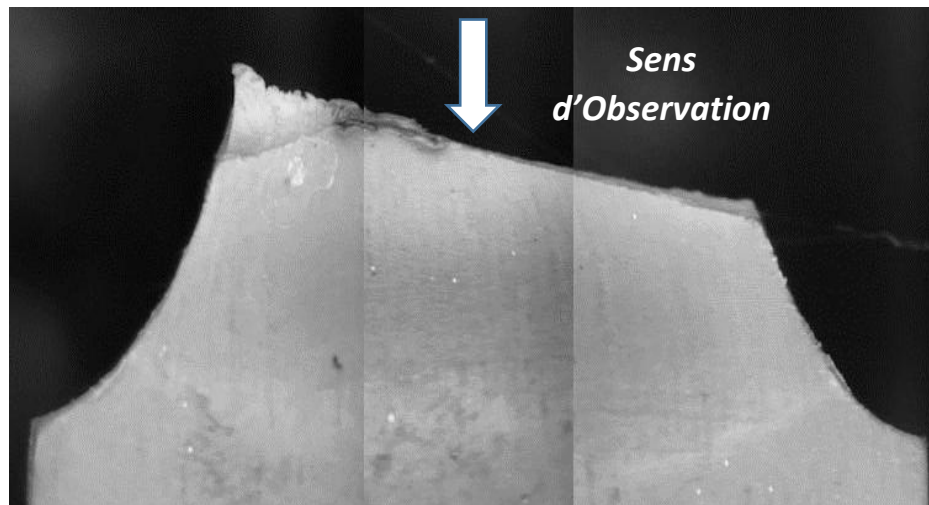


**Figure II.15** Photographie macroscopique d'une éprouvette après rupture

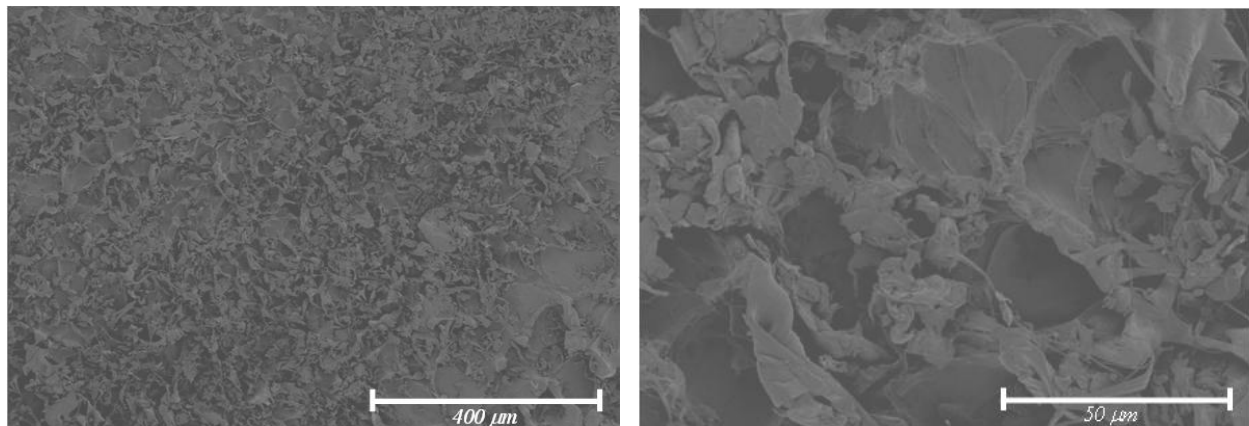
Afin de pouvoir identifier les mécanismes d'endommagement responsables de cette déformation, des observations ont été faites au voisinage du centre d'amorçage. La flèche en blanc sur la micrographie de la figure II.16-a représente le sens d'observation.

L'observation des faciès de rupture a permis d'apporter un éclairage supplémentaire sur la taille et la de distribution des porosités (figure II.16-b). L'examen des observations nous confirme que le PVC est affecté par la multiplication de microfissures (crazes) qui sont reliées par des fibrilles fortement étirées, et que le mécanisme responsable de l'endommagement est la cavitation.





(a)



(b)

**Figure II.16** a) Photographie macroscopique d'une éprouvette (R80) avec sens d'observation, b) Observations du faciès de rupture [26].

### II.5 Conclusion

Le comportement mécanique en une grande déformation plastique d'un polymère amorphe (cas de PVC) a été expérimentalement étudié dans ce chapitre. Les propriétés physiques ont été analysées en utilisant des techniques d'analyse telle que DSC, ATG et IR... afin de quantifier les caractéristiques telles que le point de fusion, la température de cristallisation et la température de transition vitreuse. La déformation volumique a été déterminée par une décomposition de la déformation totale en une déformation élasticité linéaire et des évolutions volumiques des cavités couplées à la déformation par cisaillement. On a constaté que le matériau a subi des changements volumiques significatifs lors de la déformation favorisée par des valeurs élevées du taux de déformation.

L'étude que nous venons de présenter s'est efforcée de préciser l'effet de la triaxialité des contraintes sur la déformation et l'endommagement du comportement mécanique du PVC en grandes déformations, de caractériser son comportement mécanique et de l'interpréter en terme de micromécanismes de déformation et de rupture. Si ces mécanismes sont relativement bien connus aux faibles déformations, ce chapitre a permis d'apporter des éléments de compréhension aux grandes déformations et en contrainte plane. L'attention s'est d'abord portée sur la gamme de taux de triaxialité des contraintes en contrainte plane allant d'un rayon de ( R2 à R80 ) pour éclairer ensuite les particularités du comportement mécanique du PVC en grandes déformations. Avant l'apparition de l'endommagement (en petites déformations), la réponse du comportement mécanique du PVC est classique comme celle de nombreux polymères amorphes. Des évolutions associées traditionnellement au phénomène d'endommagement sont mises en évidence, et qui dépend de la triaxialité des contraintes. Finalement, nous pouvons conclure que le comportement mécanique du PVC est très marqué par l'effet de la triaxialité des contraintes comme en témoigne les niveaux de déformation volumique atteints.

Afin de compléter l'étude présentée dans ce chapitre, on se propose dans le prochain chapitre d'examiner le comportement mécanique du PVC à travers les lois de comportement proposées par G'Sell.

# Bibliographies

- [1] Popelar, C.F., C.H. Popelar, and V.H. Kenner, *Viscoelastic material characterization and modeling for polyethylene*. Polymer Engineering & Science, 1990. **30**(10): p. 577-586.
- [2] Khan, A. and H. Zhang, *Finite deformation of a polymer: experiments and modeling*. International Journal of Plasticity, 2001. **17**(9): p. 1167-1188.
- [3] Khan, A.S., O. Lopez-Pamies, and R. Kazmi, *Thermo-mechanical large deformation response and constitutive modeling of viscoelastic polymers over a wide range of strain rates and temperatures*. International Journal of Plasticity, 2006. **22**(4): p. 581-601.
- [4] E. Krempl, J.J.M.M., D. Yao, *Viscoplasticity based on overstress with a differential growth law for the equilibrium stress*. Mech. Mater., 1984. **5**: p. 35 - 38.
- [5] Krempl, E., Ho, K., *An overstress model for solid polymer deformation behavior applied to Nylon 66*. ASTM STP, 2000. **1357**: p. 118–137.
- [6] J.A.W. Van Domellen, D.M.P., M.C. Boyce, W.A.M. Brekelmans, F.P.T. Baaijens, *Micromechanical modeling of the elasto-viscoplastic behavior of semi-crystalline polymers*. J. Mech. Phys. Solids, 2003. **51**: p. 519 - 541.
- [7] Drozdov, A.D., *Time-dependent response of polypropylene after strain reversal*. International Journal of Solids and Structures, 2010. **47**(24): p. 3221-3233.
- [8] Ayoub, G., et al., *Modelling large deformation behaviour under loading–unloading of semicrystalline polymers: Application to a high density polyethylene*. International Journal of Plasticity, 2010. **26**(3): p. 329-347.
- [9] Ben Hadj Hamouda, H., L. Laiarinandrasana, and R. Piques, *Viscoplastic behaviour of a medium density polyethylene (MDPE): Constitutive equations based on double nonlinear deformation model*. International Journal of Plasticity, 2007. **23**(8): p. 1307-1327.
- [10] Regrain, C., et al., *Multi-mechanism models for semi-crystalline polymer: Constitutive relations and finite element implementation*. International Journal of Plasticity, 2009. **25**(7): p. 1253-1279.
- [11] Ghorbel, E., *A viscoplastic constitutive model for polymeric materials*. International Journal of Plasticity, 2008. **24**(11): p. 2032-2058.

## CHAPITRE II : Caractérisation Expérimentales du PVC

---

- [12] Zaïri, F., et al., *Modelling of the elasto-viscoplastic damage behaviour of glassy polymers*. International Journal of Plasticity, 2008. **24**(6): p. 945-965.
- [13] Schirrer, R., C. Fond, and A. Lobbrecht, *Volume change and light scattering during mechanical damage in polymethylmethacrylate toughened with core-shell rubber particles*. JOURNAL OF MATERIALS SCIENCE, 1996. **31**(24): p. 6409-6422.
- [14] Ball, J.M., *Discontinuous equilibrium solutions and cavitation in nonlinear elasticity*. Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences, 1982. **306**(1496): p. 557-611.
- [15] Dorfmann, A., K.N.G. Fuller, and R.W. Ogden, *Shear, compressive and dilatational response of rubberlike solids subject to cavitation damage*. International Journal of Solids and Structures, 2002. **39**(7): p. 1845-1861.
- [16] Bridgman, P.W., *The effect of nonuniformities of stress at the neck of a tension specimen*. Large Plastic Flow and Fracture, Metallurgy and Metallurgical Engineering Series, 1952: p. 9 - 37.
- [17] Kachanov, L.M., *The state of stress in the neck of a tension specimen*. Fundamentals of the Theory of Plasticity, 1974: p. 292 - 294.
- [18] Fond, C., A. Lobbrecht, and R. Schirrer, *Polymers toughened with rubber microspheres: an analytical solution for stresses and strains in the rubber particles at equilibrium and rupture*. International Journal of Fracture, 1996. **77**(2): p. 141-159.
- [19] Jeong, H.Y. and J. Pan, *A macroscopic constitutive law for porous solids with pressure-sensitive matrices and its implications to plastic flow localization*. International Journal of Solids and Structures, 1995. **32**(24): p. 3669-3691.
- [20] Kuroda, M., Y. Handa, and M. Ishikawa, *Modelling of overall plastic deformation in rubber-toughened polymers*. Acta Mechanica, 2004. **172**(1): p. 95-112.
- [21] Lazzeri, A. and C.B. Bucknall, *Applications of a dilatational yielding model to rubber-toughened polymers*. Polymer, 1995. **36**(15): p. 2895-2902.
- [22] Seelig, T. and E. van der Giessen, *Localized plastic deformation in ternary polymer blends*. International Journal of Solids and Structures, 2002. **39**(13): p. 3505-3522.
- [23] Steenbrink, A.C. and E. van der Giessen, *On cavitation, post-cavitation and yield in amorphous polymer-rubber blends*. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 1999. **47**(4): p. 843-876.

## CHAPITRE II : Caractérisation Expérimentales du PVC

---

- [24] C.G'Sell, H.E.B., J. Perez, J. Y. Cavaille, G. P. Johari, *Effect of plastic deformation on the microstructure and properties of amorphous polycarbonate*. Materials Science and Engineering: A, 1989. **110**: p. 223-229.
- [25] Bridgman, P.W., *The stress distribution at the neck of a tension specimen*. Transactions of the American Society for Metals, 1944. **32**: p. 553-574.
- [26] Selini, N., *Etude expérimentale et simulation numérique de l'effet de la triaxialité sur le comportement mécanique du PVC*. 2013. **Chapitre-II**: p. 56-93.
- [27] Lau, W.S., *Infrared characterization for microelectronics*. World Scientific, 1999.
- [28] Ramesh, S., Leen, K.H., Kumutha, K., Arof, A.K., *FTIR studies of PVC/PMMA blend based polymer electrolytes*. Spectrochimica Acta - Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy, 2007. **66**(4 - 5): p. 1237 - 1242.
- [29] Dean, J.A., *The Analytical Chemistry Handbook*. 1995: p. 151 - 155.
- [30] Pungor, E., *A practical guide to instrumental analysis* CRC Press, 1995: p. 181 - 191.
- [31] Puyou Jia, L.H., Guodong Feng, Caiying Bo, Meng Zhang, Yonghong Zhou *PVC materials without migration obtained by chemical modification of azide-functionalized PVC and triethyl citrate plasticizer*. Materials Chemistry and Physics, 2017. **190**: p. 25 - 30.
- [32] Habas, L.S.J.-P., *la technique TG/ATG/DSC et le couplage avec la spectrométrie de masse*. plateforme d'analyse et de caractérisation balard.
- [33] Puyou Jia, L.H., Xiaohui Yang, Meng Zhang, Qianqian Shanga and Yonghong Zhou, *Internally plasticized PVC materials via covalent attachment of aminated tung oil methyl ester*. The Royal Society of Chemistry 2017, 2017. **7**: p. 30101 - 30108.

# Chapitre III

## *Instabilités de déformation du PVC*

### III.1 Introduction

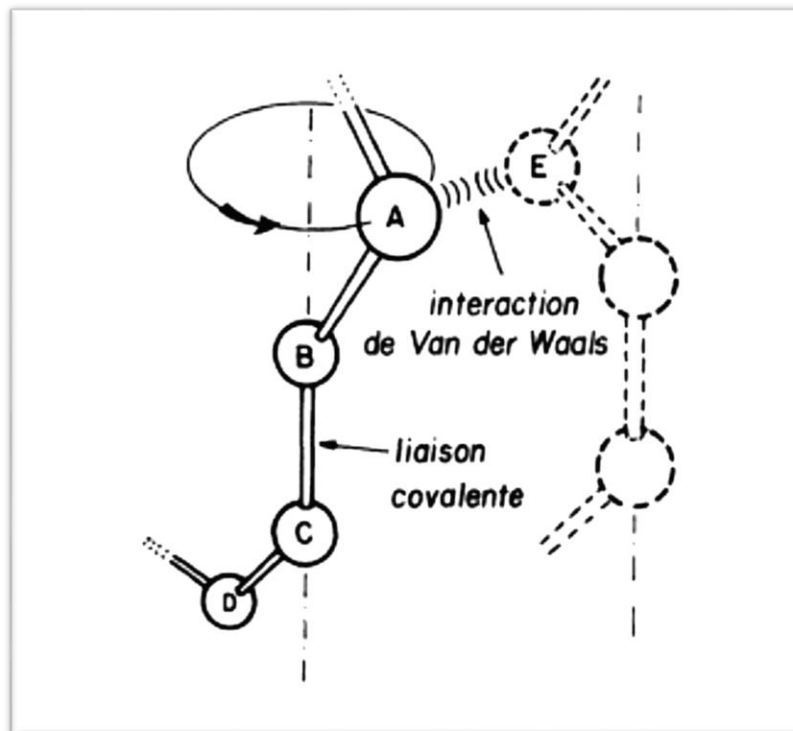
L'utilisation de structures de formes cylindriques dans les polymères est devenue de plus en plus courante dans de nombreux domaines d'activité tels que les conduites d'eau, les gazoducs et même dans la biomécanique, tels que les tubes minces et les vaisseaux sanguins. Cependant, ces structures sont souvent soumises à des travaux sévères (contraintes internes et externes). Sous l'effet de charges et / ou de changements de pression internes ou de température, ces structures peuvent subir une déformation importante, pouvant être facilement endommagées et menacées d'une destruction fatale. Pour cela, la caractérisation et la détermination des mécanismes de déformation et des dommages à un niveau plus avancé de ces matériaux jouent un rôle très important dans la prévention ou la prévision de leurs ruines. Au cours des dernières années. Le point commun de tous les principaux polymères industriels est constitué de longues chaînes macromoléculaires. Chaque macromolécule est constituée de plusieurs dizaines à plusieurs milliers de monomères identiques dont le squelette est le plus souvent basé sur des études du comportement mécanique de polymères en forte déformation qui ont fait l'objet de nombreuses études et font encore l'objet de nombreuses publications.

Des polymères tels que le polychlorure de vinyle (PVC) sont de plus en plus nécessaires dans le secteur des transports, de l'énergie et des bâtiments. Dans le même temps, la communauté scientifique déploie des efforts considérables pour étudier ce type de polymère. Jusqu'ici, l'établissement du comportement mécanique du PVC avec les conditions de chargement posait d'importants problèmes d'instabilité plastique.

Dans ce contexte, notre travail consiste à étudier le comportement mécanique du PVC en grandes déformations et son évolution vis-à-vis de la triaxialité des contraintes. Dans un premier temps, nous rappellerons quelques notions structurales concernant le comportement des matériaux polymères. Nous examinerons ensuite les caractères particuliers de leur comportement plastique. Nous analyserons les différents types d'instabilités qui y sont observés et nous développerons enfin les bases théoriques de l'étude des strictiones diffuses.

### III.2 Structure et propriétés des polymères solides

Le point commun de tous les polymères industriels est d'être constitué de longues chaînes macromoléculaires. Chaque macromolécule est constituée de plusieurs dizaines à plusieurs milliers de monomères identiques dont le squelette est le plus souvent basé sur des atomes de carbone. Les liaisons atomiques le long d'une chaîne sont de type covalent (Figure III.1). Leur énergie est très élevée ( $\sim 100$  kcal par mole), de sorte qu'en première approximation on peut considérer qu'elles ne peuvent pas casser sous l'effet d'une contrainte mécanique appliquée. Malgré leur solidité, les chaînes polymères peuvent présenter une certaine souplesse si la température est suffisante [1]. Les interactions secondaires sont généralement du type Van-Der-Waals et leur énergie est d'environ (1 kcal par mole) bien inférieure à celle des liaisons covalentes de la chaîne. C'est cette dualité de liaisons dans la structure du polymère, qui est à l'origine de leurs propriétés mécaniques particulières.



**Figure III.1** Représentation schématique de la rotation d'une chaîne macromoléculaire[1].



## **CHAPITRE III : Instabilités de déformation plastique du PVC**

---

Du point de vue des propriétés physiques générales, on reconnaît généralement trois types de polymères solides : les élastomères, les polymères thermoplastiques et les polymères thermodurcissables. Les élastomères sont des caoutchoucs ou des matériaux élastiques caoutchouteux. Les polymères thermoplastiques sont durs à la température ambiante, mais deviennent plus mous et plus ou moins fluides et peuvent être moulés après chauffage. Les polymères thermodurcissables peuvent être moulés à la température ambiante ou au-dessus, mais deviennent plus durs et infusibles lorsqu'ils sont chauffés.

Bien que les polymères thermodurcissables soient largement utilisés pour leur stabilité thermique et leurs bonnes propriétés élastiques (ex. : matrice Epoxide ou Polyester pour matériaux composites), ils ne peuvent pas subir de grands allongements et leur usage est donc impossible dans tous les procédés de transformation où une certaine ductilité est nécessaire.

Tous les exemples considérés dans ce travail concerneront donc des polymères thermoplastiques à macromolécules chimiquement indépendantes.

### **III.2.1 Transition de phase d'un polymère**

Une transition de phase d'un polymère est un changement de comportement observé dans certaines conditions, tels le passage de l'état caoutchouteux à l'état visqueux à chaud et le passage à un état soit vitreux, soit cristallin à basse température

Dans un grand nombre de polymères (Polystyrène (PS), Polycarbonate (PC), Polyméthacrylate de Méthyle (PMMA), Polychlorure de vinyle (PVC), Polytérephtalate d'éthylène glycol (PET)...), l'arrangement spatial des macromolécules ne présente aucun ordre à grande distance, ou tout au plus une microcristallinité extrêmement imparfaite comme dans le PVC. Nous considérerons donc en première approximation que ces polymères ont une structure amorphe.

Les matériaux qui ont cette structure présentent différents types de comportements en fonction de la température :

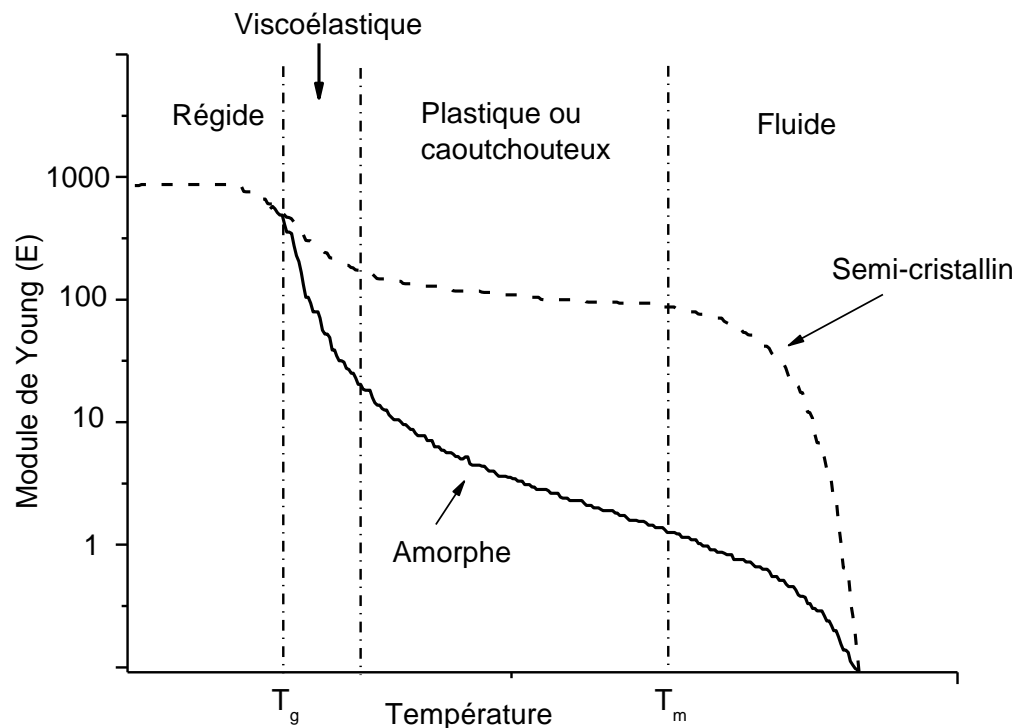
## CHAPITRE III : Instabilités de déformation plastique du PVC

i) à basse température, le polymère est vitreux, rigide, parfois fragile, avec un module d'Young de l'ordre de 1 000 MPa.

ii) au-dessus de la température de Transition Vitreuse  $T_g$  le comportement mécanique devient viscoélastique puis caoutchouteux avec un module de l'ordre de 1 MPa, le matériau pouvant subir des allongements hyperélastiques considérables.

iii) à des températures encore plus élevées, l'agitation thermique est telle que la diffusion des chaînes devient très aisée et le comportement est alors celui d'un fluide visqueux (c'est le domaine d'application des procédés de mise en forme à l'état fondu).

La figure III.2 montre l'évolution typique du module élastique d'un polymère amorphe et semi cristallin avec la température.



**Figure III.2** Evolution typique du module d'Young des polymères amorphes et semi-cristallins avec la température.

### III.2.2 Mécanismes de déformation des polymères

Aux températures supérieures à  $T_g$ , les polymères amorphes caoutchoutiques se déforment de manière progressive, homogène et réversible. Sous l'effet d'une contrainte, les chaînes diffusent rapidement et les pelotes moléculaires s'allongent dans la direction de traction principale. On n'observe pas de seuil d'écoulement. La contrainte augmente régulièrement, mais non linéairement, avec la déformation. La force de retour élastique qui s'oppose à l'extension des chaînes est d'origine entropique, les molécules tendant à revenir à la forme idéale de pelote sphérique qui leur assure une entropie maximum.

Dans le cas des polymères semi-cristallins entre  $T_g$  et  $T_m$ , les petites déformations sont essentiellement assumées par la phase caoutchoutique. Cependant, les cristallites se déforment plastiquement à partir d'une certaine contrainte critique. Comme dans tout cristal ductile, les cristallites polymères subissent un cisaillement plastique localisé dans des plans de glissement par l'effet de mouvements de dislocations. Le durcissement plastique de ces matériaux est dû pour une faible part à la consolidation de cette plasticité cristalline, mais davantage aux effets entropiques de l'orientation moléculaire dans la phase amorphe puis dans les cristallites elles-mêmes qui finissent par se fragmenter en une texture fibreuse fortement anisotrope alignée dans le sens de la traction[2].

Le cas des polymères vitreux est moins bien compris. Aux petites déformations, le comportement est viscoélastique avec une contribution élastique instantanée liée à la distorsion des liaisons de Vander-Waals [3], et une composante retardée due à la relaxation de certaines conformations à haute énergie sous l'effet de réarrangements diffusionnels à courte distance. A plus forte contrainte ces liaisons ne tiennent plus et une déformation irréversible brutale est observée. Dans certains matériaux polymères (PS, PMMA) elle se produit avec une décohésion de la matière par formation de microcraquelures crazes au niveau desquelles les chaînes s'étirent localement entre les lèvres de cavités internes en forme de fissures. Dans les polymères ductiles au contraire (PC, PET, PVC à l'ambiante, et presque tous les matériaux à l'approche de  $T_g$ ) la matière se déforme pratiquement sans cavitation.

## **CHAPITRE III : Instabilités de déformation plastique du PVC**

---

Cette plasticité se produit par cisaillement, les mécanismes qui contrôlent le processus agissant à très courte distance : un petit segment de chaîne emprisonné dans la cage constituée par ses proches voisins subit un basculement qui accommode localement le cisaillement macroscopique [4]. L'activation d'un événement plastique local crée autour du segment concerné un champ de contrainte élastique qui tend à propager le processus au voisinage immédiat du site initial et dans la direction du cisaillement macroscopique [5]. Le front de cisaillement ainsi formé a toutes les caractéristiques d'une dislocation par ses propriétés topologiques générales [6]. Ce cisaillement reste rarement dispersé dans tout le volume de matière mais se concentre au contraire dans des lignes de glissement d'une fraction de micromètre d'épaisseur [7] car la multiplication des dislocations dans l'état amorphe est un phénomène qui s'entretient spontanément. En d'autres termes, le déclenchement de la plasticité dans un verre polymère est plus difficile que sa propagation car c'est la formation des premiers défauts qui demande la contrainte la plus élevée. Nous verrons plus loin que la formation des lignes de glissement conduit souvent à des instabilités plastiques macroscopiques.

Aux plus fortes déformations plastiques, les chaînes subissent aussi une orientation progressive dans le sens de l'axe principal des déformations, de sorte que leur distorsion ultérieure devient de plus en plus difficile (durcissement plastique). La rupture survient par des mécanismes d'endommagement.

### **III.3 Equations constitutives des polymères en traction**

#### **III.3.1 Notion de comportement intrinsèque des polymères**

Afin de traiter les instabilités plastiques sur une base quantitative, il est nécessaire de connaître la loi de comportement du matériau, c'est-à-dire l'évolution de la contrainte de traction  $\sigma$  avec la déformation  $\varepsilon$ , et la vitesse de déformation  $\dot{\varepsilon}$  à la température  $T$ . Toutefois, cette loi n'a de sens que si les termes  $\sigma$ ,  $\varepsilon$  et  $\dot{\varepsilon}$  peuvent être définis de manière homogène dans un élément de volume donné.

## CHAPITRE III : Instabilités de déformation plastique du PVC

---

Dans les essais de traction, un échantillon de polymère est extrait (déformé) à une vitesse de déformation constante et la contrainte est mesurée en fonction du temps.

Généralement, l'éprouvette en polymère, de section transversale rectangulaire ou circulaire, est moulée ou découpée sous la forme d'un os. Il est serré aux deux extrémités et tiré à l'une des extrémités serrées (généralement vers le bas) à allongement constant. La forme de l'éprouvette est conçue pour favoriser l'échec au niveau de la partie centrale la plus mince. La section centrale entre les pinces s'appelle la longueur initiale  $L_0$ . La charge ou la contrainte est mesurée à l'extrémité fixe au moyen d'un capteur de charge en fonction de l'allongement, lequel est mesuré au moyen de jauges de contrainte mécaniques, optiques ou électroniques.

Les données expérimentales sont généralement indiquées en contraintes vrai ( $\sigma$ ) par rapport aux déformations vrai ( $\epsilon$ ). La contrainte vraie locale s'exprime en fonction de la force appliquée  $F$  par la relation :

$$\sigma = \frac{F}{S} \quad (\text{III.1})$$

Une légère correction de triaxialité est nécessaire si le rayon de courbure  $R_c$  du profil devient petit. D'après Bridgman [1], la contrainte uniaxiale effective s'exprime simplement par :

$$\sigma_{\text{eff}} = \sigma \cdot F_T = \sigma / (1 + 2R_c/R) \times \ln(1 + R/2R_c) \quad (\text{III.2})$$

Dans la pratique, le rayon  $R = D/2$  et le rayon de courbure  $R_c$  sont mesurés automatiquement par un dispositif vidéo piloté par ordinateur. La déformation vraie locale est donnée par la relation :

$$\epsilon = \frac{L-L_0}{L_0} = \frac{\Delta L}{L_0} \quad (\text{III.3})$$

Où :  $L_0$  : longueur initiale de l'éprouvette non déformée.

$L$  : longueur de jauge instantanée.

$\Delta L$  : allongement ou modification de la longueur de la jauge.

Cette équation suppose vérifiée la constance du volume en cours de déformation plastique, ce qui est assuré en première approximation si la cavitation est négligeable. Le paramètre  $\varepsilon$  exprimé par l'équation (III.3) mesure la déformation totale qui est la somme des composantes élastique, viscoélastique et plastique.

### III.3.2 Définition d'une loi de comportement

On appelle loi de comportement une relation mathématique qui décrit la dépendance de la contrainte à la déformation et à la vitesse de déformation en traction uniaxiale à une température donnée. Cette loi  $\sigma(\varepsilon, \dot{\varepsilon})$  constitue l'équation d'état du matériau dans la mesure où le paramètre de déformation  $e$  caractérise de manière convenable l'état structural du matériau. Cette propriété n'est vérifiée qu'en première approximation car, pour une valeur de déformation fixée, la structure d'un polymère peut évoluer par le jeu de phénomènes de relaxation des chaînes. Cependant, il a été montré par G'Sell et Jonas [8] que pour un étirage réalisé dans des conditions normales, cette restriction ne se pose que pendant des périodes transitoires très limitées, par exemple au début du stade plastique (crochet de traction) ou après une période où la vitesse de déformation plastique est brutalement modifiée (un saut de vitesse). D'une manière générale, on peut considérer que la déformation est un bon indicateur de l'état structural d'un matériau polymère, car il est lié à la texture d'orientation adoptée par les chaînes pendant la déformation plastique. Cela est confirmé par le fait que si une éprouvette est déchargée après étirage, la déformation et la structure tendent à revenir à leur état initial. Sous ces hypothèses, il a été montré par G'Sell que la loi de comportement de la plupart des polymères peut s'écrire sous une forme simplifiée unique [9].

$$\sigma(\varepsilon, \dot{\varepsilon}) = K \cdot f(\varepsilon) \cdot g(\dot{\varepsilon}) \quad (\text{III.4})$$

Où  $K$  est un facteur d'échelle tandis que  $f(\varepsilon)$  et  $g(\dot{\varepsilon})$  représentent l'influence de la déformation et de la vitesse de déformation respectivement. Plus spécifiquement, la fonction  $f(\varepsilon)$  peut s'écrire en première approximation.

### CHAPITRE III : Instabilités de déformation plastique du PVC

---

$$f(\varepsilon) = V(\varepsilon).C(\varepsilon).H(\varepsilon) \quad (\text{III.5})$$

Où,  $V(\varepsilon)$  décrit le comportement viscoélastique sous la forme suivante :

$$V(\varepsilon) = 1 - \exp(-w. \varepsilon^v) \quad (\text{III.6})$$

$C(\varepsilon)$  Prend en compte un éventuel crochet de traction :

$$C(\varepsilon) = 1 + a . \exp(-b. \varepsilon) \quad (\text{III.7})$$

$H(\varepsilon)$  décrit le durcissement progressif aux grandes déformations :

$$H(\varepsilon) = \exp(h. \varepsilon^n) \quad (\text{III.8})$$

Où l'exposant  $n$  a une valeur voisine de 2 dans la plupart des cas.

La sensibilité à la vitesse, exprimée par la fonction  $g(\dot{\varepsilon})$ , peut se mettre sous la forme d'une loi puissance :

$$g(\dot{\varepsilon}) = \varepsilon^m \quad (\text{III.9})$$

La dépendance de la contrainte aux variables  $\varepsilon$  et  $\dot{\varepsilon}$  est souvent exprimée sous forme des dérivées partielles du premier ordre [10]:

$$\begin{cases} \gamma = (\partial \ln \sigma / \partial \varepsilon)_{\dot{\varepsilon}} \\ m = (\partial \ln \sigma / \partial \ln \dot{\varepsilon})_{\varepsilon} \end{cases} \quad (\text{III.10})$$

$\gamma$  : coefficient de durcissement relatif.

$m$  : coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation.

On peut constater que l'équation (III.4) sépare les variables  $\varepsilon$  et  $\dot{\varepsilon}$  sous forme multiplicative, de sorte que  $\gamma$  ne dépendrait que de  $\varepsilon$ , et  $m$  ne dépendrait que de  $\dot{\varepsilon}$ .

Cette propriété est assez bien vérifiée dans la pratique en première approximation. Cependant, pour certaines applications, il est nécessaire de tenir compte des coefficients du second ordre :

$$\begin{cases} A = (\partial \gamma / \partial \ln \dot{\varepsilon})_{\varepsilon} \\ B = (\partial m / \partial \varepsilon)_{\dot{\varepsilon}} \end{cases} \quad (11)$$

### CHAPITRE III : Instabilités de déformation plastique du PVC

---

Ces influences croisées s'expriment essentiellement par de légères variations de  $V(\varepsilon)$  et  $C(\varepsilon)$  avec  $\dot{\varepsilon}$  et de l'exposant  $m$  avec  $\varepsilon$ .

Afin de reproduire l'évolution du comportement de notre PVC, il est intéressant de comparer les deux lois de comportement proposées par G'Sell. La première loi est assez simple et qui s'écrit comme suit :

$$\sigma = K. (1 - \exp(-w. \varepsilon)). \exp(h. \varepsilon^2) . \dot{\varepsilon}^m \quad (\text{III.12})$$

La seconde loi est plus complexe que la première, et qui est souvent écrite sous la forme suivante :

$$\sigma = K. (1 - \exp(-w. \varepsilon)). (1 + a. \exp(-b. \varepsilon)). \exp(h. \varepsilon^2) . \dot{\varepsilon}^m \quad (\text{III.13})$$

Où les coefficients, à 22 °C, ont les valeurs suivantes :  $K = 60$  MPa,  $w = 40$ ,  $h = 0.7$ ,  $m = 0.025$ .

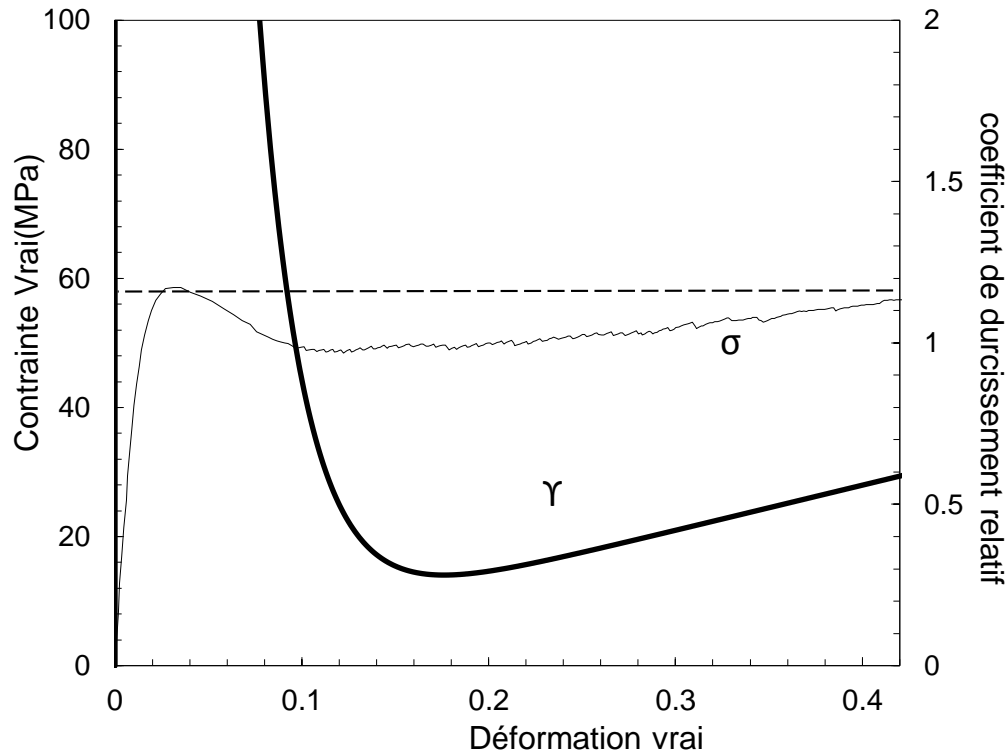
Avec cette relation constitutive, on obtient la relation  $\gamma = \gamma(\varepsilon)$  suivante :

$$\gamma = 2 * h * \varepsilon \quad (\text{III.14})$$

Bien que l'expression ci-dessus a été choisie pour plus de simplicité, il ressort de la courbe expérimentale  $\gamma$  par rapport à  $\varepsilon$  de la figure III.3 que la dépendance de  $\gamma$  vis-à-vis de la déformation peut être améliorée en ajoutant un terme supplémentaire :

$$\gamma = \gamma_0 + 2 h \varepsilon \quad (\text{III.15})$$





**Figure III.3** Variation du coefficient de durcissement relatif  $\gamma = (\partial \ln \sigma / \partial \varepsilon)_{\varepsilon, T}$  du PVC avec la déformation.

Dans la section précédente, la contrainte et la déformation sont définis pour l'état simple de contrainte uni-axial. Cela a simplifié l'introduction du concept de base de contrainte et de déformation sans utiliser de tenseurs. Plus important encore, l'état de contrainte uni-axial est l'un des rares cas simples dans lequel la relation contrainte-déformation peut être vérifiée expérimentalement.

Une théorie générale de la plasticité doit traiter des états de contrainte comprenant six composantes de contrainte  $\sigma_x, \sigma_y, \sigma_z, \tau_{xy}, \tau_{xz}, \tau_{yz}$  et six composantes de déformation  $\varepsilon_x, \varepsilon_y, \varepsilon_z, \gamma_{xy}, \gamma_{xz}, \gamma_{yz}$ . Notez que les notations conventionnelles pour les contraintes et les déformations sont utilisées ici. L'état de contrainte uniaxial est un cas particulier où il n'y a qu'une seule contrainte normale non nul.

$$\begin{cases} \sigma_x = \sigma \\ \sigma_y = \sigma_z = \tau_{xy} = \tau_{xz} = \tau_{zy} = 0 \end{cases} \quad (\text{III.14})$$

Si le matériau est isotrope, les déformations à l'état uni-axial sont :

$$\begin{cases} \varepsilon_x = \varepsilon \\ \varepsilon_y = \varepsilon_z = -\varepsilon/2 \\ \gamma_{xy} = \gamma_{yz} = \gamma_{xz} = 0 \end{cases} \quad (\text{III.15})$$

Généralement, seule la relation contrainte-déformation à l'état uni-axial est connue. Par conséquent, il est nécessaire de relier les contraintes et les déformations dans un état général aux observations uni-axiales. À cette fin, on suppose que, pour tout état de contrainte donné, il existe un état de contrainte uni-axial équivalent. La contrainte uni-axiale équivalente, ou contrainte de Von Mises, est définie comme suit :

$$\sigma_{eq} = \sqrt{\frac{1}{2}[(\sigma_x - \sigma_y)^2 + (\sigma_y - \sigma_z)^2 + (\sigma_z - \sigma_x)^2]} \quad (\text{III.16})$$

### III.3.3 Critères d'instabilités plastiques

Dans l'étude des instabilités, il existe deux types de modèles :

- Les modèles de localisation de la déformation qui supposent que le matériau est initialement hétérogène, c'est-à-dire qu'il présente un défaut initial de nature géométrique, mécanique ou métallurgique. Ces modèles sont par exemple utilisés pour l'étude de la striction localisée.

- Les modèles d'instabilité de la déformation qui supposent que le matériau est initialement homogène. On définit une instabilité plastique comme une situation dans laquelle un écoulement plastique stable devient brusquement instable.

On suppose donc que le matériau se déforme de manière uniforme et qu'à un moment donné de son histoire de déformation, il subit une perturbation locale dont l'évolution peut être décrite sous forme exponentielle.

$$\delta\varepsilon(t) = \varepsilon_i(t) - \varepsilon_h(t) = (\delta\varepsilon)_0 \exp(\lambda t) \quad (\text{III.17})$$

## CHAPITRE III : Instabilités de déformation plastique du PVC

---

Avec  $\varepsilon_i(t)$  et  $\varepsilon_h(t)$  les déformations respectivement dans la zone perturbée et la zone homogène.  $(\delta\varepsilon)_0$  Correspond à  $t = 0$  où apparaît la perturbation et  $\lambda$  est un indicateur qui permet de tester l'apparition d'une instabilité plastique. Si  $\lambda$  est positif, la perturbation va s'amplifier et entraîner un écoulement non uniforme, par contre si  $\lambda$  est négatif, la perturbation s'atténue rapidement et l'écoulement reste stable [11].

Cette classification des critères est nécessairement arbitraire car certaines instabilités se développent à plusieurs échelles simultanément. Elle permet toutefois d'analyser de manière plus rationnelle des faits expérimentaux complexes et variés. On peut décrire les principales manifestations d'instabilité plastique suivant échelles d'observation :

- à l'échelle microscopique (quelques nanomètres) : cascades de changements conformationnels des macromolécules
- à l'échelle mésoscopique (quelques micromètres) : bandes de déformation et hétérogénéités intra-sphérolitiques
- à l'échelle macroscopique (quelques millimètres) : striction généralisée des éprouvettes.

. Dans notre travail nous nous limitons à l'instabilité macroscopique et nous nous intéresserons au cas de la striction diffuse.

Le phénomène de striction apparaît lorsque la déformation homogène devient instable. L'origine de ce comportement est souvent le développement de bandes de cisaillement très localisées à partir d'un défaut géométrique. Une fois amorcée, sa propagation est le résultat d'une triaxialité des contraintes résultant d'une diminution locale de la section (cet état de triaxialité peut par ailleurs être quantifié par le calcul du facteur de Bridgman [12]). Contrairement au cas des métaux, la striction ne conduit pas forcément à la rupture prématurée du matériau : elle peut se stabiliser et s'étendre à toute la longueur de l'éprouvette. La construction de Considère permet de prévoir non seulement l'apparition

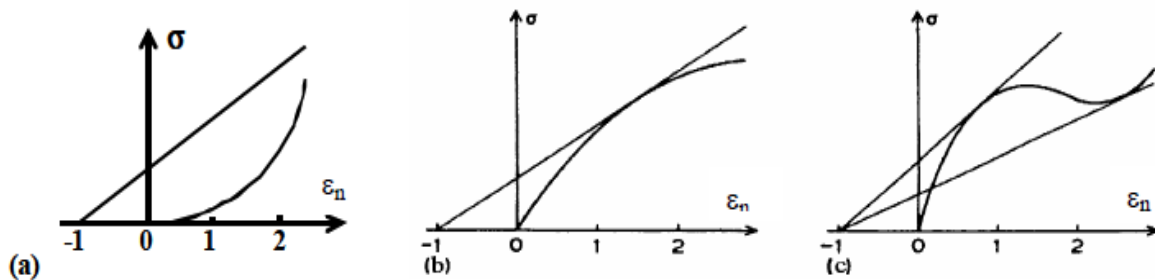
## CHAPITRE III : Instabilités de déformation plastique du PVC

de la striction, mais aussi si elle va se propager de manière stable ou catastrophique. Selon Considere [13], la striction correspond à un maximum de la force. On a alors :

$$\frac{dF}{F} = \frac{d\sigma}{\sigma} + \frac{dS}{S} = 0 \quad (\text{III.18})$$

Où  $\sigma$  est ici la contrainte vraie. Ceci s'écrit aussi, avec  $\varepsilon$  la déformation vraie et en l'allongement nominal :

$$\frac{d\sigma}{d\varepsilon} = \sigma \quad \text{ou:} \quad \frac{d\sigma}{d\varepsilon_n} = \frac{\sigma}{1+\varepsilon_n} \quad (\text{III.19})$$



**Figure III.4 :** Construction de Considere avec : a) pas de tangente possible = pas de striction ; b) une tangente d'où striction qui s'amorce puis fracture ; c) deux tangentes d'où striction et propagation stable de celle-ci.

### III.3.3.1 Formation d'une bande de cisaillement

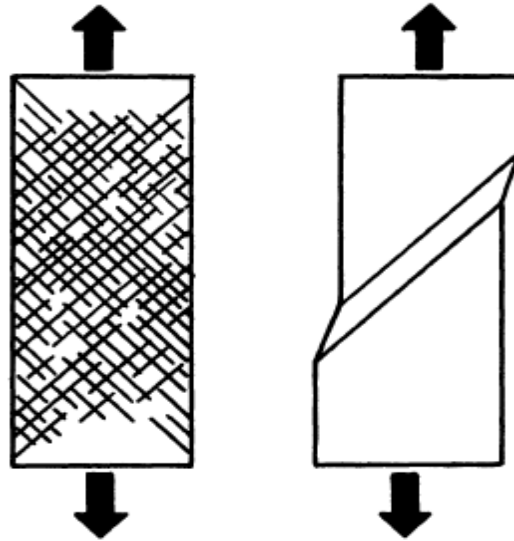
A l'échelle mésoscopique, une bande de cisaillement est caractérisée par la présence d'un gradient de déformation en cisaillement par rapport au reste de l'échantillon. La modélisation du développement de telles bandes dans des échantillons en traction est un problème assez difficile : plusieurs systèmes de bandes apparaissent sur des familles de plans différentes, se croisent, se dévient mutuellement, etc...

De plus, si l'échantillon est assez mince, le champ de déformation au sein d'une bande donnée échappe rapidement aux conditions idéales du cisaillement simple.

### CHAPITRE III : Instabilités de déformation plastique du PVC

---

Plusieurs auteurs [1, 14] ont analysé les critères d'apparition des bandes de cisaillement dans un métal ou un polymère en simplifiant le problème géométrique : ils ont considéré le cas d'un élément de matière parallélépipédique soumis à un cisaillement simple macroscopique avec une vitesse de cisaillement appliquée constante  $\dot{\epsilon}_{12}$  (Figure III.5)



**Figure III.5** Cas simplifié de la formation d'une bande de cisaillement dans un échantillon soumis à un cisaillement simple macroscopique.

L'échantillon contient localement une imperfection de section ou de structure qui favorise la localisation du cisaillement dans un plan donné. Ces travaux ont montré qu'une bande de cisaillement ne peut se former que si l'une des deux conditions suivantes est vérifiée :

a) la loi de comportement intrinsèque du matériau en cisaillement simple présente une phase d'adoucissement plastique (pente négative de la courbe  $(\sigma_{12}(\epsilon_{12}))$ ) . Cela est vérifié dans le cas des polymères vitreux au moment de la limite élastique du fait que le déclenchement de la plasticité est plus difficile que sa continuation.

b) La déformation plastique s'accompagne d'un adoucissement thermique à cause de l'auto-échauffement du matériau. Cela est particulièrement sensible dans le cas des

## CHAPITRE III : Instabilités de déformation plastique du PVC

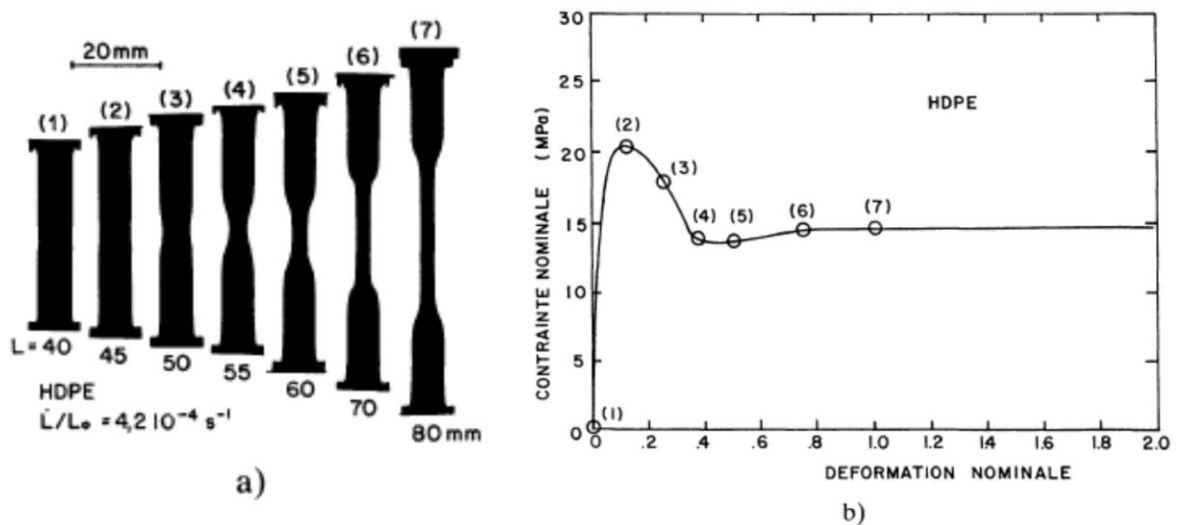
déformations rapides quand la chaleur dégagée par les processus moléculaires de déformation ne diffuse pas assez rapidement dans la matière environnante. Le cas des polymères est critique (surtout les amorphes) car leur condition thermique est particulièrement faible par rapport aux métaux.

Une fois formées, les bandes de cisaillement mésoscopique se développent plus ou moins selon les paramètres de la loi de comportement plastique du matériau en cisaillement simple. Si le taux de durcissement plastique est élevé, le cisaillement dans la bande se stabilise rapidement et la déformation de l'échantillon se poursuit par épaissement de la bande initiale ou par formation de bandes secondaires.

Si la sensibilité du matériau à la vitesse de déformation est grande, la formation de la bande est très ralentie, à tel point que dans certains polymères (au voisinage de  $T_g$  par exemple), les bandes de cisaillement ne sont même plus observables.

### III.3.3.2 Formation d'une striction diffuse

Les conditions dans lesquelles une striction se développe dans un échantillon polymère en traction ont fait l'objet de plusieurs études approfondies [8, 15, 16]. Un cas typique est celui d'un barreau cylindrique de Polyéthylène contenant un défaut géométrique initial (Figure III.6).



**Figure III.6** Formation et propagation d'une striction dans un barreau cylindrique de Polyéthylène à Haute densité[1].

## CHAPITRE III : Instabilités de déformation plastique du PVC

---

L'analyse la plus simple consiste à considérer que le champ de contraintes est purement uniaxial en tout point de l'éprouvette, repéré par sa coordonnée  $X$  le long de l'axe. En négligeant les effets d'inertie (notables seulement aux très fortes vitesses), on a donc :

$$F = \sigma_x(X) \cdot S(X) = \text{const} \quad (\text{III.20})$$

Où  $F$  est la force de traction,  $S$  la section courante de l'éprouvette et  $\sigma_x$  mesure à la fois la contrainte axiale  $\sigma_{xx}$  et la contrainte effective  $\sigma_{eff}$  car les composantes radiale  $\sigma_{rr}$  et circonférentielle  $\sigma_{\theta\theta}$  sont supposées nulles en première approximation.

Dans cette analyse, la coordonnée  $X$  est considérée comme la cote Lagrangienne du point courant, c'est à dire qu'elle est liée à un élément de matière. La distance Lagrangienne  $\delta X$  entre deux éléments voisins ne varie donc pas au cours de la déformation, au contraire de la distance Eulérienne  $\delta x$  qui augmente avec la déformation vraie locale  $\varepsilon$  selon l'expression suivante :

$$\delta x = \delta X \cdot \exp(\varepsilon) \quad (\text{III.21})$$

L'analyse en coordonnées Eulériennes est également possible [16] mais introduit des termes convectifs supplémentaires assez lourds. Sous forme différentielle, l'équation (III.20) s'écrit aussi, à chaque instant ( $t$ ) :

$$\left[ \frac{\delta \ln \sigma_x(X)}{\delta X} \right]_t + \left[ \frac{\delta \ln S(X)}{\delta X} \right]_t = 0 \quad (\text{III.22})$$

La variation de la contrainte vraie  $\sigma_x$  le long de l'éprouvette est liée aux variations de la déformation  $\varepsilon$ , de la vitesse de déformation  $\dot{\varepsilon}$  et de la température  $T$ . On peut écrire, en supposant l'existence d'une équation d'état  $\sigma(\varepsilon, \dot{\varepsilon}, T)$  :

$$\left[ \frac{\delta \ln \sigma_x}{\delta X} \right]_t = \left[ \frac{\delta \ln \sigma_x}{\delta \varepsilon} \right]_{\dot{\varepsilon}, T} \cdot \left[ \frac{\delta \varepsilon}{\delta X} \right]_t + \left[ \frac{\delta \ln \sigma_x}{\delta \dot{\varepsilon}} \right]_{\varepsilon, T} \cdot \left[ \frac{\delta \ln \dot{\varepsilon}}{\delta X} \right]_t + \left[ \frac{\delta \ln \sigma_x}{\delta T} \right]_{\varepsilon, \dot{\varepsilon}} \cdot \left[ \frac{\delta T}{\delta X} \right]_t \quad (\text{III.23})$$

## CHAPITRE III : Instabilités de déformation plastique du PVC

---

Que l'on peut écrire aussi :

$$\left[ \frac{\delta \ln \sigma_x}{\delta X} \right]_t = \gamma \cdot \left[ \frac{\delta \varepsilon}{\delta X} \right]_t + m \cdot \left[ \frac{\delta \ln \dot{\varepsilon}}{\delta X} \right]_t + \varphi \cdot \left[ \frac{\delta T}{\delta X} \right]_t \quad (\text{III.24})$$

Où  $\gamma$  et  $m$  sont les coefficients de durcissement et de sensibilité à la vitesse de déformation décrits précédemment, et  $\varphi = [\delta \ln \sigma_x / \delta T]_{\varepsilon, \dot{\varepsilon}}$  mesure la sensibilité de la contrainte d'écoulement plastique à la température (avec  $\varphi \leq 0$ ). Le deuxième terme de l'équation (III.22) est lié d'une part aux variations de la section initiale d'éprouvette  $S_0(X)$ , et d'autre part aux variations de la déformation courante :

$$\left[ \frac{\delta \ln S}{\delta X} \right]_t = \frac{d \ln S_0}{dX} - \left[ \frac{\delta \varepsilon}{\delta X} \right]_t \quad (\text{III.25})$$

On définit le gradient de déformation  $\lambda$  comme la dérivée locale de la déformation par rapport à la coordonnée lagrangienne  $X$  à un instant donné ( $t$ ) selon l'équation suivante :

$$\lambda = \left[ \frac{\delta \varepsilon}{\delta X} \right]_t \quad (\text{III.26})$$

Il est intéressant de remarquer que dans l'équation (III.24), le second terme du deuxième membre (qui exprime le gradient de vitesse) peut s'écrire également :

$$\left[ \frac{\delta \ln \dot{\varepsilon}}{\delta X} \right]_t = \frac{1}{\dot{\varepsilon}} \left[ \frac{\delta \dot{\varepsilon}}{\delta X} \right]_t = \frac{d}{d\varepsilon} \left[ \frac{\delta \varepsilon}{\delta X} \right]_t = \left[ \frac{\delta \lambda}{\delta \varepsilon} \right]_t \quad (\text{III.27})$$

(Note : en coordonnées Eulériennes, la manipulation ci-dessus n'est pas correcte et il est nécessaire d'introduire des termes supplémentaires.)

En réunissant les équations (III.23) à (III.27), on arrive finalement à l'équation suivante :

$$m \cdot \left[ \frac{\delta \lambda}{\delta \varepsilon} \right]_t = (1 - \gamma) \cdot \lambda - \varphi \cdot \left[ \frac{\delta T}{\delta X} \right]_t - \frac{d \ln S_0}{dX} \quad (\text{III.28})$$

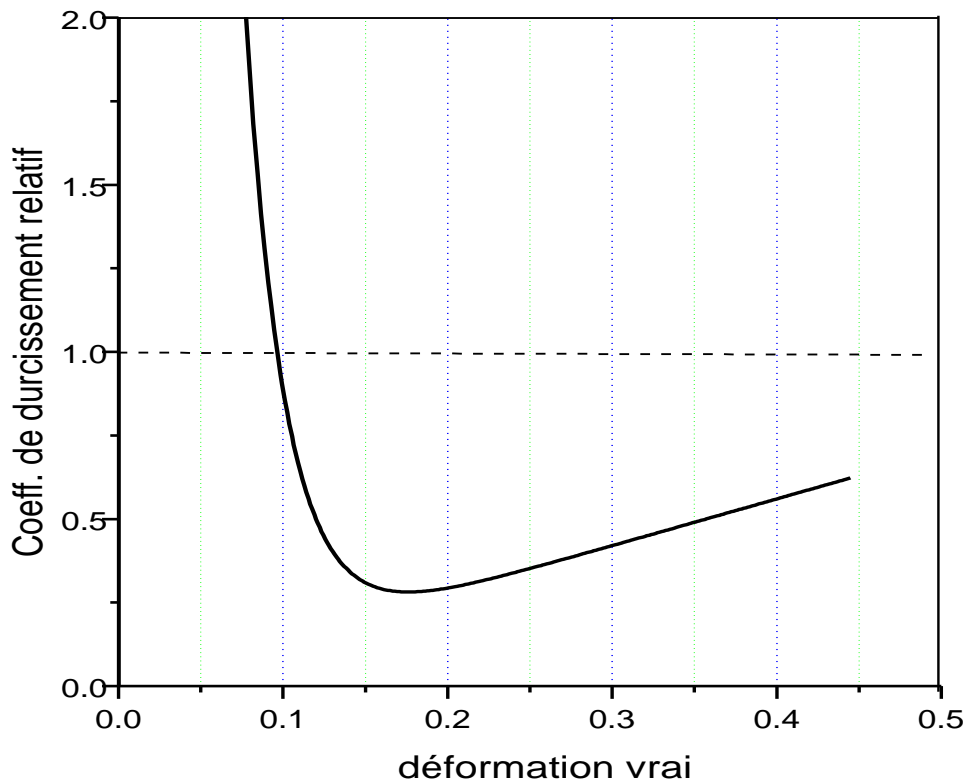


## CHAPITRE III : Instabilités de déformation plastique du PVC

Considérons tout d'abord le cas d'un essai de traction, réalisé dans des conditions isothermes idéales, avec  $(\delta T / \delta X)_t = 0$ . On constate alors que l'équation (III.24) constitue une équation différentielle simple qui régit les variations du gradient de déformation  $\lambda$  en fonction de la déformation  $\varepsilon$  pour une valeur du gradient de section initiale  $(d \ln S_0 / dX)$ . Le coefficient  $m$  pouvait être considéré constant en première approximation ( $m = 0.025$  pour le PVC). Le coefficient de durcissement relatif  $\gamma$  est fonction de  $\varepsilon$  puisque, d'après la formule (III.12) on a :

$$\gamma(\varepsilon) = \frac{w}{\exp(w\varepsilon) - 1} + 2h \cdot \varepsilon \quad (\text{III.29})$$

Les variations du coefficient de durcissement relatif  $\gamma$  en fonction de  $\varepsilon$  pour les quatre triaxialités sont illustrées sur la figure III.7.



**Figure III.7** Variation du coefficient de durcissement relatif  $\gamma$  du PVC avec la déformation vraie.

## CHAPITRE III : Instabilités de déformation plastique du PVC

---

A partir de ces équations de base, considérons le cas d'un élément de matière situé dans la zone du défaut géométrique. En choisissant la direction de l'axe des coordonnées  $X$  vers le centre du défaut, on a alors  $-(d \ln S_0/dX) > 0$ . Au début de l'étirage, la déformation est nulle partout, d'où  $\lambda = 0$ . à  $t = 0$ , on a donc :

$$(\delta\lambda/\delta\varepsilon)_0 = -(1/m) \cdot (d \ln S_0/dX) > 0 \quad (\text{III.30})$$

Dès le début de l'essai, la fluctuation initiale de section tend à s'amplifier : la zone à section réduite se creuse un peu plus. Toutefois, cette évolution initiale tend à se stabiliser tant que  $\gamma > 1$  car, dans l'équation différentielle (III.28), le coefficient de  $\lambda$  devient alors négatif. Cette évolution stable du défaut géométrique dure jusqu'à ce que  $\varepsilon$  atteigne une valeur de quelques pour cent, quand  $\gamma$  passe en dessous de la valeur critique  $\gamma = 1$  (Figure III.7). La tendance change alors en une localisation plus intense du défaut et  $\lambda$  subit une croissance de plus en plus rapide : c'est le stade d'instabilité auto-accélérée qui correspond au développement visible de la striction.

### III.4 Modélisation du comportement du PVC

#### III.4.1 Résultat Expérimentale

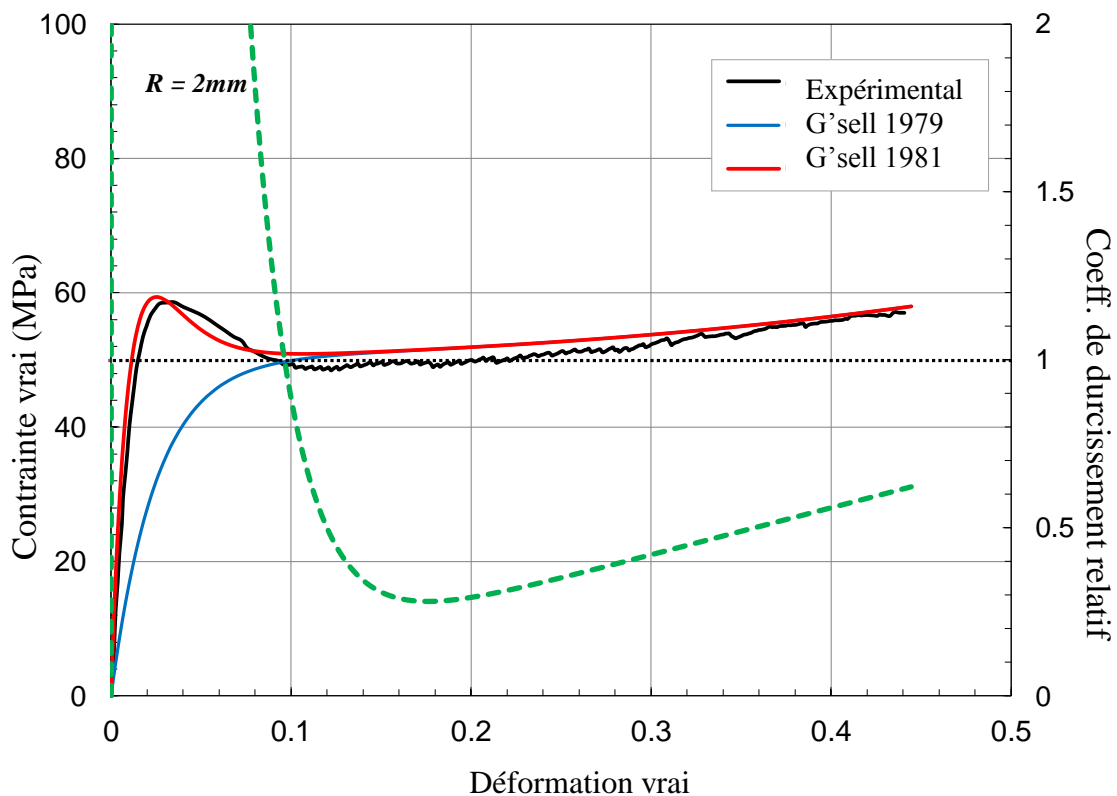
Afin d'avoir une base de donnée expérimentale suffisamment riche pour différentes triaxialité qui permet de mieux prédire le comportement mécanique du PVC, des essais de traction ont été réalisés à une température de 23°C et sous une vitesse de déformation vraie constante de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  pour les quatre rayons de courbure (R2, R4, R10 et R80) (Figure II.4).

L'utilisation d'une loi phénoménologique reste encore une solution au problème de la prédiction du comportement mécanique des polymères. Plusieurs modèles ont été proposés dans le but de prédire le mieux le comportement des polymères. Dans ce travail nous nous intéressons à la loi de comportement proposée par G'Sell et Jonas [9] pour laquelle la contrainte dépend de la déformation, de la vitesse et de la température. Cette loi a été utilisée avec succès pour caractériser le comportement des polymères selon différents modes de chargements simples (Traction, Compression) [8].

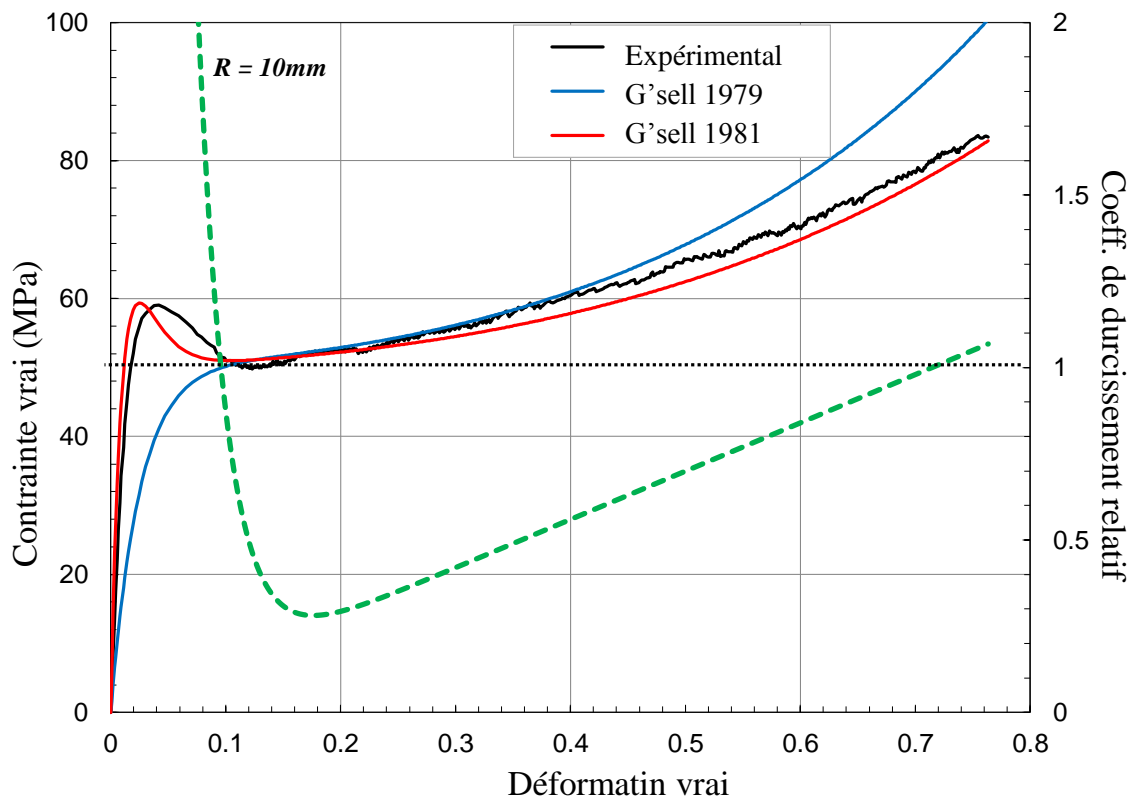
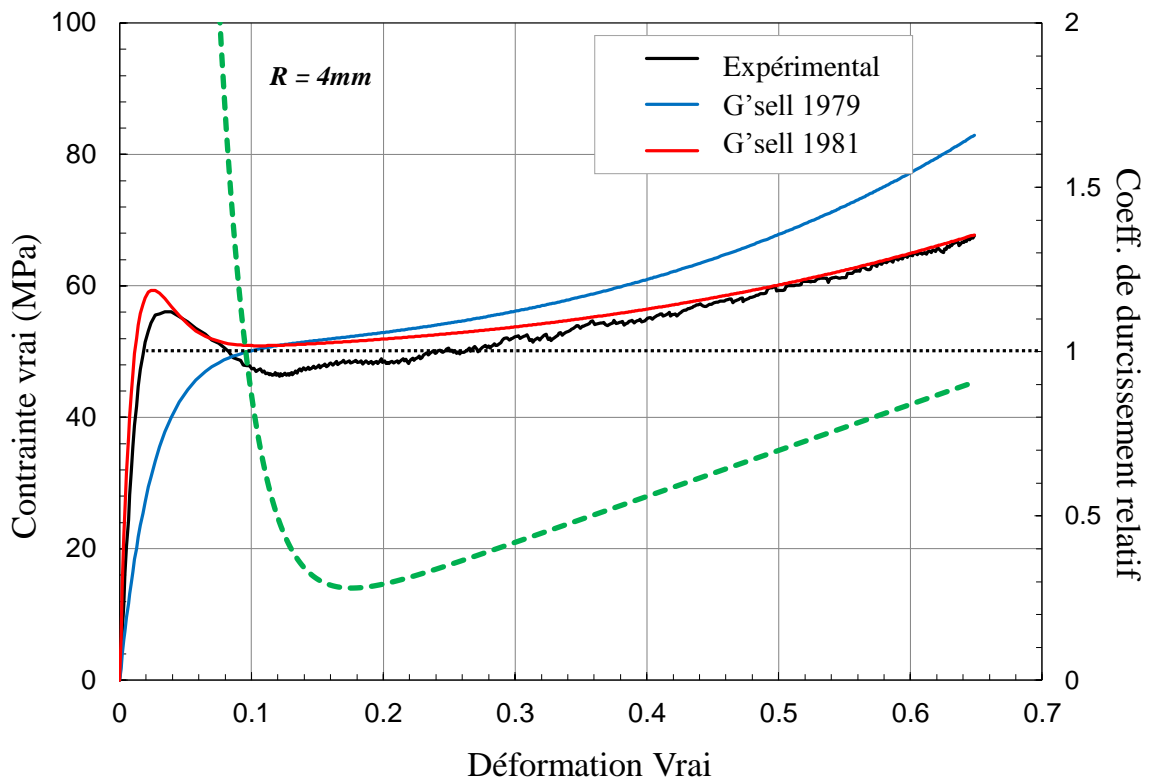
## CHAPITRE III : Instabilités de déformation plastique du PVC

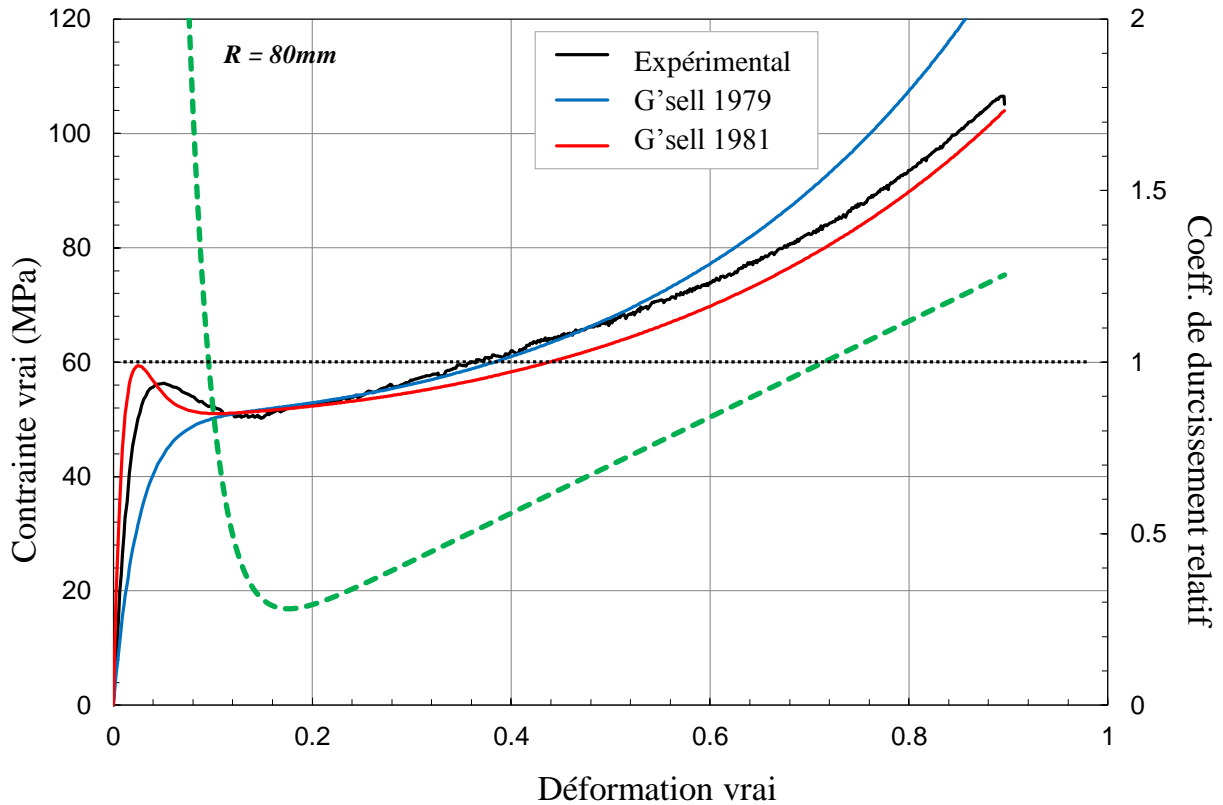
Pour reproduire l'évolution du comportement de notre PVC, il est intéressant de comparer les deux lois de comportement proposées par G'Sell. Une première loi est assez simple (équation 12) et une seconde loi plus complexe (équation 13), et qui est souvent utilisée pour ce type de polymère.

Les résultats trouvés sont présentés sur la figure III.8 donnant les courbes contrainte vraie - déformation vraie à la température ambiante 23°C. Les courbes montrent une bonne corrélation entre les résultats expérimentaux et ceux issus de la modélisation. En effet, la première loi de G'Sell-Jonas (équation 12) ne permet de reproduire fidèlement l'évolution de la courbe expérimentale ; elle ne prend pas en compte toute la partie du crochet de traction. Cependant la seconde loi de G'Sell (équation 13) permet de reproduire toutes les phases de déformation (élastique, plastique, adoucissement et durcissement) pour une vitesse de déformation constante de  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  et pour tout la gamme de triaxialité. Cette loi présente une faiblesse dès qu'on change la triaxialité.



# CHAPITRE III : Instabilités de déformation plastique du PVC





**Figure III.8** Comparaison entre les résultats de la modélisation proposée par G'sell et les données expérimentales.

Plusieurs auteurs ont apporté une modification de la loi de G'Sell [17]. Les modifications semblent intéressantes, elles touchent notamment la dépendance du facteur  $K$  à la température, et dans d'autres travaux sur une hypothèse entre la limite élastique et la température, ainsi, sur d'autres expressions dans la loi. Cependant parmi tous ces travaux, il n'y a aucun travail qui traite l'effet de la triaxialité des contraintes. Pour mettre en évidence la sensibilité à l'effet de la triaxialité des contraintes, nous avons mené tout un travail avec plusieurs expressions pour le paramètre  $\beta$  qui dépend nettement de la géométrie de l'éprouvette. Après plusieurs tentatives de modification du modèle G'Sell, nous avons conclu que ce dernier ne permet pas de prendre en compte l'effet de la triaxialité avec la déformation dans son formalisme.

D'après les comparaisons données sur la Figure III.8, et le travail mené pour la modification du modèle, on peut annoncer que même la seconde loi de comportement de G'Sell ne reproduit pas toutes les phases de la courbe expérimentale, et en particulier avec l'effet de la triaxialité.

### III.4.2 Effet de la triaxialité des contraintes sur la striction

#### III.4.2.1 Dépendance du facteur de triaxialité au rayon de courbure

À ce jour, aucune expression analytique simple pour le facteur de triaxialité n'a été proposée qui soit valable pour les profils axisymétriques arbitraires. En effet, Facteur de Triaxialité dépend de manière complexe, non seulement des premières et seconde dérivées du rayon de l'éprouvette ( $a$ ), mais également à des propriétés plastiques du matériau.

Néanmoins, plusieurs tentatives pour présenter l'effet de la triaxialité ont été tentées dans le cas où le rapport  $R/a$  ( $a$  rayon de l'éprouvette et  $R$  rayon de courbure de l'éprouvette) est faible. Parmi ceux-ci, l'approche de Bridgman [12] est la plus pertinente pour la présente étude. Il a été appliqué à la plan de symétrie transversal au col d'une barre de traction, où ( $da / dx = 0$ ) et le rayon de courbure  $R$  donné par  $R = 1 / (d^2a / dx^2)$ . Dans ces conditions, le facteur de triaxialité peut être exprimé comme suit :

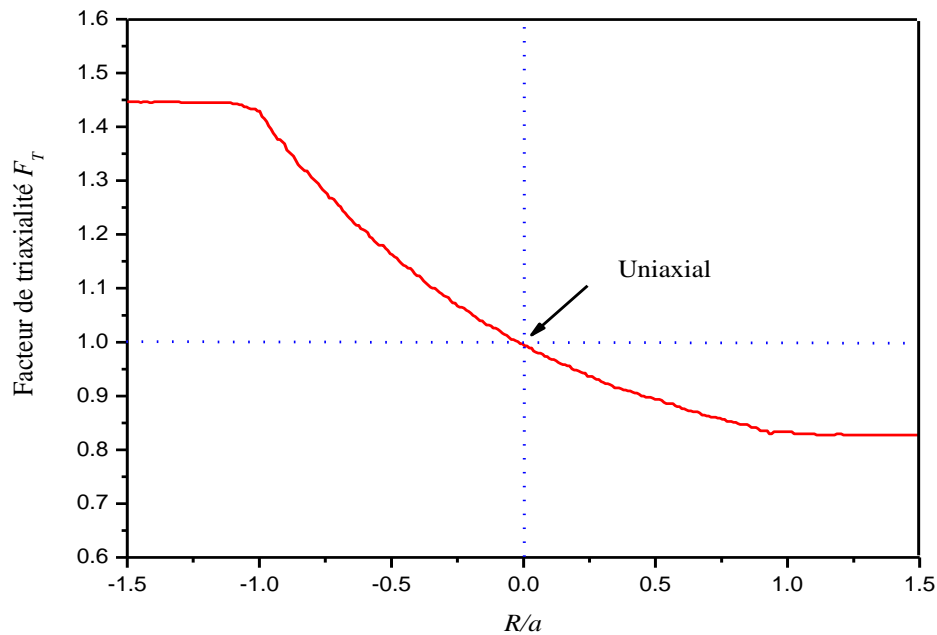
$$F_T = 1 / [1 + (2R/a)] \ln[1 + (a/2R)] \quad (\text{III.31})$$

On peut facilement montrer que les hypothèses initiales de Bridgman restent valables pour les éprouvettes Axisymétriques tant qu'une valeur négative est attribuée à  $R$ . Par extension, la formule s'applique également à toute section dont la dérivée  $da / dx$  est égale à zéro, par exemple dans les parties uniformes de l'éprouvette.

La dépendance du facteur de triaxialité de Bridgman  $F_T$  au rapport  $R/a$  est illustrée à la Figure III.9 pour les valeurs à la fois négatives et positives de  $R/a$ . Pour de très petites valeurs de  $R/a$ , c'est-à-dire pour un état de contrainte presque uni axial, la relation logarithmique pour  $F_T$  donnée par l'équation (III.30) peut être développée sous la forme d'une série de puissances dans  $R/a$ , les deux premiers termes conduisant à :

$$F_T = [1 - (a/4R)] \quad (\text{III.31})$$

Aux fins actuelles, la validité de l'équation (III.30) est limitée aux petites valeurs de  $(R/a)$ , à savoir  $|R/a| < 1$ , en vertu d'une extension du principe de St Venant [15]. C'est-à-dire que nous adoptons l'opinion ici que l'effet d'une "irrégularité de surface", telle qu'une courbure positive ou négative, ne s'étend pas de manière significative au-delà d'une profondeur à peu près égale à une caractéristique géométrique de l'irrégularité, en l'occurrence le rayon courbure.

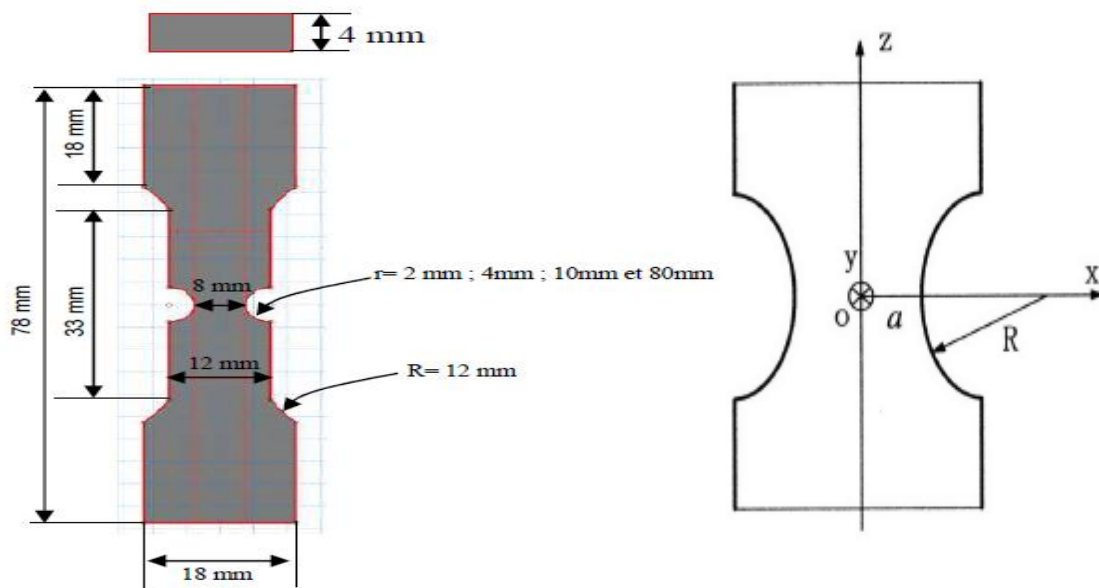


**Figure III. 9** Dépendance du facteur de correction de triaxialité de Bridgman  $F_T$  au rapport  $(R/a)$ .

### III.4.2.2 Dérivation de la formule de triaxialité pour des contraintes plane

Un schéma d'une éprouvette plat en contrainte plane avec une entaille dans sa section transversale est représenté à la Figure III.10. L'épaisseur de l'échantillon au niveau de l'entaille est  $t = 2a$  et le rayon de la courbure est  $R$ . La direction de l'épaisseur est la direction  $y$ . Dans le système de coordonnées cartésien, l'équation d'équilibre est :

$$\sigma_{i,j,j} = 0 \quad (\text{III.32})$$



**Figure III.10** Esquisse d'une éprouvette de déformation plane à rainures plates.

Le fait d'utiliser des éprouvettes plates avec des épaisseurs faibles, nous supposons que la répartition des contraintes est plane ; c'est à dire que la contrainte qui représente la direction de la normale par rapport à la surface est considérée nulle ( $\sigma_y = 0$ ), et que le déplacement radial dans la section minimale est donc proportionnel à la largeur. On en déduit aussi que les déformations radiales et circonférentielle sont égales et constantes.

Pour la condition de déformation plane (direction  $y$ ), les conditions suivantes sont remplies :

$$\begin{cases} \sigma_{xy} = \sigma_{yz} = 0 \\ \frac{\partial}{\partial y} (\ ) = 0 \\ \varepsilon_y = 0 \end{cases} \quad (\text{III.33})$$

Bridgman [18] donne également les solutions approximatives pour l'équation. (III.32) et (III.33) dans une éprouvette de déformation plan entaillé, dans lequel les composantes de contrainte  $\sigma_{xx}$ ,  $\sigma_{yy}$  et  $\sigma_{zz}$  sont énumérées dans les trois équations suivantes :



$$\begin{cases} \sigma_x = F \ln \left( \frac{a^2 + 2aR - x^2}{2aR} \right) \\ \sigma_y = F \left[ \frac{1}{2} + \ln \left( \frac{a^2 + 2aR - x^2}{2aR} \right) \right] \\ \sigma_z = F \left[ 1 + \ln \left( \frac{a^2 + 2aR - x^2}{2aR} \right) \right] \end{cases} \quad (\text{III.34})$$

Dans la suite du travail, la triaxialité des contraintes sera basée sur l'analyse de distributions des contraintes, où le taux de triaxialité des contraintes  $\beta$  est défini par la relation suivante :

$$\beta = \frac{\sigma_m}{\sigma_{eq}} \quad (\text{III.35})$$

Où  $m$  est la contrainte moyenne :

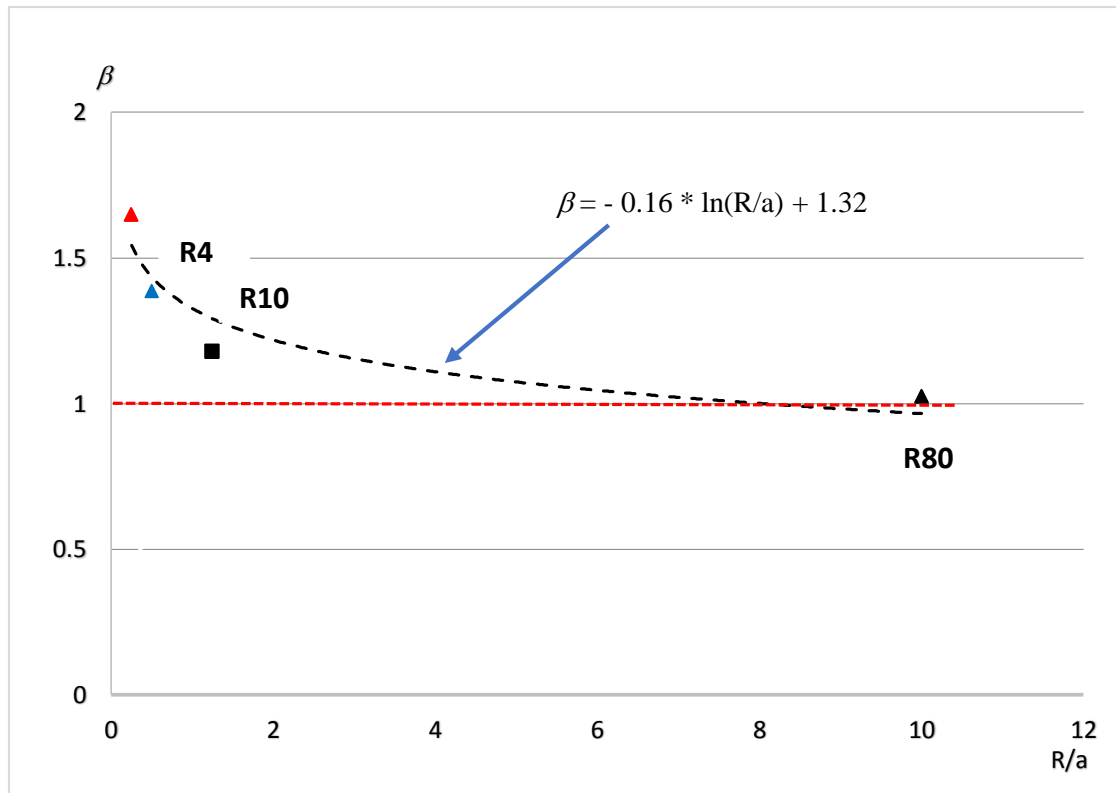
$$\sigma_m = 1/3(\sigma_x + \sigma_y + \sigma_z) \quad (\text{III.36})$$

Pour une éprouvette plate comportant une gorge de rayon  $R_x$ , le calcul des répartitions des contraintes et des déformations est très complexe et ne peut pas être complètement résolu analytiquement. Le taux de triaxialité des contraintes est maximal sur l'axe de l'éprouvette et est défini à l'aide des paramètres géométriques dans un état non déformé par Bai [19] à l'aide de l'équation suivante :

$$\beta = \frac{1+2A}{3\sqrt{A^2+A+1}} \quad (\text{III.37})$$

$$A = \ln[1 + a/(2R_0)] \quad (\text{III.38})$$

La Figure III.11 nous montre que le taux de triaxialité est influé par le rayon de courbure c-à-dire, la valeur de  $\beta$  est moins important dans le cas d'une éprouvette avec un rayon R80 par rapport à une éprouvette R2.



**Figure III.11** taux de triaxialité en fonction du rapport ( $R/a$ ) pour différents rayons de courbure.

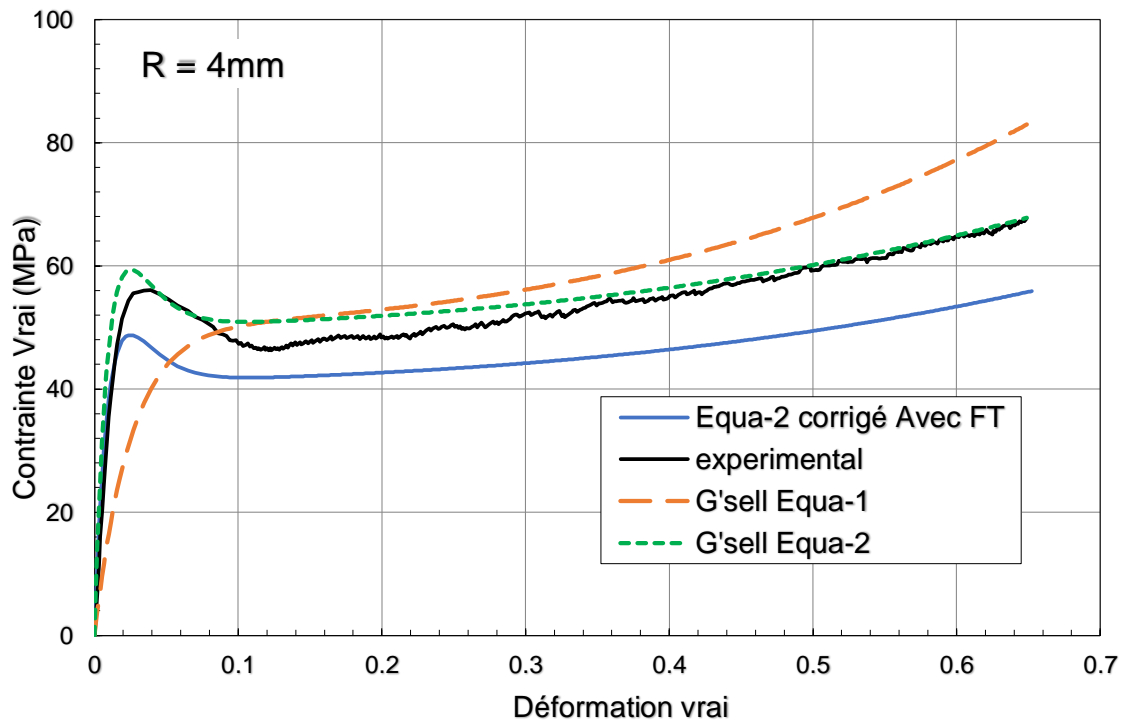
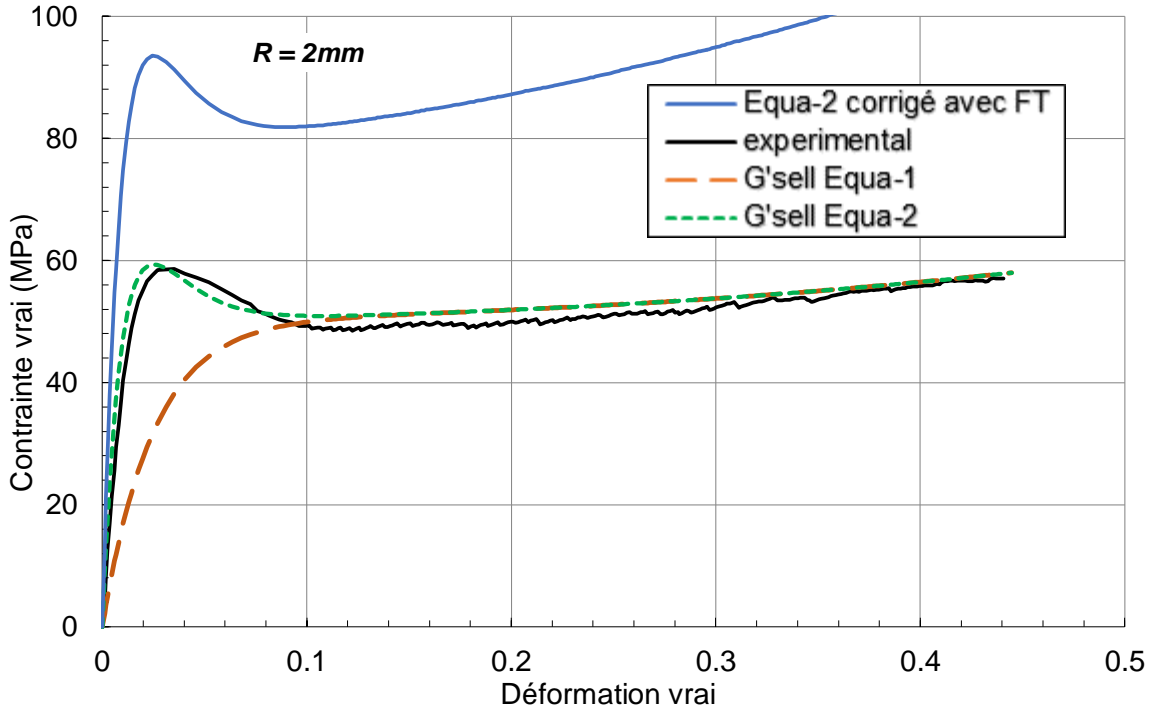
### III.4.3 Instabilité plastique

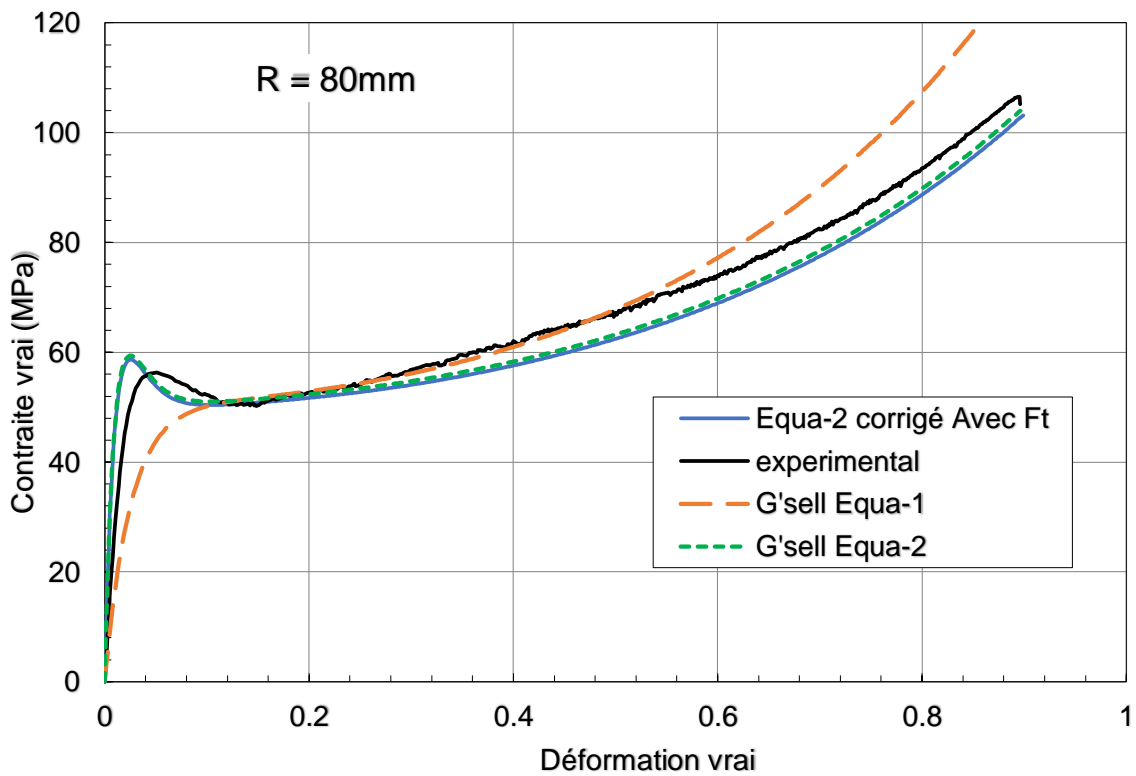
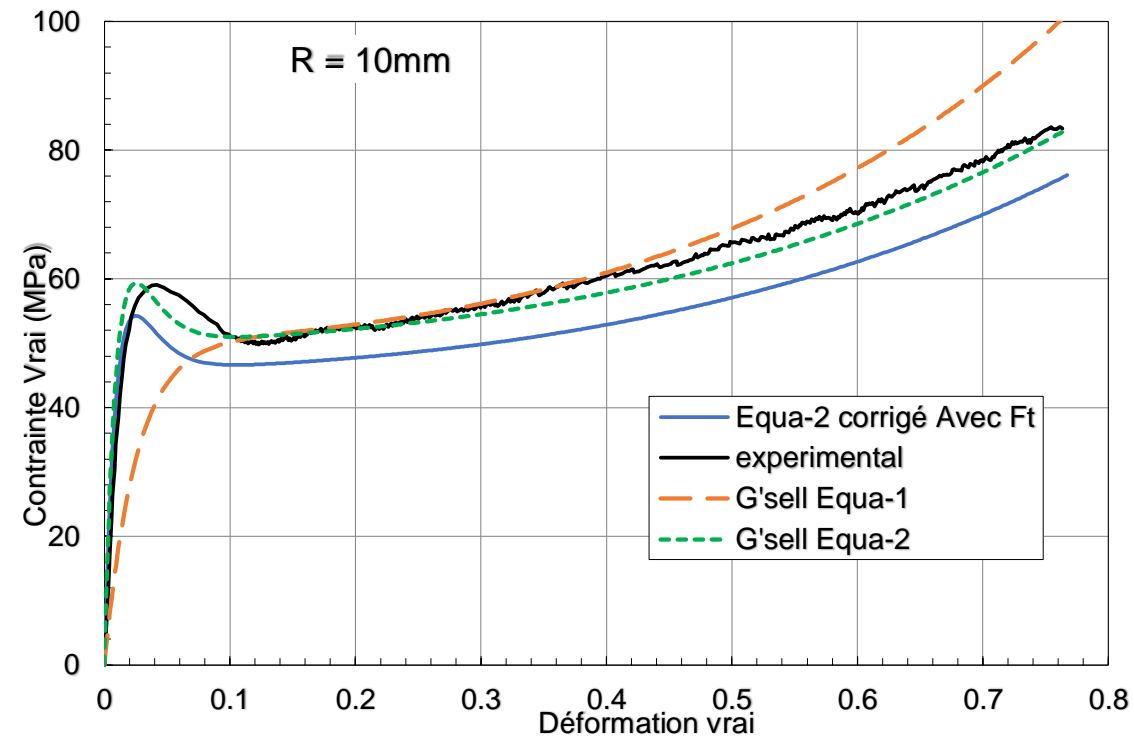
Une comparaison des résultats expérimentaux avec ceux des modèles de G'sell sur des spécimens entaillés est donnée dans la (Figure III.12). Nous rappelons que le modèle de G'sell permet de prédire l'instabilité plastique avec l'introduction d'un critère de plasticité. Cette analyse a contribué à une meilleure compréhension de l'évolution du comportement des polymères. Il est important de noter que la structure amorphe du matériau, qui joue nécessairement un rôle très important dans le processus d'instabilité, a été négligée.

La figure III.12 montre les résultats de l'évolution de la contrainte vrai corrigé avec un facteur de triaxialité en fonction de déformation vrai pour quatre rayons proposés dans cette étude (R2 à R80), ils sont comparés aux résultats expérimentaux et théoriques obtenus. Par modélisation de G'sell [20].

## CHAPITRE III : Instabilités de déformation plastique du PVC

Nous pouvons observer une bonne corrélation des prévisions avec les résultats expérimentaux et de modélisation, sauf le R2 où un plus grand écart apparaît dans la phase de durcissement entre la courbe corrigée et les courbes théoriques.





**Figure III.12** Evolution de la contrainte vrai en fonction de la déformation vraie pour les quatre rayons de courbure.

### CHAPITRE III : Instabilités de déformation plastique du PVC

---

Pour mettre en évidence la sensibilité à l'effet de la triaxialité des contraintes, nous avons mené tout un travail avec plusieurs expressions pour le paramètre  $\beta$  qui dépend nettement de la géométrie de l'éprouvette. Après plusieurs tentatives de modification du modèle G'Sell, nous avons conclu que ce dernier ne permet pas de prendre en compte l'effet de la triaxialité avec la déformation dans son formalisme. D'après les comparaisons données sur la figure III.8, et le travail mené pour la modification du modèle, on peut annoncer que même la seconde loi de comportement de G'Sell ne reproduit pas toutes les phases de la courbe expérimentale, et en particulier avec l'effet de la triaxialité.

Dans le travail qui suit, nous avons essayé de proposer une modification de l'équation de G'sell, notre objectif étant d'ajouter un facteur de triaxialité qui aura en fonction des paramètres géométriques de l'éprouvette Ou plutôt du rapport ( $a/R$ ) pour prédire le comportement des polymères. D'après la figure III.11 nous avons pu trouver une équation logarithmique qui donne la relation entre le taux de triaxialité  $\beta$  et le rapport ( $a/R$ ), Puis nous avons intégré cette formule dans l'équation (III.35) :

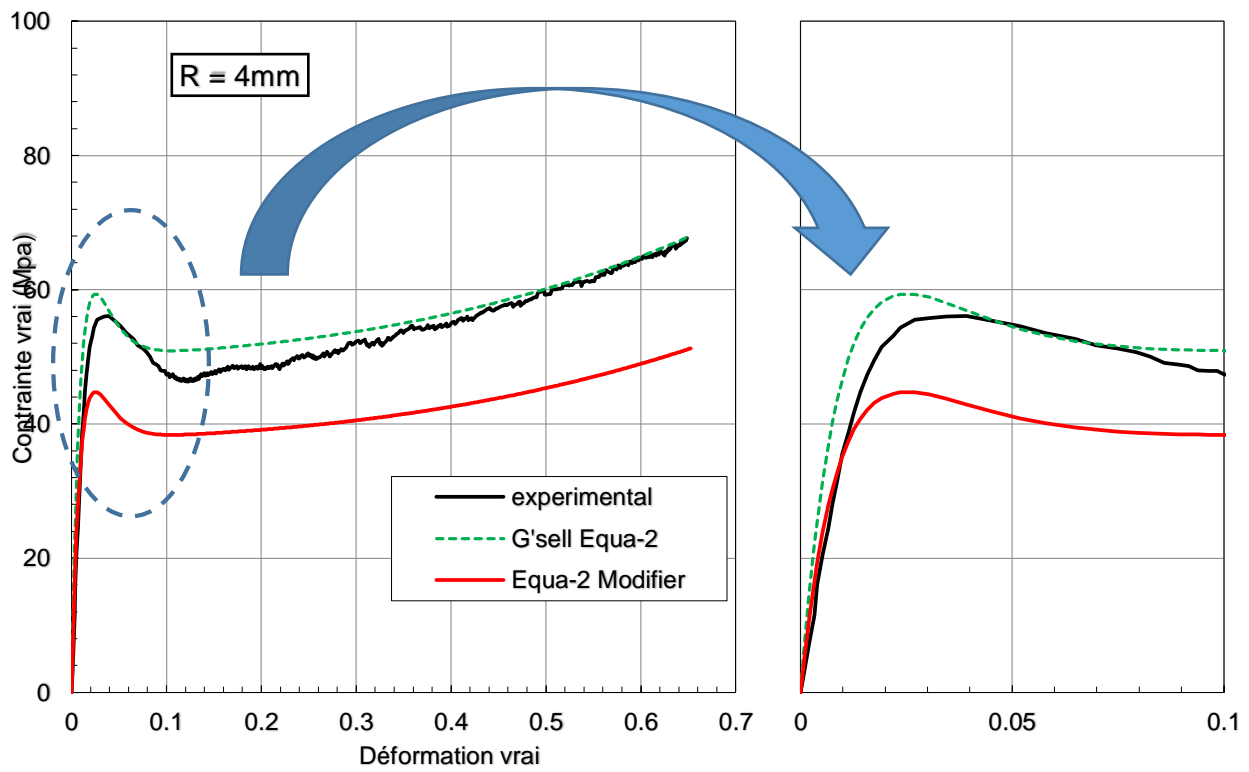
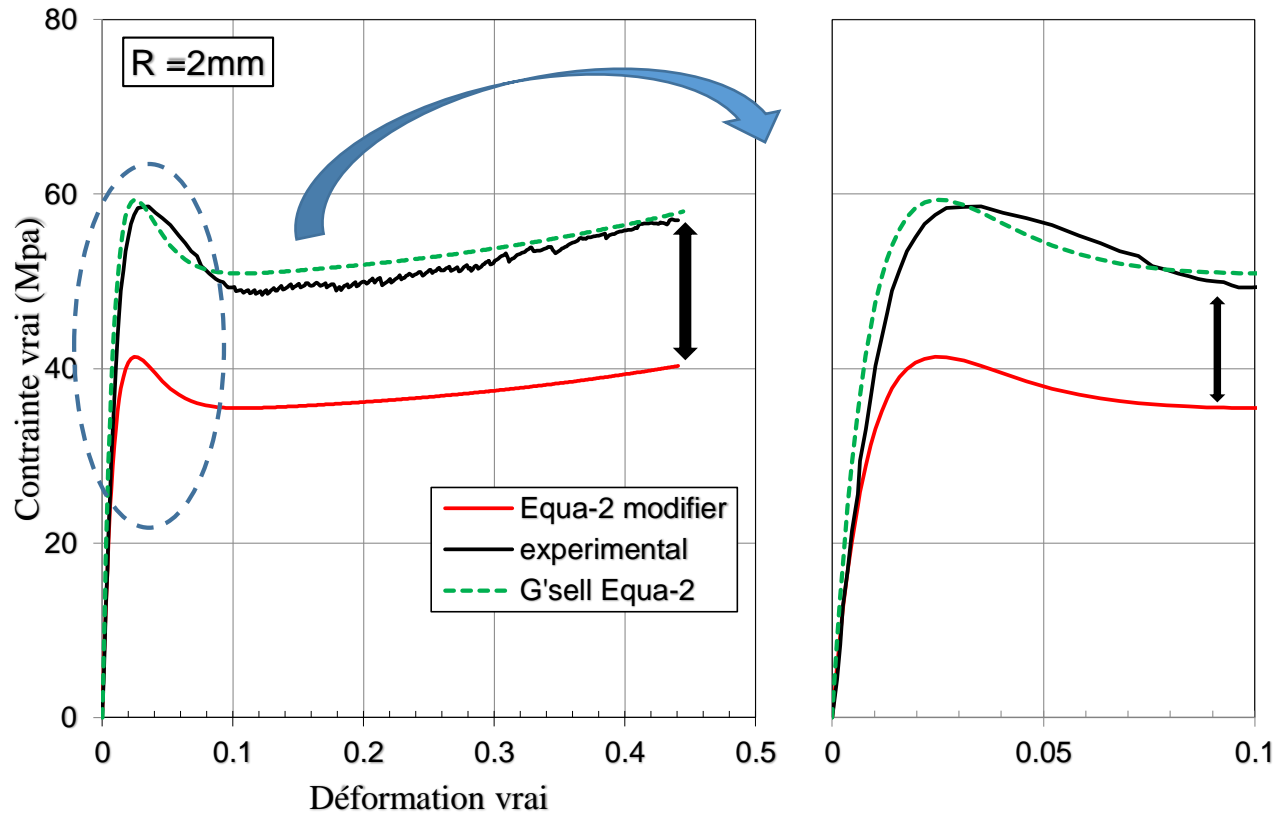
$$\beta = -0.16 * \ln(R/a) + 1.32 \quad (\text{III.39})$$

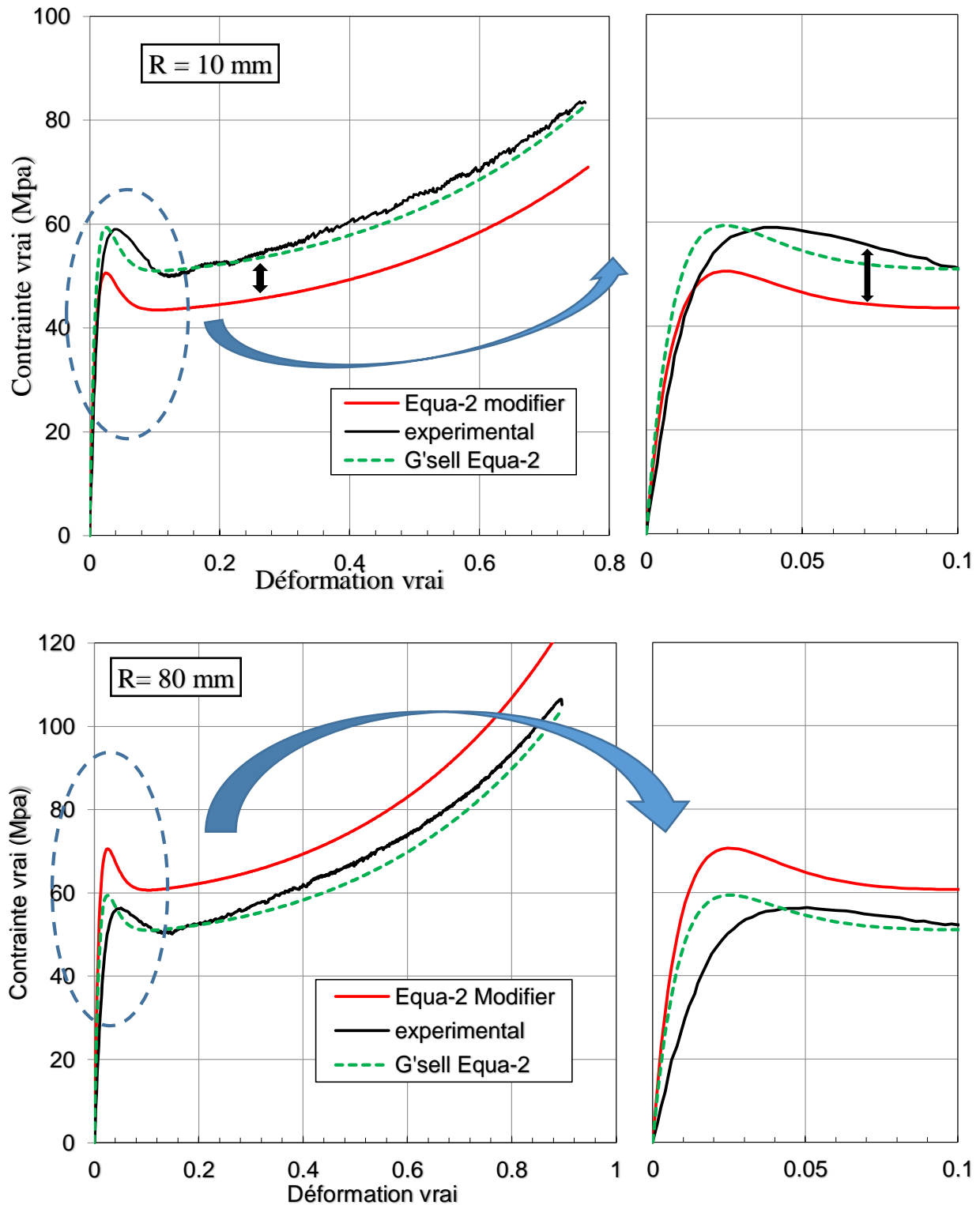
Remplaçant dans l'équation (III.35) on trouve :

$$\sigma_{eq} = \sigma_m * \frac{1}{\beta} = \sigma_m / (-0.16 * \ln\left(\frac{R}{a}\right) + 1.32) \quad (\text{III.40})$$

Les résultats trouvés après cette modification sont présentés sur la figure III.13 donnant les courbes contrainte vraie - déformation vraie à la température ambiante 23°C. Les courbes montrent une bonne corrélation entre les résultats expérimentaux et ceux issus de la modification, En fait, les courbes modifiées permettent de reproduire toutes les phases de déformation (élastique, plastique, adoucissement et durcissement) pour une vitesse de déformation constante de  $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . D'autre part, nous observons une relation inverse entre le rayon de courbure, la triaxialité et le seuil de plasticité.

# CHAPITRE III : Instabilités de déformation plastique du PVC





**Figure III.13** Comparaison entre les résultats expérimentaux, théoriques et celle modifier par un facteur de triaxialité pour les quatre rayons de courbure.

### III.4.4 Evolution de l'endommagement

Dans cette étude, nous limiterons notre objectif à l'évolution de l'endommagement pour les triaxialité envisagées.

La figure III.14, montre l'évolution de l'endommagement  $D = (d\varepsilon_V/d\varepsilon_e) \cdot$  en fonction de la contrainte axiale vraie pour le Polychlorure de vinyle (PVC). Afin de comprendre le comportement macroscopique de ce polymère, nous avons appliqué le même critère de Heiken [21] pour séparer l'endommagement en une composante élastique linéaire, endommagement en volume des vides et déformation par cisaillement. La décomposition du l'endommagement est obtenue suivant la relation ci-dessous :

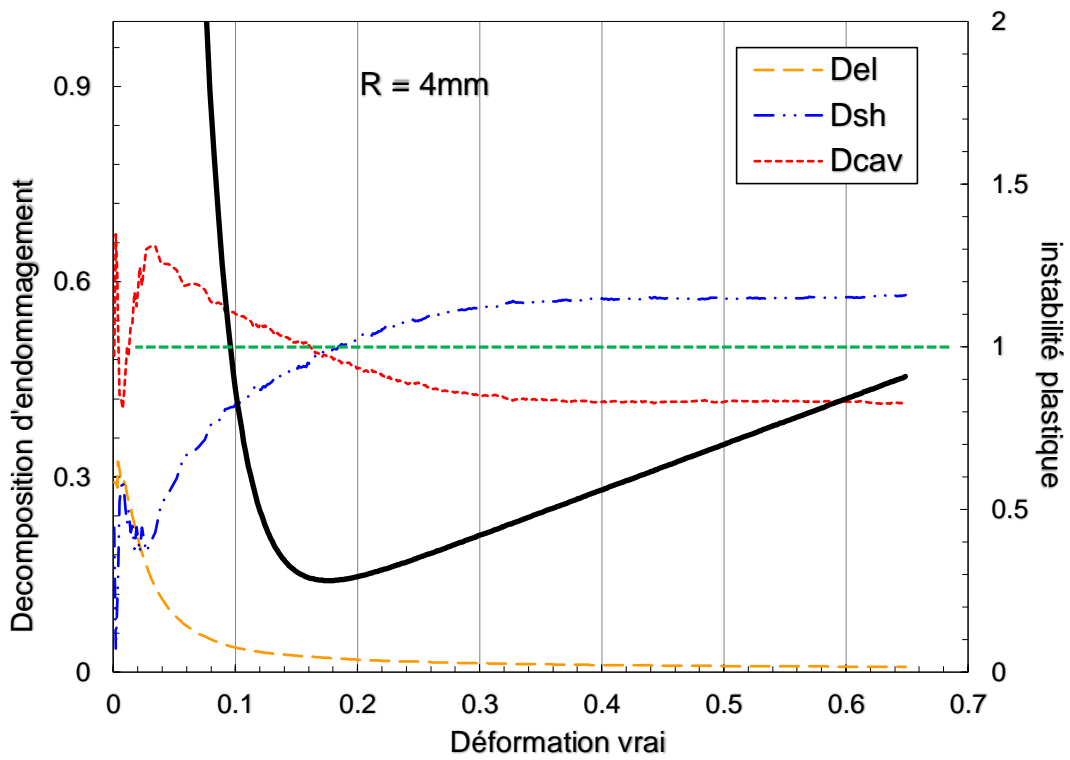
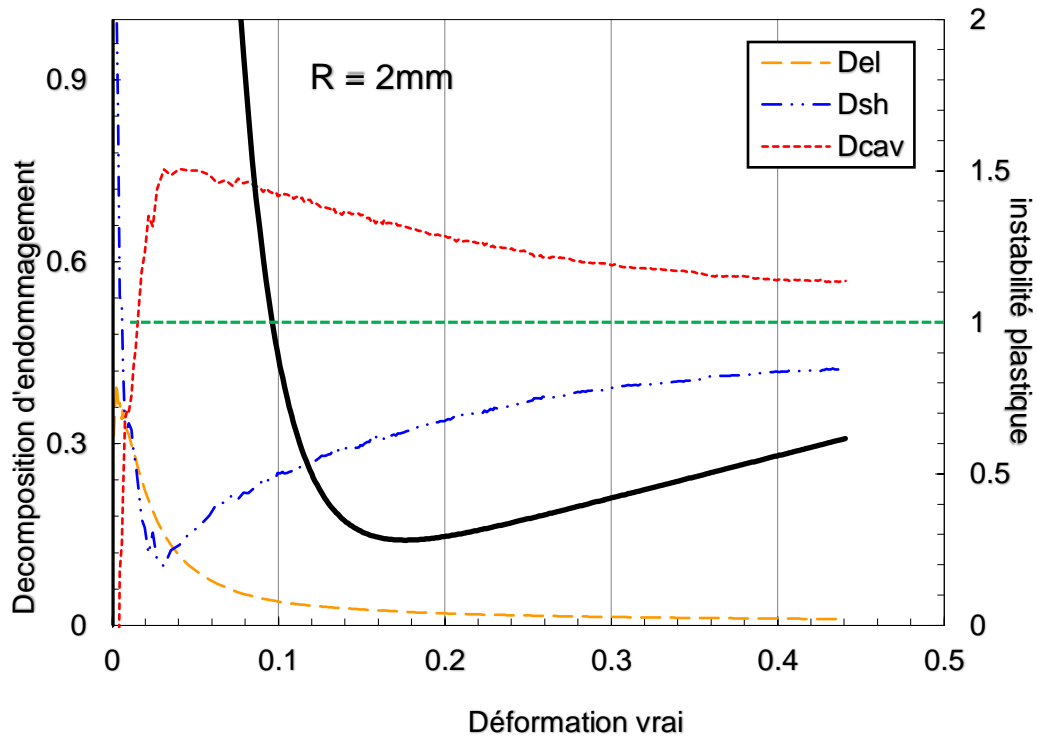
$$D = D_{cav} + D_{el} + D_{sh} \quad (III.37)$$

Sur la figure III-14, on peut voir que l'endommagement présente une augmentation transitoire à petites déformations avec un maximum de 0,05, au cours de laquelle il augmente à une valeur maximale. Ce pic est très influencé par l'effet de triaxialité.

Au-delà de la valeur critique de l'endommagement, il est essentiel d'interpréter la diminution observée après le pic (valeur max). Globalement, la diminution de l'endommagement dans notre polymère s'explique par l'évolution de la déformation volumique de la microstructure du PVC. Cependant, cette évolution dépend de l'effet de triaxialité. Nous concluons qu'il y a un endommagement plus important pour une triaxialité plus élevée.



# CHAPITRE III : Instabilités de déformation plastique du PVC



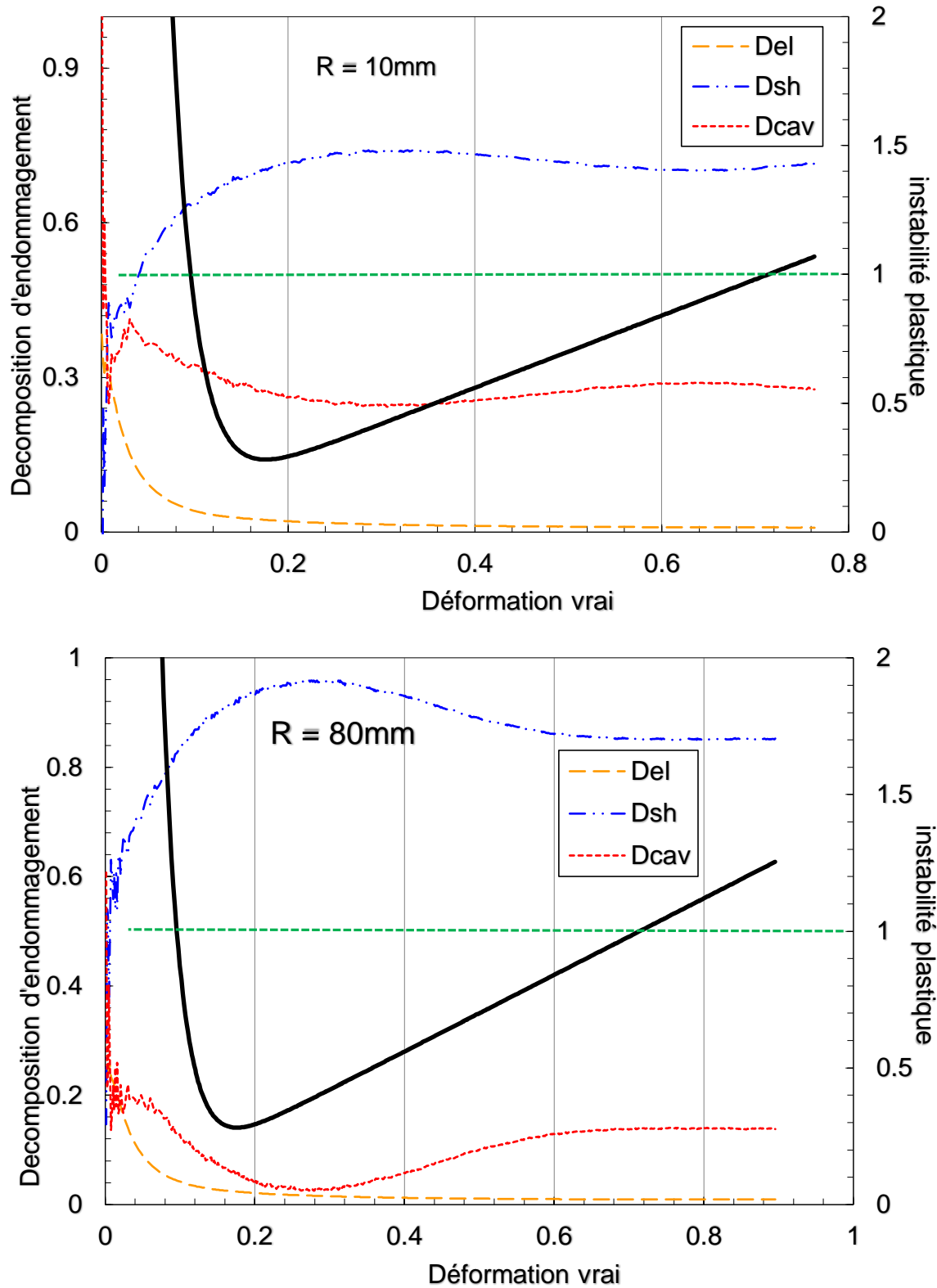


Figure III.14 : Evolution de l'endommagement par rapport à la contrainte axiale vraie.

### III.5 Conclusion

Le comportement mécanique en grande déformation plastique du Polychlorure de vinyle, (PCV) a été étudié à travers des résultats expérimentaux et des formules analytiques.

L'endommagement plastique du Polychlorure de vinyle PVC a été analysé à différents taux de triaxialité des contraintes et testé sous charge uni-axiale sur des éprouvettes plates entaillées. Le but de ce travail est de vérifier des valeurs spécifiques de triaxialité des contraintes dans la section transversale médiane et dans des conditions de contrainte planes.

Le matériau a été également testé par un système de mesure optique pour contrôler l'évolution du taux de déformation longitudinale et transversale. Pour bien décrire quantitativement l'endommagement du Polychlorure de vinyle PVC, on a déterminé l'évolution de la déformation volumique avec la décomposition de la déformation totale en une évolution de l'élasticité linéaire et des évolutions volumiques des vides couplées à une déformation de cisaillement. Il a été remarqué pour l'ensemble des tests, que le matériau subit des changements de volume significatifs lors de la déformation favorisée par des valeurs élevées du rapport de triaxialité des contraintes.

# Bibliographies

- [1] C.G'Sell, *Instabilités de déformation pendant l'étirage des polymères solides*. Revue de Physique Appliquée, 1988. **23**(6): p. 1085-1101.
- [2] Bartczak, Z., et al., *On the plastic deformation of the amorphous component in semicrystalline polymers*. Polymer, 1996. **37**(11): p. 2113-2123.
- [3] Frank, F.C., *The Strength and Stiffness of Polymers*. Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences, 1970. **319**(1536): p. 127-136.
- [4] Escaig, B., *The physics of plastic behaviour of crystalline and amorphous solids*. Ann. Phys., 1978. **3**: p. 207-220.
- [5] Argon, A.S. and M.I. Bessonov, *Plastic flow in glassy polymers*. Polymer Engineering & Science, 1977. **17**(3): p. 174-182.
- [6] Brown, N., *A theory of yielding of amorphous polymers at low temperature — a molecular viewpoint*. Journal of materials science, 1983. **18**(8): p. 2241-2254.
- [7] Li, J.C.M. and J.B.C. Wu, *Pressure and normal stress effects in shear yielding*. Journal of materials science, 1976. **11**(3): p. 445-457.
- [8] C. G'sell , J.J.J., *Yield and transient effects during the plastic deformation of solid polymers*. Journal of materials science 1981. **16**: p. 1956 - 1974.
- [9] C. G'sell , J.J.J., *Determination of the plastic behaviour of solid polymers at constant true strain rate*. Journal of materials science, 1979. **14**(3): p. 583-591.
- [10] J. J.Jonas, R.A.H., C. E.Coleman, , *Plastic stability in tension and compression*. Acta Metallurgica, 1976. **24**(10): p. 911-918.
- [11] BAKIR, S., *Instabilité plastique propagative dans les alliages aluminium-magnésium*. thèse, 1995.
- [12] Bridgman, P.W., *The stress distribution at the neck of a tension specimen*. Transactions of the American Society for Metals, 1944. **32**: p. 553-574.
- [13] Scodellaro, L., *Endommagement par cavitation du Polypropylène renforcé au choc par des particules d'élastomère*. thèse, 2001.

### CHAPITRE III : Instabilités de déformation plastique du PVC

---

- [14] Metals, A.S.f., *The Inhomogeneity of plastic deformation: papers presented at a seminar of the American Society for Metals, October 16 and 17, 1971* 1973: American Society for Metals.
- [15] C.G'sell , N.A.A.H.e.J.J.J., *Effect of stress triaxiality on neck propagation during the tensile stretching of solid polymers*. Journal of materials science 1983. **18**.
- [16] C. G'sell, A.M.-L., P. Gilorminiz and J. J. Jonas, *Flow localization and the determination of constitutive relations in highly drawn polymers: one-dimensional eulerian formulation of the effect of stress triaxiality*. Acta metall, 1985. **Vol. 33**: p. 759-770.
- [17] Selini, N., *Etude expérimentale et simulation numérique de l'effet de la triaxialité sur le comportement mécanique du PVC*. 2013. **Chapitre-II**: p. 56-93.
- [18] Bridgman, P.W., *The effect of nonuniformities of stress at the neck of a tension specimen*. Large Plastic Flow and Fracture, Metallurgy and Metallurgical Engineering Series, 1952: p. 9 - 37.
- [19] Bai, Y., *Effect of Loading History on Necking and Fracture*. 2008.
- [20] A.Marquez-Lucero, C.G.S., K. W. Neale, *Experimental investigation of neck propagation in polymers*. Polymer, 1989. **30**(4): p. 636-642.
- [21] Heikens, D., S.D. Sjoerdsma, and W.J. Coumans, *A mathematical relation between volume strain, elongational strain and stress in homogeneous deformation*. Journal of materials science, 1981. **16**(2): p. 429-432.

## *Chapitre IV*

### *Etude de la rupture du PVC*

### IV.1 Introduction

Les tuyaux extrudé est l'une des applications à grand volume les plus fermement établies pour un certain nombre de thermoplastiques. Parce que même les thermoplastiques les plus résistants sont susceptibles de se fracturer dans des conditions de forte contrainte et de vitesse de déformation élevée, L'un des critères les plus largement utilisés pour les évaluer consiste à étudier leur résistance à la fracture par impact. Bien que l'effet ne soit probablement pas le plus menaçant pendant le service, il est considéré comme imposant des conditions les plus critiques et les plus décisives au matériel.

L'historique des processus d'extrusion et de refroidissement au cours de la production de la conduite peut rendre les propriétés des matériaux sensiblement différentes de celles des plaques moulées par compression ou par injection à partir desquelles des éprouvettes SENB(single edge notched specimen) sont découpés [1]. Il est donc beaucoup plus pertinent de tester des éprouvettes découpées dans un tuyau et, pour les tuyaux de petit diamètre, celles-ci doivent être en forme d'arcs (1/2 pipe).

Nous présenterons dans ce chapitre, des simulations numériques sur la base du modèle de Norton. Son application au PVC nous permettra de confronter ce type d'approche aux données expérimentales que nous avons accumulées.

Dans cette étude nous nous intéressons à l'application de la mécanique linéaire élastique de la rupture (LEFM) aux polymères amorphe. Le but recherché est d'analyser le comportement en rupture des conduites en PVC en utilisant le code de calcul ABAQUS. Il s'agit de simuler des essais et de calculer les grandeurs mécaniques associées aux propriétés ultimes du matériau en se basant sur une approche globale de la mécanique de la rupture utilisant l'intégrale  $J$ . Une méthodologie incluant la modélisation à même de permettre un dimensionnement de telles structures par rapport à la nocivité des défauts en limitant au maximum les essais a été dégagée. Les résultats obtenus de l'avancement de fissure montrent une bonne corrélation avec ceux obtenus dans la théorie.

### IV.2 Critère de rupture

#### IV.2.1 Approche de la mécanique linéaire de la rupture

On peut obtenir une formulation conservative du critère de rupture en considérant le matériau comme élastique linéaire et en analysant le champ des contraintes à la pointe d'une fissure qui est une discontinuité présentant un rayon à son extrémité nul ou une acuité infinie. Cette analyse est basée sur une résolution par des méthodes classiques de l'élasticité. On considère dans ce qui suit, une fissure dont l'ouverture se fait dans un plan normal à la direction du chargement (mode I de rupture). Les composants des contraintes peuvent être présentés comme la somme de termes singuliers et réguliers.

$$\sigma_{ij} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} f_{ij}(\theta) + F_{ij}, \quad i, j = x, y, z \quad (\text{IV.1})$$

Les origines des systèmes de coordonnées cylindriques  $(r, \theta, z)$  et cartésiennes  $(x, y, z)$  sont situées à la pointe de la fissure. L'axe  $z$  coïncide avec le front de la fissure et l'axe  $y$  est normal au plan de la fissure ;  $r$  est la distance de la pointe d'une fissure ;  $f_{ij}(\theta)$  sont fonction uniquement de l'angle  $\theta$  ;  $F_{ij}$  est la somme des membres réguliers définissant l'état de contraintes du corps sous l'action des charges lointaines, autrement dit dans les endroits où on peut négliger l'influence de la concentration des contraintes provoquée par la présence de la fissure.

En raison de l'existence d'une singularité en  $1/\sqrt{r}$  donnée par le premier terme de la relation (IV.1), quand on s'approche de la pointe de la fissure ( $r \rightarrow 0$ ) ce terme devient prépondérant :

$$\sigma_{ij} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} f_{ij}(\theta) \quad (\text{IV.2})$$

La relation (IV.2) décrit l'état local de contraintes à la pointe de la fissure qui est le siège du processus de rupture. Pour cette raison la relation (IV.2) présente un grand intérêt



## CHAPITRE IV : Etude de la rupture du PVC

---

pour une théorie de la rupture fragile. C'est sur cette relation qu'est fondé le critère le plus important de la mécanique linéaire de rupture. On peut constater dans la relation(IV.2) que pour n'importe quel point repéré par ses coordonnées relatives à la pointe de la fissure, les valeurs des composantes de l'état local de contraintes sont définies par le seul paramètre  $K_I$ , appelé facteur d'intensité de contraintes. Il est alors naturel de faire l'hypothèse que la rupture se produira lorsque le paramètre  $K_I$  atteindra un certain niveau critique  $K_{Ic}$ . Caractéristique du matériau donné. La condition de la résistance à l'amorçage d'une rupture s'écrit :

$$K_I < K_{Ic} \quad (IV.3)$$

Le critère de rupture s'énonce :

$$K_I \geq K_{Ic} \quad (IV.4)$$

Dans le cas le plus général, la valeur du facteur d'intensité des contraintes dépend de la géométrie de la structure fissurée et du système de charges et s'écrit à l'aide de la relation :

$$K_I = \sigma \sqrt{\pi a} \cdot F_\sigma(a/w) \quad (IV.5)$$

Où  $\sigma$  est la contrainte d'ouverture ;  $a$  est la demi longueur de fissure ;  $F_\sigma(a/W)$  une fonction non dimensionnelle prenant en considération l'influence des frontières libres de la structure.

En particulier, dans le cas d'une plaque de largeur infinie et soumise à une traction  $\sigma$  pour une fissure traversant de longueur  $2a$  nous avons la valeur particulière  $F_\sigma(a/W)=1$ . Le calcul des valeurs du facteur d'intensité de contraintes  $K_I$  dans le cas le plus général est réalisé avec des méthodes numériques ou des méthodes simplifiées permettant d'estimer  $K_I$  avec une précision souhaitée.

Dans le critère de rupture présenté dans l'équation (IV.4), la grandeur  $K_{Ic}$  est une caractéristique du matériau appelée facteur d'intensité de contraintes critique. Elle se

## CHAPITRE IV : Etude de la rupture du PVC

---

détermine sur des éprouvettes assurant la réalisation de conditions de déformations planes en pointe de la fissure au moment critique car cette condition conduit à une valeur minimale donc conservative de la ténacité. La grandeur  $K_{Ic}$  caractérise la valeur minimale de la capacité du matériau de résister au développement de la rupture fragile ; les autres valeurs sont appelées  $K_c$ .

Le facteur d'intensité de contraintes critique  $K_{Ic}$  n'est pas le seul paramètre utilisé pour décrire la résistance à la rupture fragile ou ténacité. Un paramètre énergétique équivalent appelé taux d'énergie disponible  $G_I$  est utilisé. Ce paramètre est relié à l'énergie de déformations élastique stockée dans la structure au cours du chargement et défini comme le taux d'énergie accumulée libérée par incrément de propagation de la fissure. Le critère de rupture s'écrit alors sous la forme :

$$G_I \geq G_{Ic} \quad (IV.6)$$

Le sens physique du paramètre critique  $G_{Ic}$  est de représenter deux fois l'énergie surfacique de rupture  $\gamma$  car le développement d'une fissure crée deux nouvelles surfaces.

$$G_{Ic} = 2\gamma \quad (IV.7)$$

Le paramètre énergétique  $G_I$  est relié au facteur d'intensité de contraintes  $K_I$  par la relation simple :

$$G_I E' = K_I^2 \quad (IV.8)$$

Ici  $E' = E$  pour l'état de contraintes planes et  $E' = E / (1 - \nu^2)$  pour l'état de déformations planes ( $\nu$  est le coefficient de Poisson). La valeur du taux d'énergie disponible critique, comporte une composante représentant la dissipation d'énergie de création de nouvelles surfaces.

## CHAPITRE IV : Etude de la rupture du PVC

---

$$G_{Ic} = 2\gamma_{ef} = 2(\gamma + \gamma_{pl}) \quad (IV.9)$$

Où  $2\gamma_{ef}$  est l'énergie surfacique effective prenant en considération la présence de la zone de déformation plastique par le biais du terme  $\gamma_{pl}$ .

Les ténacités caractéristiques du matériau  $G_{Ic}$  et  $K_{Ic}$ . Sont strictement reliées entre elles par la relation (IV.8) si le terme de dissipation plastique est faible et donc la taille de zone plastique petite.

Pour les ruptures fragiles, un troisième critère de la mécanique linéaire de la rupture peut être utilisé. Il s'agit de l'écartement critique de fissure  $\delta_c$ .

Ce critère est basé sur le fait que l'ouverture ou écartement des lèvres de la fissure  $\delta$  sous chargement atteint à rupture une valeur critique.

$$\delta = \delta_c \quad (IV.10)$$

La grandeur  $\delta$  représente le déplacement mutuel de deux points définis de façon conventionnelle sur les bords opposés de la fissure et près de sa pointe. La grandeur  $\delta_c$  ou écartement critique de fissure est considérée comme une caractéristique de résistance à la rupture du matériau.

En raison de la configuration complexe des lèvres de la fissure, la grandeur  $\delta$  dépend essentiellement du choix des points de mesure opposés. Le choix de ces points est fonction du modèle mathématique utilisé pour le calcul de l'écartement de la fissure. Les différents modèles peuvent donner des valeurs différentes. En outre la détermination expérimentale de la valeur critique de l'écartement de fissure  $\delta_c$ . Présente des difficultés de mesure directe. Pour cela on utilise le plus souvent le bâillement des lèvres en des points situés loin de la pointe de fissure et en le convertissant avec un modèle géométrique ou mathématique. Ce problème complique l'utilisation pratique du critère  $\delta_c$ .

L'avantage du critère  $\delta_c$  sur les autres est sa possibilité d'extension dans le domaine des ruptures quasi fragiles et ductiles.

## CHAPITRE IV : Etude de la rupture du PVC

---

Dans le cadre de la mécanique linéaire de rupture, il existe une relation entre les paramètres  $K_I$ ,  $G_I$  et  $\delta$  :

$$\delta = \alpha K_I^2 / ER_{0,2} = \alpha(1 - \nu^2)G_I / R_{0,2} \quad (\text{IV.11})$$

où  $\alpha$  est le coefficient de la proportionnalité qui ici est égal à l'unité ;  $R_{0,2}$  est la limite d'élasticité conventionnelle du matériau.

### IV.2.2 Approche de la mécanique non linéaire de la rupture

Les critères de la mécanique linéaire de la rupture ne sont pas applicables quand la rupture du matériau est précédée par la formation à la pointe de la fissure d'une zone plastique importante. Un tel comportement du matériau ne correspond pas aux conditions suivantes : températures basses, vitesses de chargement élevé, charges cycliques de petite amplitude, fragilisation par l'hydrogène, corrosion sous tension, présence de milieux agressifs etc.

Cependant les conditions d'exploitation des tubes et les caractéristiques des aciers utilisés pour leur fabrication conduit à la possibilité à la loi de ruptures fragiles mais aussi ductiles. Les ruptures ductiles sont accompagnées par une déformation plastique considérable de la section du tube déjà affaiblie par la fissure.

Pour l'estimation et la prévention des risques de telles ruptures, on utilise d'autres critères de rupture plus généraux et capables de prendre en considération le comportement non linéaire du matériau à la pointe de la fissure.

On a noté la possibilité d'extension du critère  $\delta_c$ , au domaine des ruptures quasi fragiles et ductiles car en grandes déformations plastiques l'écartement  $\delta$  à la pointe de fissure est lié aussi au champ des déformations dans cette région. Il est possible de conserver la relation (IV.11) pour le calcul approché des valeurs de  $K_I$  et  $G_I$  à partir des valeurs de l'écartement  $\delta$ , mais avec un coefficient de proportionnalité qui varie dans l'intervalle  $0.26 \leq \alpha \leq 1.3$ .

## CHAPITRE IV : Etude de la rupture du PVC

---

Une estimation de ce coefficient peut être obtenue à partir d'un modèle d'écoulement plastique à la pointe de fissure. Cette valeur dépend alors fortement des caractéristiques de la déformation plastique et en particulier du coefficient d'écrouissage du celui-ci.

L'utilisation pratique du critère d'écartement critique de fissure  $\delta_c$ . En mécanique non linéaire de la rupture est réalisés dans les mêmes conditions.

L'intégrale énergétique  $J$  présente certains avantages sur le paramètre d'écartement de fissure  $\delta$ . Cette intégrale introduite initialement en mécanique non linéaire de rupture, peut également être utilisée en mécanique linéaire de rupture. Ce paramètre présente des avantages notamment la possibilité de mesure expérimentale directe (et assez simple) par traitement du diagramme « charge - déplacement le long de la ligne de chargement ». Comme le facteur d'intensité de contraintes, l'intégrale  $J$  caractérise des champs de contraintes et de déformations dans la région près de la pointe de fissure dans le domaine plastique du matériau.

Pour un comportement linéaire élastique du matériau, la relation entre le facteur d'intensité des contraintes  $K_I$  et l'intégrale énergétique  $J$  pour la fissure en mode I est :

$$J_I = G_I = K_I^2 / E' \quad (\text{IV.12})$$

Cette relation nous indique la signification physique de l'intégrale  $J$  qui n'est autre qu'une équivalence du paramètre  $G$ . Elle représente donc un taux de libération d'énergie de déformations élastiques lors de la croissance stable de la fissure.

En dehors du domaine d'applicabilité de la mécanique linéaire de rupture, une telle interprétation physique de l'intégrale  $J$  est perdue.

Cependant dans le domaine des déformations élasto-plastiques du matériau l'intégrale  $J$  demeure un paramètre caractérisant l'intensité des champs des contraintes et des déformations dans la région près de la pointe de la fissure. Cette propriété justifie son utilisation comme critère rupture de préférence au facteur d'intensité de contraintes. Pour le mode I de rupture, on peut noter :

$$J_I \geq J_{Ic} \quad (IV.13)$$

Où  $J_{Ic}$  est une ténacité du matériau, qui caractérise la croissance stable de fissure, mais aussi le démarrage de la rupture instantanée.

### IV.2.3 Détermination expérimentale des paramètres de ténacité statique

L'application des critères de mécanique linéaire et non linéaire de rupture nécessite dans la partie droite du critère de rupture d'introduire une caractéristique de ténacité le plus souvent statique de type :  $K_{Ic}$ ,  $G_{Ic}$ ,  $J_{Ic}$ ,  $\delta_c$ . Pour la détermination expérimentale de ces grandeurs, on utilise des éprouvettes de différents types. En fonction de la caractéristique de ténacité recherchée, les éprouvettes doivent satisfaire à certaines spécifications car la détermination des caractéristiques mentionnées des aciers sous chargement statique est réglementée par des normes.

Pour le choix de l'éprouvette, il est important de prendre en considération la nature de la structure, les conditions d'exploitation, l'anisotropie du métal. Le choix de l'éprouvette dépend de la direction de prélèvement car il est souvent nécessaire de mesurer les caractéristiques de la ténacité dans deux ou trois directions. Le problème de la possibilité de découper dans le tube, une éprouvette d'assez grandes dimensions se pose fréquemment.

Les caractéristiques de ténacité des matériaux  $K_{Ic}$ ,  $G_{Ic}$ ,  $J_{Ic}$ ,  $\delta_c$ , déterminée se l'on certaines conditions précisées dans les Normes sont liées entre elles. En particulier, dans le cadre de l'applicabilité de la théorie linéaire de l'élasticité ce lien est défini par les relations :

$$\begin{cases} \delta_c = \alpha K_{Ic}^2 / E \sigma_{0,2} = \alpha (1 - \nu^2) G_{Ic} / \sigma_{0,2} \\ J_{Ic} = G_{Ic} = K_{Ic}^2 / E' \end{cases} \quad (IV.14)$$

## CHAPITRE IV : Etude de la rupture du PVC

---

Cependant, il faut indiquer que les méthodes normalisées de mesure des caractéristiques de ténacité conduisent à certaines différences dans les valeurs obtenues. Ces différences peuvent trouver leur origine dans les diverses définitions du point critique, c'est-à-dire le départ de la propagation de la fissure. Les valeurs expérimentales de  $K_{Ic}$ , obtenues directement par expérience est par conversions des valeurs de  $J_{Ic}$  obtenue par d'autres expérience selon la relation  $K_{Ic} = \sqrt{EJ_{Ic}/(1 - \nu^2)}$  sont différentes.

De façon similaire, on peut convertir les valeurs caractéristiques  $K_{Ic}$  et  $J_{Ic}$  avec l'écartement critique de la fissure  $\delta_c$ , et obtenir des résultats différents.

Les facteurs influant sur les paramètres de la ténacité des aciers peuvent se diviser en facteurs liés aux caractéristiques métallurgiques des matériaux et aux conditions du chargement (température, vitesse du chargement, milieu environnant, etc...). L'influence de ces différents facteurs se manifeste de façon spécifique mais le plus influent est sans nul doute la température qui conditionne le phénomène de passage « rupture ductile - rupture fragile » La température de passage ente les domaines fragile et ductile porte le nom de température de transition.

La température de transition du mode de rupture est caractéristique des polymères utilisés. L'abaissement de température se traduit par le passage du matériau à un état plus fragile. On distingue une première température de transition  $T_1$  qui détermine le changement brusque de propagation qui fait passer d'un aspect de surface granulaire à un faciès fibreux. La deuxième température de transition  $T_2$  détermine le changement brusque de la nature de l'amorçage et par voie de conséquence une augmentation brusque avec la température, de la ténacité  $K_{Ic}$  et de la contrainte à la rupture  $\sigma_r$  de l'éprouvette fissurée.

Entre deux températures existe pratiquement toujours l'inégalité  $T_2 < T_1$ . Ces deux températures de transition divisent les états du matériau en fonction de la température  $T$  et du travail de rupture en état fragile  $T < T_2$ , quasi fragile à  $T_2 < T < T_1$  et ductile à  $T > T_1$ .

Le dimensionnement d'une construction est basé sur le critère suivant : la température minimale en service doit être plus élevée que les deux températures de transition. Dans ce cas, on peut affirmer que la réserve de ductilité à rupture est suffisante

## CHAPITRE IV : Etude de la rupture du PVC

---

pour se prémunir du risque de rupture fragile. Cependant la détermination expérimentale des températures de transition est délicate puisque elles dépendent sensiblement des dimensions de l'éprouvette, de la longueur de fissure, du type d'état de contraintes etc. Ce fait conduit à la nécessité d'introduire des facteurs de réserve sur les températures  $\Delta T_1 = T - T_1$  et  $\Delta T_2 = T - T_2$ . Dans le cas où il est impossible d'assurer cette réserve sur les températures ou si elle a une valeur négative, il est nécessaire de dimensionner la construction par les méthodes de la mécanique linéaire de rupture compte tenu du risque de rupture dans le domaine fragile ou par les méthodes de la mécanique non linéaire dans le domaine quasi fragile.

Dans notre étude, nous proposons une méthode de descriptions de la mécanique élasto-plastique des ruptures en la considérant comme le passage progressif entre deux états limites : la rupture en régime linéaire élastique et la ruine plastique. La méthode que l'on a décrite précédemment faisait l'hypothèse d'un passage brusque entre ces deux états limites et peut être considérée comme faisant partie de ces méthodes. Cette méthode est le diagramme intégrité-rupture (DIR).

### IV.3- Critère de dimensionnement contre le risque de rupture.

#### IV.3.1 Diagrammes Intégrité-rupture (D.I.R)

Toute rupture élastoplastique est caractérisée par un point dans un diagramme : ténacité non dimensionnelle  $k_r$ , contrainte non dimensionnelle  $S_r$  [2].

Le paramètre  $k_r$ , était défini initialement comme le rapport du facteur d'intensité de contraintes équivalent élastique sur la ténacité apparente.

$$K_r = \frac{K_{Ie}}{K_C^*} \quad (\text{IV.15})$$

La contrainte non dimensionnelle  $S_r$ , est définie comme le rapport de la contrainte globale  $\sigma_g$  sur la limite d'écoulement  $R_c$  (qui peut être choisie comme la moitié de la somme



## CHAPITRE IV : Etude de la rupture du PVC

---

de la limite d'élasticité  $R_e$  et la résistance ultime  $R_m$ , ou la limite d'écoulement traditionnelle  $R_c = (R_e + R_m)/2$ .

$$S_r = \frac{\sigma_g}{R_c} \quad (\text{IV.16})$$

En plasticité confinée les paramètres  $k_r$ , et  $L_r$ . sont définis de la façon suivante :

$$K_r = \frac{K_{ap}}{K_{Ic}}; L_r = \frac{P}{P_L} \quad (\text{IV.17})$$

$K_{ap}$  facteur d'intensité de contraintes corrigé pour tenir compte de la plasticité avec une correction de zone plastique,  $K_{Ic}$  la ténacité,  $P$  la charge et  $P_L$  la charge limite.

Les extensions de la mécanique de la rupture sont à l'origine de la définition du paramètre  $K_c$ .

On peut définir pour toute rupture élastoplastique un facteur d'intensité de contrainte équivalent élastique même si les conditions de validité ne sont pas respectées en utilisant la formule.

$$K_{Ie} = \sigma_g * \sqrt{\pi a} * F_\sigma(a/w) \quad (\text{IV.18})$$

La ténacité apparente (élastoplastique  $K_c^*$  est beaucoup plus élevée. Elle se déduit par définition du facteur d'intensité de contraintes équivalent élastique critique par la correction.

$$K_c^* = K_{Ie}^c * \sqrt{\Phi} \quad (\text{IV.19})$$

$\Phi$  est un facteur de correction qui est pris par sa racine carrée pour avoir une cohérence de notation quand la ténacité est définie par un paramètre énergétique.

Il existe toutefois d'autres façons de définir la ténacité apparente et notamment en faisant une correction de plasticité qui peut être celle de la longueur effective de fissure.

$$a_{ef} = a + r_y \quad (\text{IV.20})$$

Dans le cas de la correction de plasticité d'Irwin :

## CHAPITRE IV : Etude de la rupture du PVC

---

$$r_y = \frac{1}{2\pi} \left( \frac{K_{Ie}}{R_e} \right)^2 \quad (\text{IV.21})$$

La ténacité apparente selon Irwin est définie par :

$$K_C^* = \sigma_g^C * \sqrt{\pi a_{ef}} * F_\sigma(a/w) = \sigma_g^C * \sqrt{\pi(a + r_y)} * F_\sigma(a/w) \quad (\text{IV.22})$$

$F_\sigma(a/W)$  est un facteur de correction géométrique.

Le facteur de correction appelé  $\Phi_0$  est égal à :

$$\Phi_0 = 1 + \left( \frac{\sigma_g}{R_e} \right)^2 \quad (\text{IV.23})$$

Le paramètre  $k_r$  est alors égal à :

$$K_r = \frac{1}{\sqrt{\Phi_0}} \quad (\text{IV.24})$$

La correction de plasticité peut être apportée par le modèle de Dugdale et le facteur de correction appelé  $\Phi_1$  vaut alors :

$$\Phi_1 = \sec \left( \frac{\pi * \sigma_g}{2R_e} \right) \quad (\text{IV.25})$$

Similairement  $k_r$ , vaut :

$$K_r = \frac{1}{\sqrt{\Phi_1}} \quad (\text{IV.26})$$

La même méthode couplée est à l'origine de la courbe d'interpolation du diagramme R6. L'écartement critique de fissure obtenu par le modèle de Dugdale est égal à :

$$\delta_c = 2 \left( \frac{8R_e}{\pi E} \right) * a * \ln \sec \left( \frac{\pi * \sigma_g}{2R_e} \right) \quad (\text{IV.27})$$

La ténacité apparente selon Heald Spink et Worthington est donnée par :

$$K_{HSW}^* = \delta_c * R_e * E = \pi * \sigma_g^2 * a * \Phi_2 \quad (\text{IV.28})$$

Le facteur de correction  $\Phi_2$  vaut :

$$\Phi_2 = 2 \left( \frac{\pi \cdot \sigma^c_g}{2R_e} \right)^2 \ln \sec \left( \frac{\pi \cdot \sigma_g}{2R_e} \right) \quad (\text{IV.29})$$

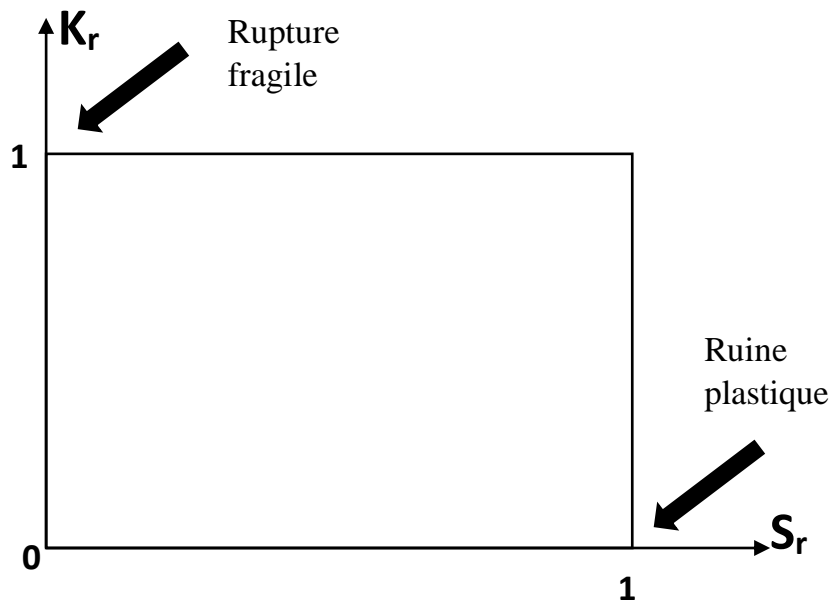
Et  $K_r$

$$k_r = \frac{1}{\sqrt{\frac{8}{\pi^2} \ln \sec \left( \frac{\pi S_r}{2} \right)}} \quad (\text{IV.30})$$

Avec  $S_r = \sigma_g/R_e$

### IV.3.2 Principe de diagramme Intégrité rupture

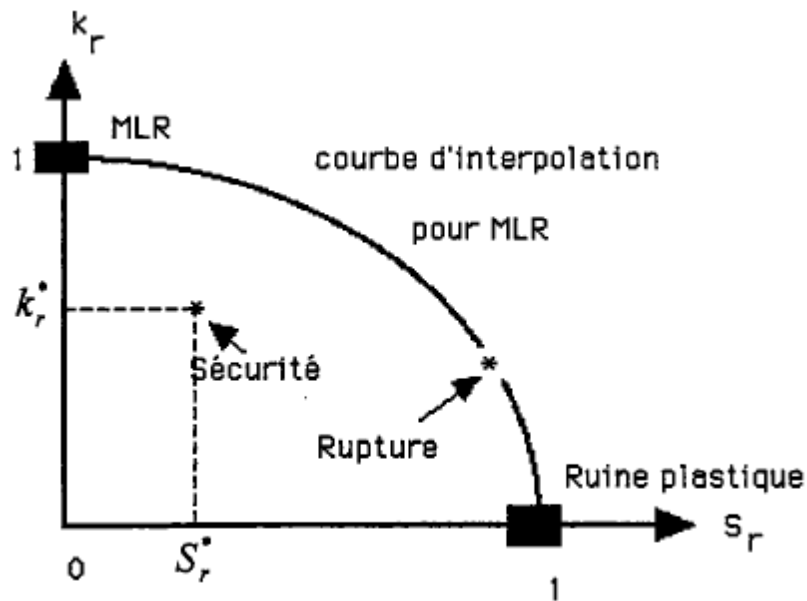
L'ensemble des points se place sur une courbe d'interpolation entre deux états limites typés : rupture fragile [ $k_r = 1 ; S_r = 0$ ] ; ruine plastique [ $k_r = 0 ; S_r = 1$ ].



**Figure IV.1** Etats limites de référence et positionnement dans le diagramme ( $k_r ; S_r$ ).

## CHAPITRE IV : Etude de la rupture du PVC

Le point de fonctionnement d'une structure est représenté par un point coordonnées  $k_r^+$  et  $S_r^+$  Si ce point est à l'intérieur du diagramme délimité par la courbe d'interpolation ; la structure conserve son intégrité. Si le point calculé est en dehors de cette zone, la rupture se produit et le point de fonctionnement se trouve sur la courbe d'interpolation.



**Figure IV.2** Diagramme intégrité-rupture, définition de la zone de sécurité

### IV.3.3 Formules d'interpolation entre les états limites de référence

De nombreuses courbes d'interpolation ont été proposées. Le tableau suivant présente quelques équations représentatives. Elles sont reportées dans le tableau IV.1. Toutefois actuellement, seules sont utilisées celles des méthodes EPRI, R6 et RCC MR.

Irwin	$K_C^* = \frac{\sigma_g^c \sqrt{\pi a}}{\sqrt{\left[1 - \frac{(\sigma_g^c / \sigma_0)}{2}\right]}}$	$K_r = \sqrt{\left[1 - \frac{S_r^2}{2}\right]}$
-------	---	---

## CHAPITRE IV : Etude de la rupture du PVC

Dugdale	$K_D^* = \sqrt{8R_e^2 \cdot \left(\frac{a}{\pi}\right) \cdot \ln\left(\frac{1}{\cos\left(\frac{\pi \cdot \sigma_g^c}{2R_e}\right)}\right)}$	$K_r = \frac{1}{\sqrt{\frac{8}{\pi^2} \cdot \ln\left(\frac{1}{\cos\left(\frac{\pi \cdot S_r}{2}\right)}\right)}}$
Newmann	$K_N^* = \sigma_N^c \cdot \sqrt{\pi a}$	$k_r = 1 - m_N \cdot S_r$
R6	$K_c^* = \sigma_g^c \cdot \sqrt{\pi \cdot a_{eff}}$	$K_r = (1 - 0.14 S_r^2) \cdot [0.3 + 0.7 \exp(-0.65 S_r^6)]$
Tangent stress	$K_c^* = \sigma_g^c \sqrt{\pi a} \cdot F_\sigma \left(\frac{a}{W}\right) \sqrt{\left[\left(\frac{\sigma_g^c}{\sigma_0}\right)^2 + \alpha \left(\frac{\sigma_g^c}{\sigma_0}\right)^{n+1}\right]}$	$K_r = \frac{S_r}{\sqrt{S_r^2 + \alpha \cdot S_r^{n+1}}}$
E.P.R.I	$K_j^* = \sqrt{E \cdot J_{el}(a_0) \cdot \left(\frac{P}{P_L}\right)^2 + E \cdot J_{pl}(a, n) \cdot \left(\frac{P}{P_L}\right)^{n+1}}$	$K_r = \frac{S_r}{\sqrt{H_e S_r^2 + H_n S_r^{n+1}}}$
NUREG-0744	$K_c^* = \frac{\sigma_g^c \sqrt{\pi a} \cdot F_\sigma \left(\frac{a}{W}\right)}{\sqrt{\left[\frac{1 - F_\sigma^2}{\beta \left(\frac{\sigma_g^c}{\sigma_0}\right)^2}\right]}}$	$K_r = \left[1 - \frac{F_\sigma^2}{\beta (S_r)^2}\right]$
RCC-MR	$J_{pl} = J_{el} \cdot K_{A16}$	$K_r^c = \sqrt{\frac{1}{A}} = \frac{1}{\sqrt{\left(\frac{E \cdot \varepsilon_{ref}}{\sigma_{ref}}\right) \cdot \left[\frac{\left(\frac{\sigma_{ref}}{R_e}\right)^2 \cdot \sigma_{ref}}{2E \cdot \varepsilon_{ref}}\right]}}$

**Table IV.1** Les équations Proposées pour le diagramme intégrité-Rupture[2].

Dans les méthodes les plus utilisées les paramètres  $k_r$ , et  $L_r$ , sont définis par :

$$K_r = \sqrt{\frac{J_{ap}}{J_{Ic}}} \quad L_r = \frac{P}{P_L} = \frac{\sigma_{ref}}{\sigma_0} \quad (IV.31)$$

## CHAPITRE IV : Etude de la rupture du PVC

---

$\sigma_0$  est la contrainte de référence, c.à.d. soit la limite d'élasticité soit la demi somme de la limite d'élasticité et de la résistance ultime.

$J_{ap}$  est déterminé de la façon suivante :

On fait l'hypothèse que l'intégrale  $J$  se décompose en une partie élastique et une partie plastique  $J = J_{el} + J_{pl}$ .

La partie élastique de l'intégrale  $J$  est calculée à partir du facteur d'intensité de contraintes élastique.

$$J_{el} = \frac{[K_I(a_{ef})]^2}{E^*} \quad (IV.32)$$

Avec :

$$r_y = \frac{1}{\beta\pi} \frac{n-1}{N+1} \frac{[K_I(a_{ef})]^2}{\sigma_0} \quad (IV.33)$$

L'intégrale  $J_{pl}$  peut être calculée directement numériquement en faisant l'hypothèse que le matériau obéit à la loi de Ramberg-Osgood.

$$\frac{\varepsilon}{\varepsilon_0} = \frac{\sigma}{\sigma_0} + \alpha \left( \frac{\sigma}{\sigma_{\lambda}} \right)^n \quad (IV.34)$$

Avec  $\sigma_0$  la contrainte de référence,  $E$  le module de Young,  $\varepsilon_0 = \sigma_0 / E$ ,  $n$  le coefficient d'écroutissement et  $\alpha$  un coefficient de la loi de comportement.

$$J_{pl} = \alpha \varepsilon_0 \sigma_0 \left( \frac{a}{w}, n \right) \left( \frac{p}{p_0} \right)^{n+1} \quad (IV.35)$$

$P$  est la charge appliquée,  $P_0$  un chargement de référence,  $a$  la longueur de fissure et  $W$  l'épaisseur de l'éprouvette.

La difficulté de cette méthode réside dans le fait que la loi de comportement réelle du matériau obéit rarement dans sa totalité à la loi de Ramberg-Osgood. Ce problème entraîne des erreurs entre les résultats de calculs et les estimations de  $J$  fournies par le

## CHAPITRE IV : Etude de la rupture du PVC

---

formulaire E.P.R.I. Il ne permet pas non plus les extrapolations linéaires pour des cas de géométries ou de valeurs du coefficient d'érouissage non prévus dans l'ensemble des formulations proposées par l'EPRI avec une loi de Ramberg-Osgood unique. Le calcul n'est donc effectué que dans une plage limitée de la loi de comportement.

### Estimation de $J_{pl}$

Afin de limiter les erreurs liées à la modélisation de la loi de comportement, Ainsworth a proposé d'estimer la loi de comportement réelle en introduisant la notion de contrainte de référence. Cette méthode permet d'estimer  $J_{pl}$  par une méthode basée sur la relation générale suivante :

$$J_{pl} = J_{el} * \text{correction} \quad (\text{IV.36})$$

- Dans la méthode d'Ainsworth, base de la méthode EPRI la correction se présente sous la forme :

$$J_{pl} = J_{el} * \left( \frac{E \varepsilon_{ref}}{\sigma_{ref}} + \phi \right) \quad (\text{IV.37})$$

- Dans la méthode R6 sous la forme :

$$J_{pl} = \frac{J_{el}}{(k_r - \rho)^2} \quad (\text{IV.38})$$

- Dans la méthode A16 du RCC-MR par :

$$J_{pl} = J_{el} * K_{A16} \quad (\text{IV.39})$$

### IV.3.4 procédure des essais de base et les mesures $J_{IC}$

Soit un corps fissuré soumis à un chargement mécanique. L'intégrale  $J$  est définie pour les problèmes à deux dimensions et est égale à (Figure IV.3) :

$$J = \int_{\Gamma} W dy - t \frac{\partial u}{\partial x} ds \quad (\text{IV.40})$$

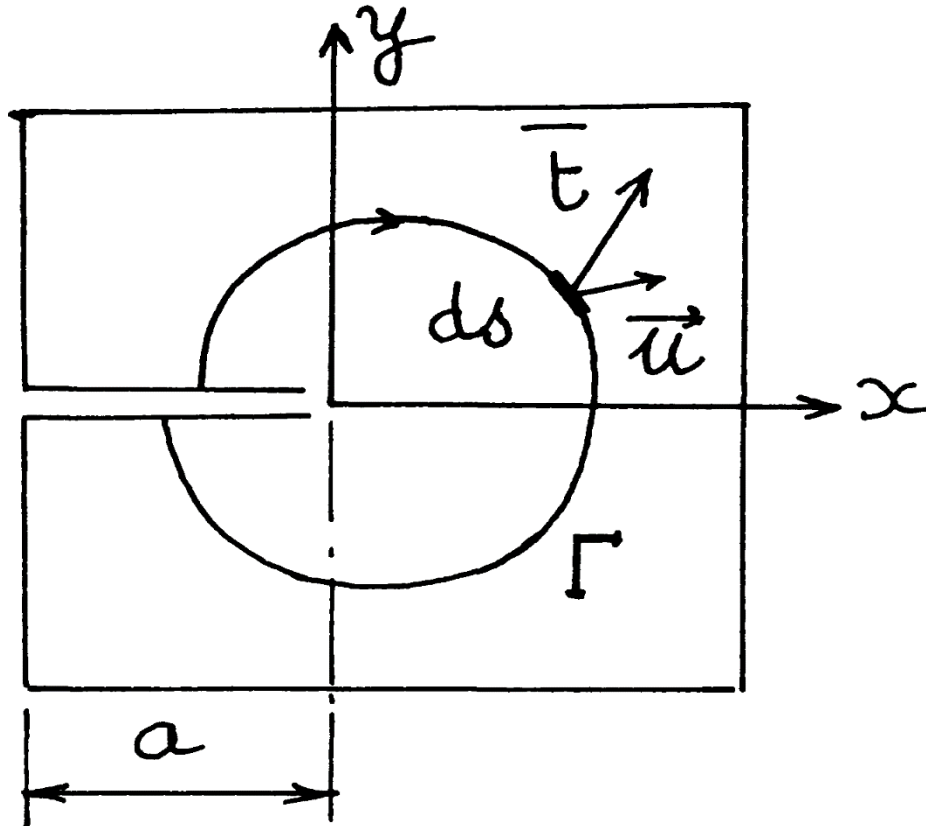


Figure IV.3 Contour  $\Gamma$ .

Avec :

$\Gamma$  : contour quelconque entourant l'extrémité de la fissure, partant du bord inférieur de la fissure et allant au bord supérieur, de normale  $n$  et d'élément d'arc  $ds$  ;

Pour les matériaux à comportement élastique, linéaire ou non linéaire, Rice a montré que  $J$  possède les deux propriétés suivantes [3] :



## CHAPITRE IV : Etude de la rupture du PVC

---

1)  $J$  est indépendant du contour  $\Gamma$  choisi.

2)  $J$  est relié à la variation d'énergie potentielle associée au passage de la fissure de la longueur  $a$  à la longueur  $a + da$ , dans des conditions de chargement fixées :

$$J = -\frac{1}{B} \frac{\partial U}{\partial a} \quad (\text{IV.42})$$

Avec :

$U$  : énergie potentielle du système formé par la pièce et les agents qui la sollicitent ;

$B$  : épaisseur de la pièce.

Cette propriété, illustrée pour un solide soumis à un déplacement imposé  $\Delta$  ou à un effort imposé  $P$ , à permet de mettre en évidence une relation entre  $J$  et le facteur d'intensité de contrainte en mode I,  $K_I$  [4]:

- en déformation plane :

$$J = \frac{1-\nu^2}{E} K_I^2 \quad (\text{IV.43})$$

-en Contrainte plane :

$$J = \frac{K_I^2}{E} \quad (\text{IV.44})$$

Avec :  $E$  module d'Young et  $\nu$  coefficient de Poisson du matériau.

$U$  peut être calculé à partir des enregistrements des déplacements aux points d'application des efforts, lors de la mise en charge. Rice [3] a montré que  $J$  se calcule simplement lorsque la croissance de la fissure se produit :

- soit sous un déplacement  $d$  imposé, où  $J$  se relie à l'énergie élastique de déformation  $U$  (Figure IV.4-a)

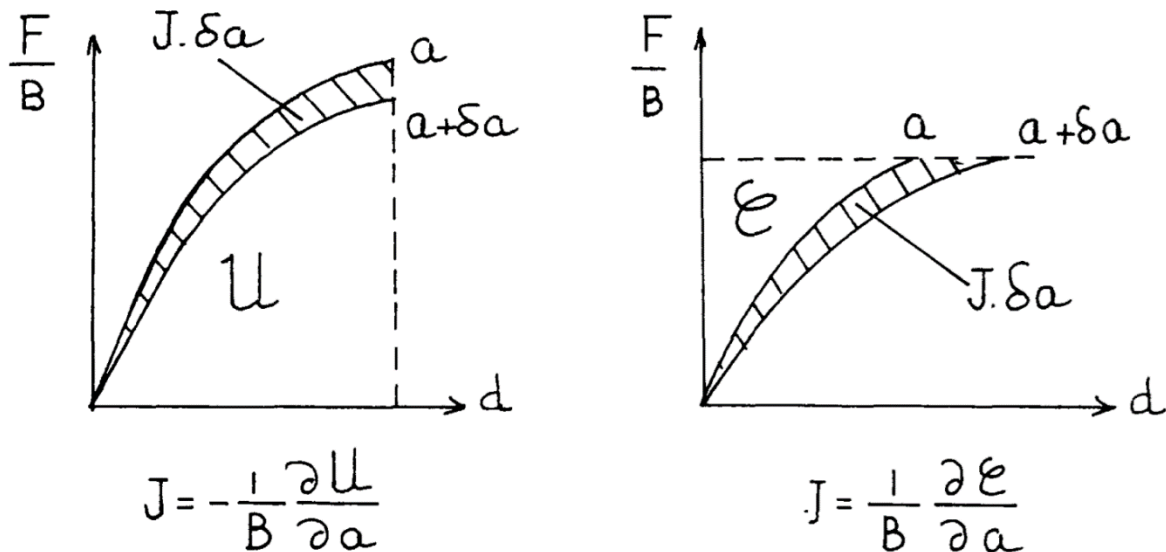
$$\begin{cases} J = -\frac{1}{B} \frac{\partial U}{\partial a} \\ U = \int_0^d F \underline{d}d \end{cases} \quad (\text{IV.45})$$

## CHAPITRE IV : Etude de la rupture du PVC

( $d$  désigne le symbole de différenciation) ;

- soit sous une force  $F$  imposée, où  $J$  se relie à l'énergie complémentaire  $C$  (Figure IV.4-b) :

$$\begin{cases} J = \frac{1}{B} \frac{\partial C}{\partial a} \\ C = \int_0^F d\underline{d}F \end{cases} \quad (\text{IV.46})$$



**Figure IV.4** Méthodes de calcul de  $J$  pour les cas de déplacement et de force imposée[4].

Rice [3] a montré que ces propriétés peuvent être étendues aux matériaux élasto-plastiques dans le cadre de la théorie finie de la plasticité, en se limitant au cas des chargements constamment croissants pour lesquels le formalisme des équations de comportement est le même que pour les matériaux élastique non linéaires.

La grandeur  $U$  définie par l'équation. (IV.42), n'es plus une énergie potentielle, mais se calcule, formellement de la même façon que dans le cas élastique à partir des enregistrements des déplacements de points d'application des efforts lors de la mise en charge. Les principes de mesure de  $J$ , définis par les relations (IV.45) et (IV.46), restent inchangés.

## CHAPITRE IV : Etude de la rupture du PVC

---

Turner [5] a exprimé dans le cas des matériaux à comportement élasto-plastique, le paramètre  $J$  sous une forme additive de deux composantes. Une énergie élastique ( $J_e$ ), et une énergie plastique ( $J_p$ ) sous la forme suivante :

$$J = J_e + J_p = \frac{(\eta_e U_e + \eta_p U_p)}{Bb} \quad (\text{IV.47})$$

Où:

$\eta$  est un facteur de proportionnalité (de correction dépendant de la géométrie d'éprouvette, Pour une éprouvette ARQUEE, le facteur de proportionnalité plastique est donné par la relation suivante :

$$\eta = 1.526 + 1.805*(b/W)$$

$U_e$  le travail élastique effectué,  $U_p$  le travail plastique effectué,  $Bb$  la zone du ligament avec l'épaisseur  $B$  et largeur  $b$  égale à  $(W - a)$ ,  $a$  la longueur de la fissure.

La composante élastique  $J_{el}$  dans Eq. (IV.47) peut être remplacé par  $[(1 - \nu^2)/E]K_I^2$  où  $K_I$  est le facteur d'intensité de contrainte. Ainsi, Eq. (IV.47) peut être exprimé on :

$$J = \left[ \frac{(1-\nu^2)}{E} \right] K_I^2 + \frac{\eta U_p}{Bb} \quad (\text{IV.48})$$

### IV. 4 Analyse numérique

#### IV.4. 1 Présentation du code de calcul Abaqus/CAE™

Abaqus/CAE™ est un code de calcul qui résout les problèmes de divers champs par la technique des éléments finis (M.E.F). Dans ce cadre il présente un système complet intégrant non seulement les fonctions de calculs proprement dites mais également les fonctions de construction du modèle (pré-processeur) et les fonctions de traitement des résultats (posttraitement).

## CHAPITRE IV : Etude de la rupture du PVC

Abaqus/CAE™ est un programme qui traite des problèmes d'élasticité linéaire dans les domaines statiques et dynamiques, des problèmes non linéaire, des problèmes thermiques etc...

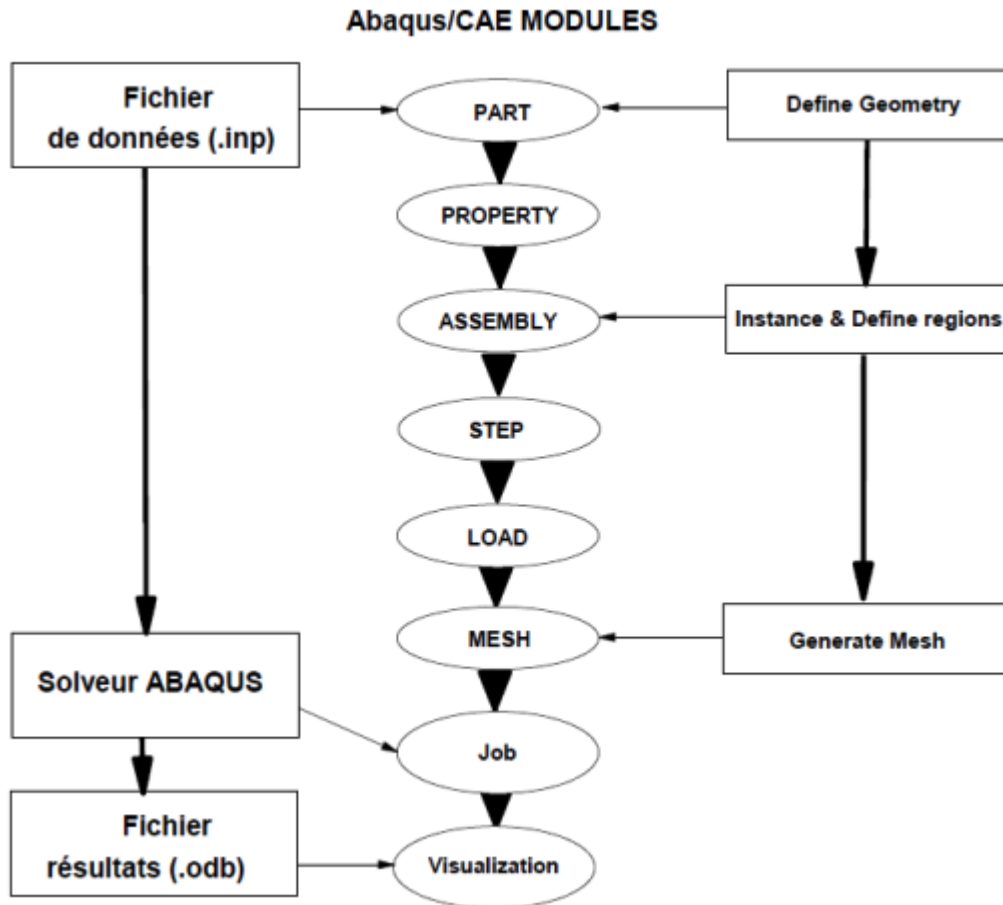


Figure IV.5 Étapes à suivre pour la programmation.

La résolution complète d'un calcul numérique s'effectue après un passage successif dans les modules suivants :

Part, Property, Assembly, Step, Interaction, Load, Mesh, Job (pour lancer le calcul). Dans le code de calcul Abaqus le fichier de données avec une extension (.inp) décrit les géométries, les matériaux, les conditions aux limites et le fichier de résultats avec l'extension (.odb) décrivent les contours et les courbes.

## CHAPITRE IV : Etude de la rupture du PVC

---

### IV.4. 2 Système d'unités dans le code de calcul Abaqus

Comme dans beaucoup de logiciels, il n'ya pas de système d'unités fixé. C'est à l'utilisateur de définir son propre système, Le tableau IV.2 présente les différentes unités pour la résolution d'un problème mécanique avec le code Abaqus.

<i>Quantité</i>	<i>SI</i>	<i>SI (mm)</i>	<i>US unité (ft)</i>	<i>US unité (inch)</i>
<i>Longueur</i>	m	mm	ft	in
<i>Force</i>	N	N	lbf	lbf
<i>Masse</i>	Kg	Tonne (10 <sup>3</sup> Kg)	slug	lbf s <sup>2</sup> /in
<i>Temps</i>	S	S	S	S
<i>Contrainte</i>	Pa (N/m <sup>2</sup> )	Mpa (N/mm <sup>2</sup> )	Lbf/ft <sup>2</sup>	Psi (lbf/in <sup>2</sup> )
<i>Energie</i>	J	mJ (10 <sup>-3</sup> J)	ft lbf	in lbf
<i>Densité</i>	Kg/m <sup>3</sup>	Tonne/mm <sup>3</sup>	Slug/ft <sup>3</sup>	Lbf s <sup>2</sup> /in <sup>4</sup>

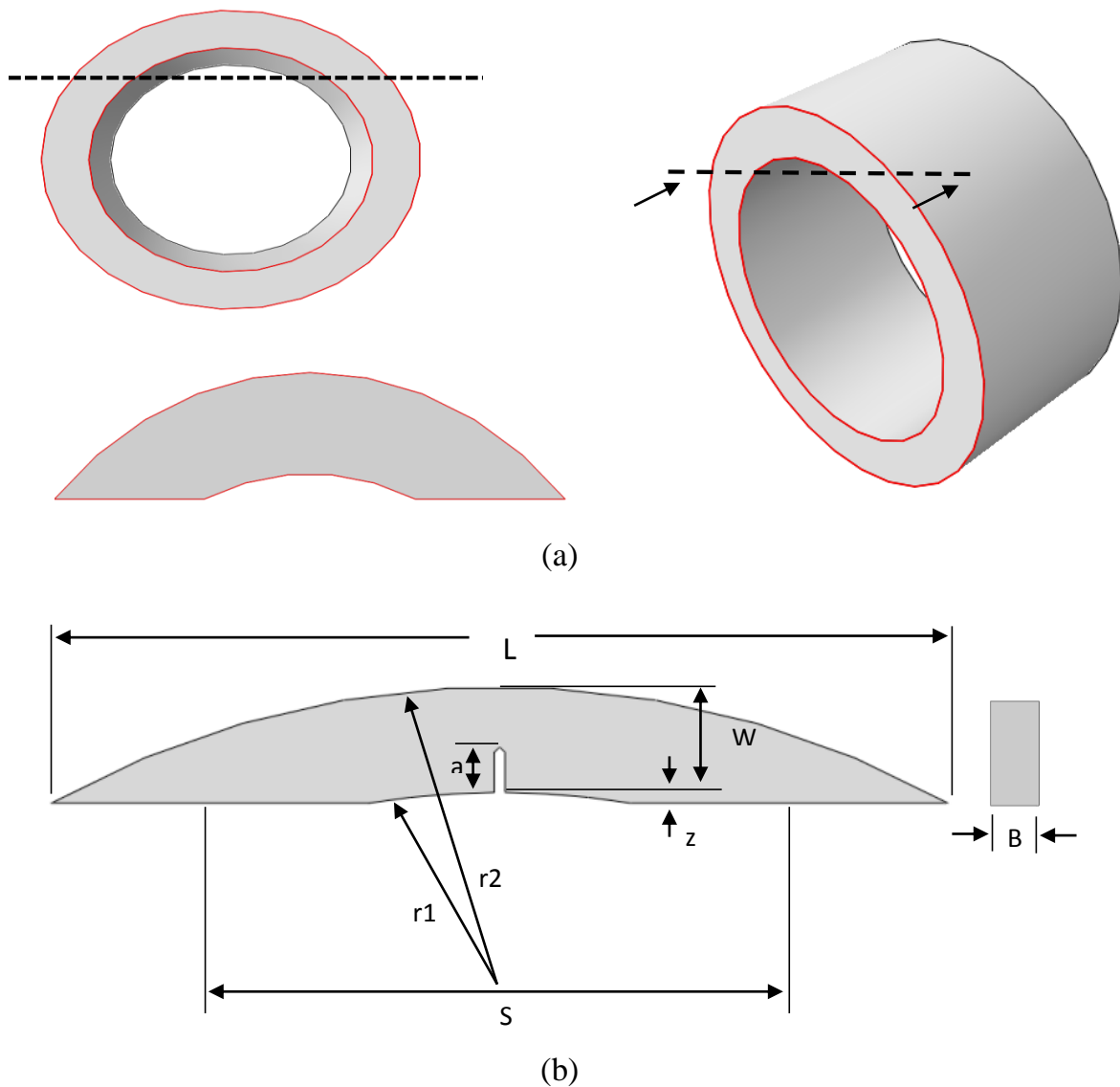
**Table IV.2** Système d'unités pour la programmation.

### IV.4.3 Géométrie d'éprouvette

Afin d'analyser le comportement mécanique à la rupture en grandes déformations des conduites en PVC, les simulations numériques ont été faites sur une éprouvette ARQUEE sous un chargement de traction. Plusieurs auteurs ont recommandé l'utilisation de ce type d'éprouvette pour caractériser la résistance à la rupture des conduites à travers des approches énergétiques comme l'intégrale  $J$  [6, 7].

## CHAPITRE IV : Etude de la rupture du PVC

Les géométries étudiées sont conçus selon la norme ASTM E399-90. La structure comporte un défaut sous forme d'entaille axisymétrique débouchant de l'éprouvette. Le défaut est caractérisé par les deux dimensions suivantes : la profondeur du défaut mesurée longitudinalement  $a$  et le rayon d'entaille  $\rho$ . Les caractéristiques géométriques de l'éprouvette et le défaut sont représentées en figure IV.6. Toutes les dimensions sont exprimées en millimètre et l'épaisseur  $W = 7$  mm



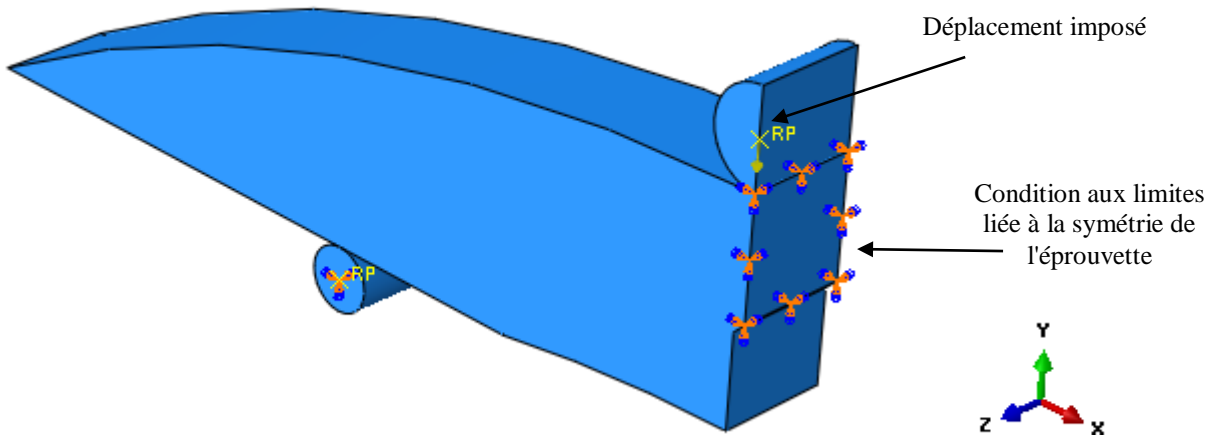
**Figure IV.6** a) échantillon de flexion en forme d'arc découpé à partir de la paroi d'un tube, b) Géométrie et dimensions d'une éprouvette Arquée.

### IV.4.4 Les conditions aux limites et propriété du matériau

Tout calcul par éléments finis nécessite la définition des conditions aux limites. Pour commencer, il faut dire que la géométrie de l'éprouvette a été simplifiée en considérant moitié, car elle est symétrique par rapport au plan médian (figure IV.7). Dans le plan y-z de l'éprouvette sont appliqués des conditions aux limites symétriques (le déplacement dans la direction y est ainsi bloqué).

La structure étudiée a été soumise à un déplacement imposé dans la direction y. Le chargement est modélisé par un déplacement, défini sur la surface extérieure de l'appui supérieur.

L'application de déplacement sur l'éprouvette arquée ainsi que les conditions de symétrie correspondantes sont présentées en figure IV.7. La valeur de déplacement appliquée correspond à  $U_2 = 4$  mm.



**Figure IV.7 :** Application des conditions aux limites et chargement

## CHAPITRE IV : Etude de la rupture du PVC

---

L'éprouvette utilisée dans cette étude est en Le poly (chlorure de vinyle), connu sous le sigle *PVC*, un polymère fréquemment utilisé dans les structures des pipelines. Nous avons considéré que le comportement est élasto-plastique.

Les caractéristiques mécaniques de la nuance étudiée enregistrées dans le tableau IV.3

Module de Young (E)	4140
Coefficient de Poisson ( $\nu$ )	0.41
Densité	1.38 e-9

**Table IV.3** caractéristiques mécaniques du *PVC*

### IV.4.5 Maillage

Les éprouvettes arquées ont été étudiées en considérant Cinque rapports de ligament. Dans cette analyse, seules les longueurs de ligaments comprises entre 3.15 et 3.71 mm seront étudiées. Les éprouvettes sont maillées finement dans la zone proche du point d'entaille. Le maillage est présenté sur la figure IV.8 où l'exemple choisi correspond au cas du ligament de 3.15 mm. Pour des raisons de symétrie, seule la moitié de l'éprouvette est considérée.

Pour que les erreurs de calculs soient de même ordre de grandeur d'un modèle à l'autre, le maillage de la zone centrale contenant la fissure est conservée. Une condition essentielle est de s'assurer de la stabilité de la réponse de la force de flexion lors de la propagation de la fissure depuis une longueur initiale jusqu'à la séparation complète.

Dans un premier temps pour analyser l'effet du maillage deux types d'éléments va être étudiés :

- Éléments hexaédriques avec la technique de formation Sweep.
- Éléments tétraédriques avec la technique de formation Sweep.

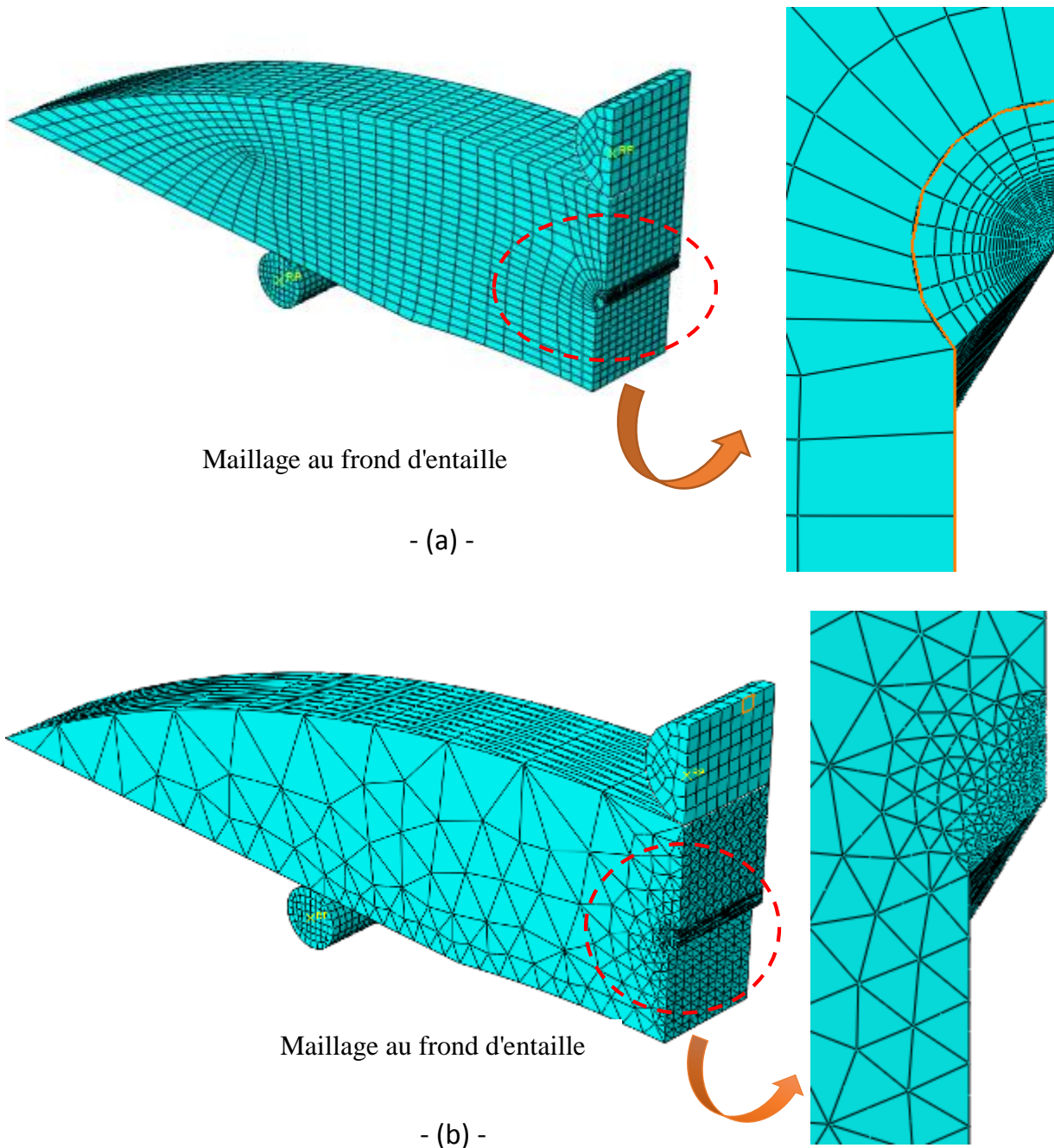
Pour pouvoir surmonter le problème de singularité au niveau de l'entaille, la plaque maillée initialement en 2D a été extrudée en 3D en utilisant des éléments Solide section



## CHAPITRE IV : Etude de la rupture du PVC

---

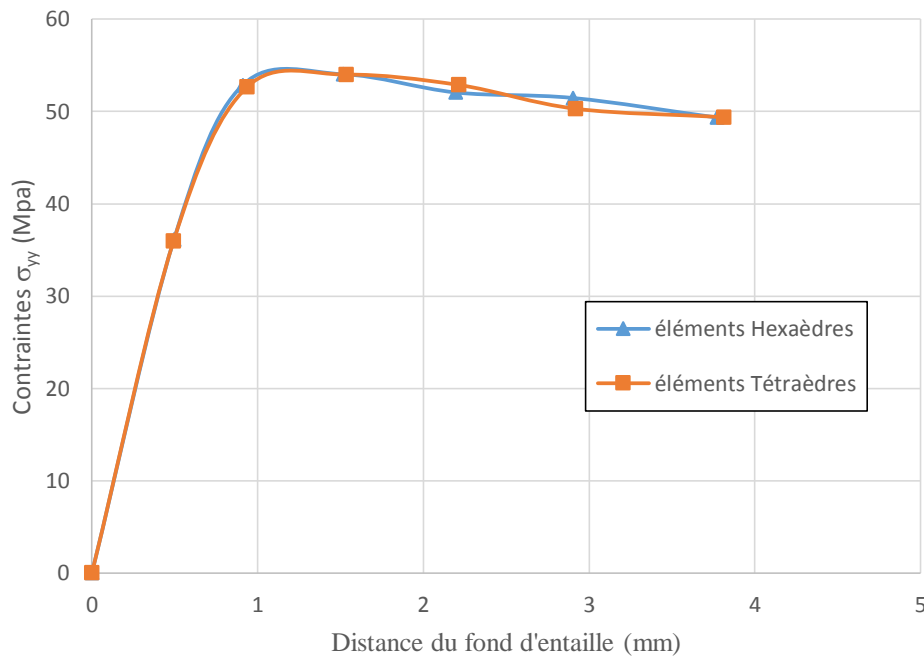
avec version d'ordre supérieure. Cet élément tolère des formes irrégulières sans perte de précision. Les éléments Solide section ont des formes de déplacement compatibles et sont bien adaptés pour modéliser les limites incurvées.



**Figure IV.8** Type d'élément utilisé pour le maillage, (a) éléments Hexaèdres, (b) éléments Tétraèdre

## CHAPITRE IV : Etude de la rupture du PVC

La comparaison entre les deux maillages se fait par un calcul de la contrainte  $\sigma_{yy}$  le long du ligament de l'éprouvette arquée. On remarque que les deux techniques donnent les mêmes valeurs de  $\sigma_{yy}$  en fond d'entaille. Il faut préciser que le temps de calcul correspondant au maillage (b), est deux fois plus lent que le temps de calcul d'exécutions du maillage (a).



**Figure IV.9** Influence du type d'élément de maillage sur l'évolution de la contrainte  $\sigma_{yy}$  le long du ligament.

Type d'élément	Temps de calcul en minute	Nombre d'éléments générés
Hexaèdres	15	9720
Tétraèdre	38	11033

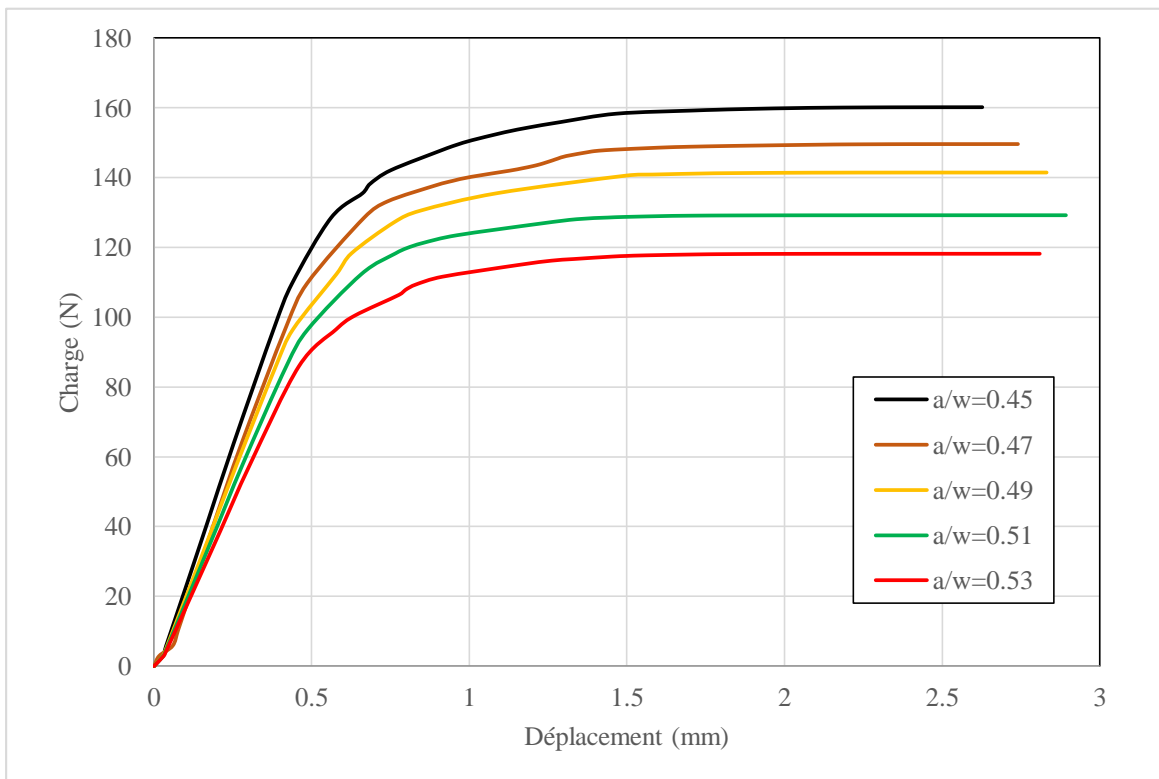
**Table IV.4** Comparaison entre les deux types d'éléments de maillages

### IV.5 Résultats et discussions

#### IV.5.1 Influence de la sévérité d'entaille

Dans cette partie, l'ensemble des résultats numériques issus des différentes approches sont présentés et discutés. Comme indiqué dans la littérature, les calculs de rupture ont été menés à un rapport de vitesse égal à  $W/10$ . Afin de mettre en évidence les premiers éléments caractéristiques du mode de rupture du PVC, et vérifier la faisabilité de la méthode de calcul employée pour caractériser la ténacité, nous commencerons par présenter les évolutions des courbes charge - déplacement obtenues à partir des calculs réalisés sur les éprouvettes ARQEES pour différentes longueurs de fissure  $a/W$  (figure IV.10). Ces courbes sont directement issues du logiciel de calcul.

On remarque des évolutions analogues de la charge en fonction du déplacement pour toutes les longueurs de fissure considérées, à savoir une baisse de la rigidité et des charges maximales en fonction de la longueur de fissure.



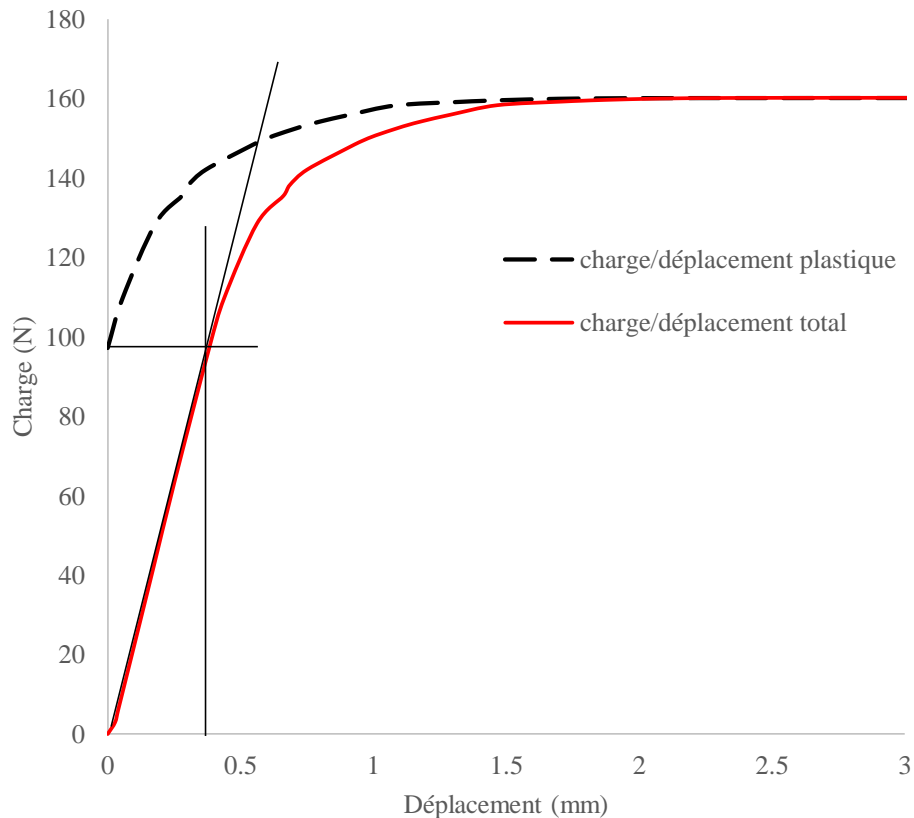
**Figure IV.10** Courbes charge - déplacement pour différentes longueurs de fissure

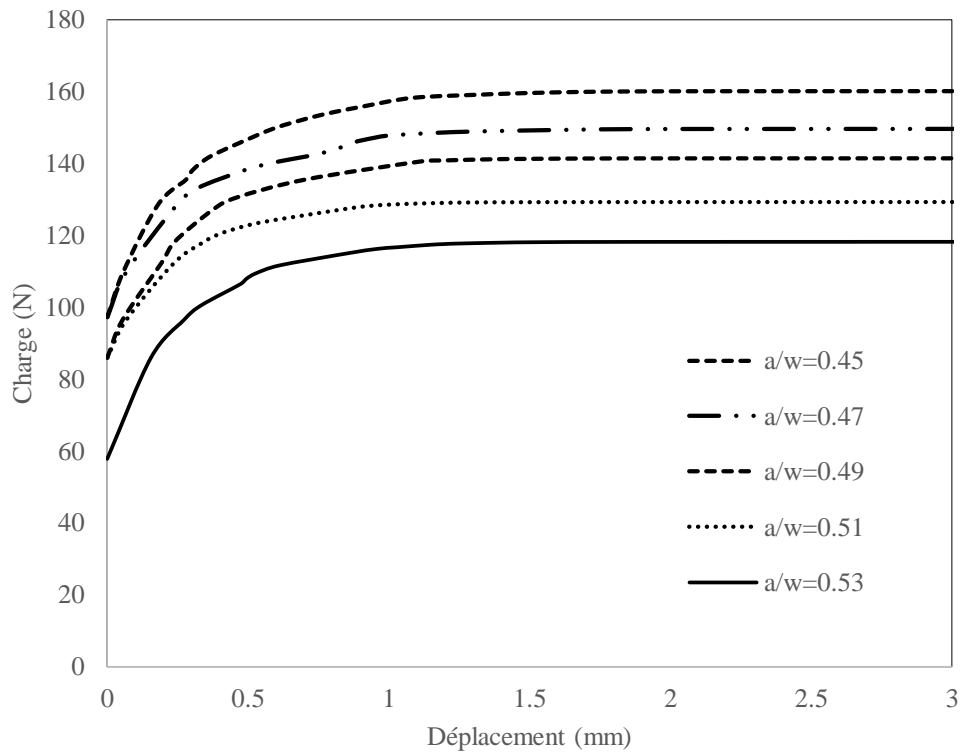
## CHAPITRE IV : Etude de la rupture du PVC

---

Le passage d'une longueur de fissure ( $a/W= 0.45$ ) à une longueur de fissure ( $a/W=0.53$ ) a influencé la valeur de la force maximale atteinte. On peut également constater qu'il a affecté le déplacement global de l'éprouvette après le maximum. Le choix d'une éprouvette ARCQEE pour caractériser la ténacité des tubes en PVC semble plus judicieux que d'autres éprouvettes.

La figure IV.11 représente les courbes de charge en fonction de déplacement plastique obtenues après séparation de la partie élastique de la partie plastique pour tous les essais de rupture. Dans ce cas, l'évolution de la courbe se matérialise par une augmentation progressive de la charge, qui est suivie par une évolution comparable aux résultats précédents.

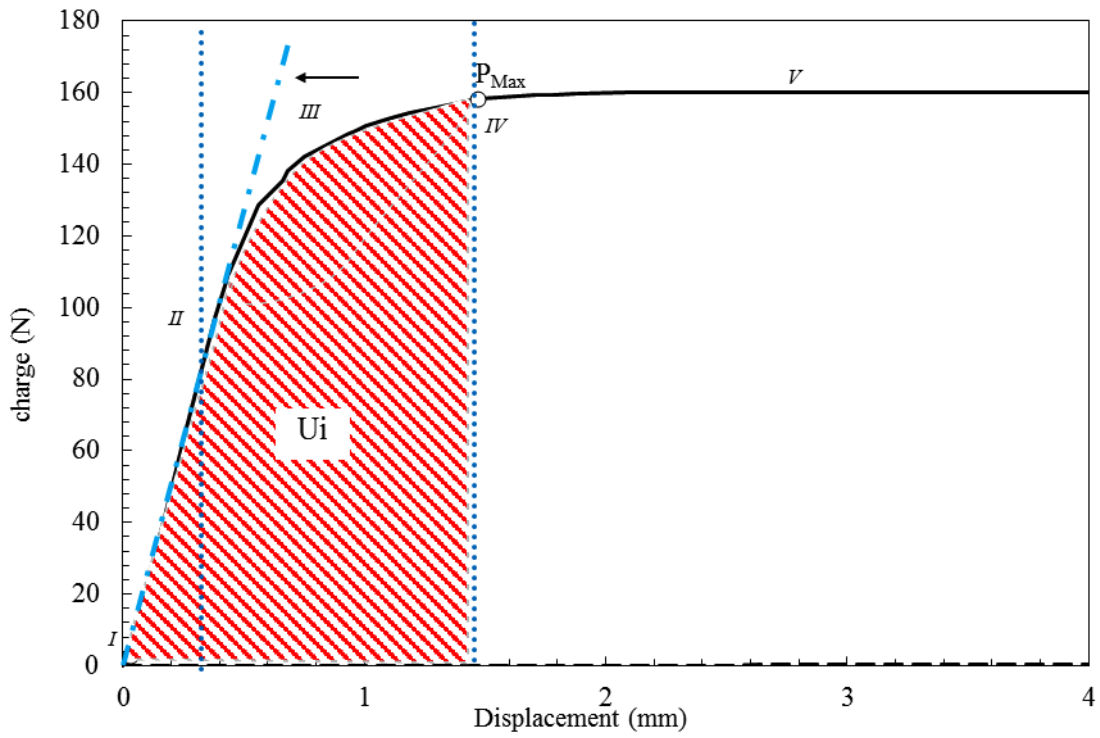




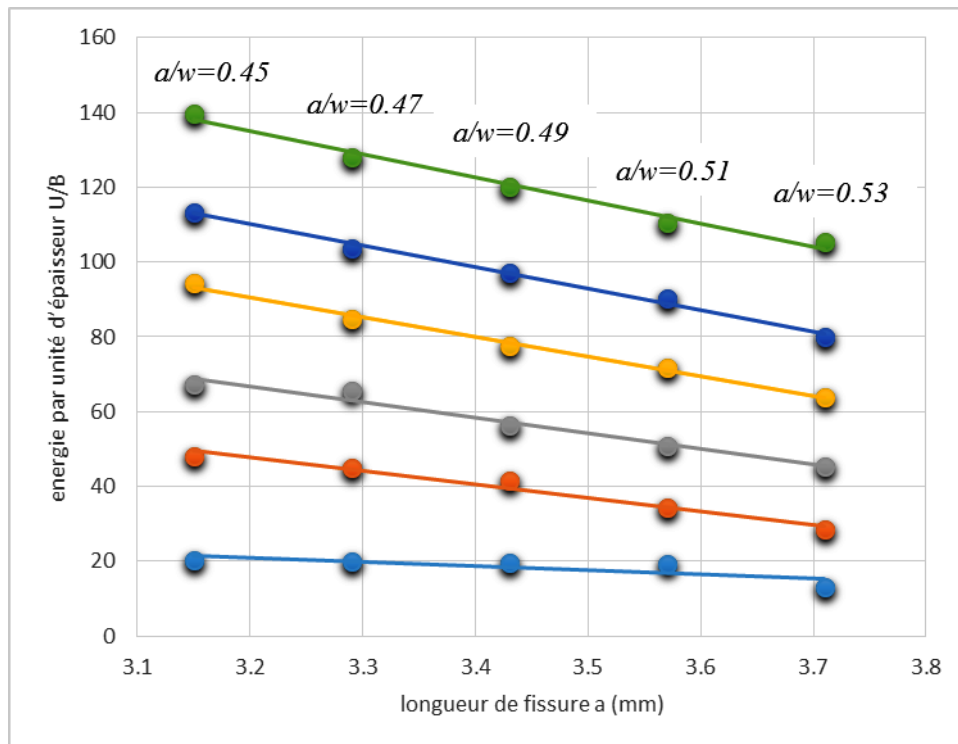
**Figure IV.11** Courbes charge - déplacement plastique pour différentes longueurs de fissure.

### IV.5.2 Détermination de la ténacité à l'aide de l'intégrale $J$

La ténacité des matériaux se mesure généralement à partir de l'évaluation du taux d'énergie de déformation par unité d'épaisseur pour un déplacement donné ou une charge critique. Le problème se ramène alors à la détermination de l'énergie en se basant sur la méthode de Begley-Landes [8] à échantillons multiples. Cette énergie de rupture n'est rien d'autre que l'aire sous la courbe charge - déplacement (figure IV.12).



**Figure IV.12** Mesure de l'énergie à partir d'une courbe charge - déplacement.



**Figure IV.13** Variation de l'énergie en fonction de la longueur de fissure

## CHAPITRE IV : Etude de la rupture du PVC

---

La figure IV.13 présente la variation de l'énergie plastique rapportée à l'épaisseur de l'éprouvette ( $U/B$ ) par rapport à la longueur de la fissure. Pour plusieurs valeurs de déplacement plastique identique, l'évolution de l'énergie peut être estimée linéaire en première approximation. Cependant, on a constaté que l'énergie plastique dépend de la longueur de fissure initiale et du déplacement imposé. A ce stade, on peut estimer la pente obtenue comme une vitesse de propagation de fissure.

### IV.5.3 Le paramètre énergétique $J$

La première approche globale que nous nous proposons de mettre en œuvre pour caractériser la rupture de notre PVC est le paramètre énergétique  $J$ .

L'intégrale de contour  $J$  est un concept basé sur l'énergie qui fut développé par Rice [9]. Pour un chemin arbitraire anti-horaire  $\Gamma$  autour de la pointe d'une fissure telle que montrée à la figure IV.3, l'intégrale  $J$  est donnée par l'équation (IV.40).

#### IV.5.3.1 Détermination de l'amorçage de la fissure

La figure IV.14 montre des séquences d'images permettant de suivre la déformation de l'éprouvette Arquée et l'évolution de la pré-entaille au cours de la sollicitation. Les différentes images correspondent à différents stades de déplacement repérés sur la courbe charge - déplacement de la figure IV.15.

La figure IV.15 présente également l'évolution de l'intégrale  $J$  en fonction du déplacement. Dans le cas général, le point d'amorçage de la fissure se trouve dans la zone située entre la fin de linéarité (point II) et le maximum de la charge (point IV). En effet, la figure IV.15 se décompose de la façon suivante :

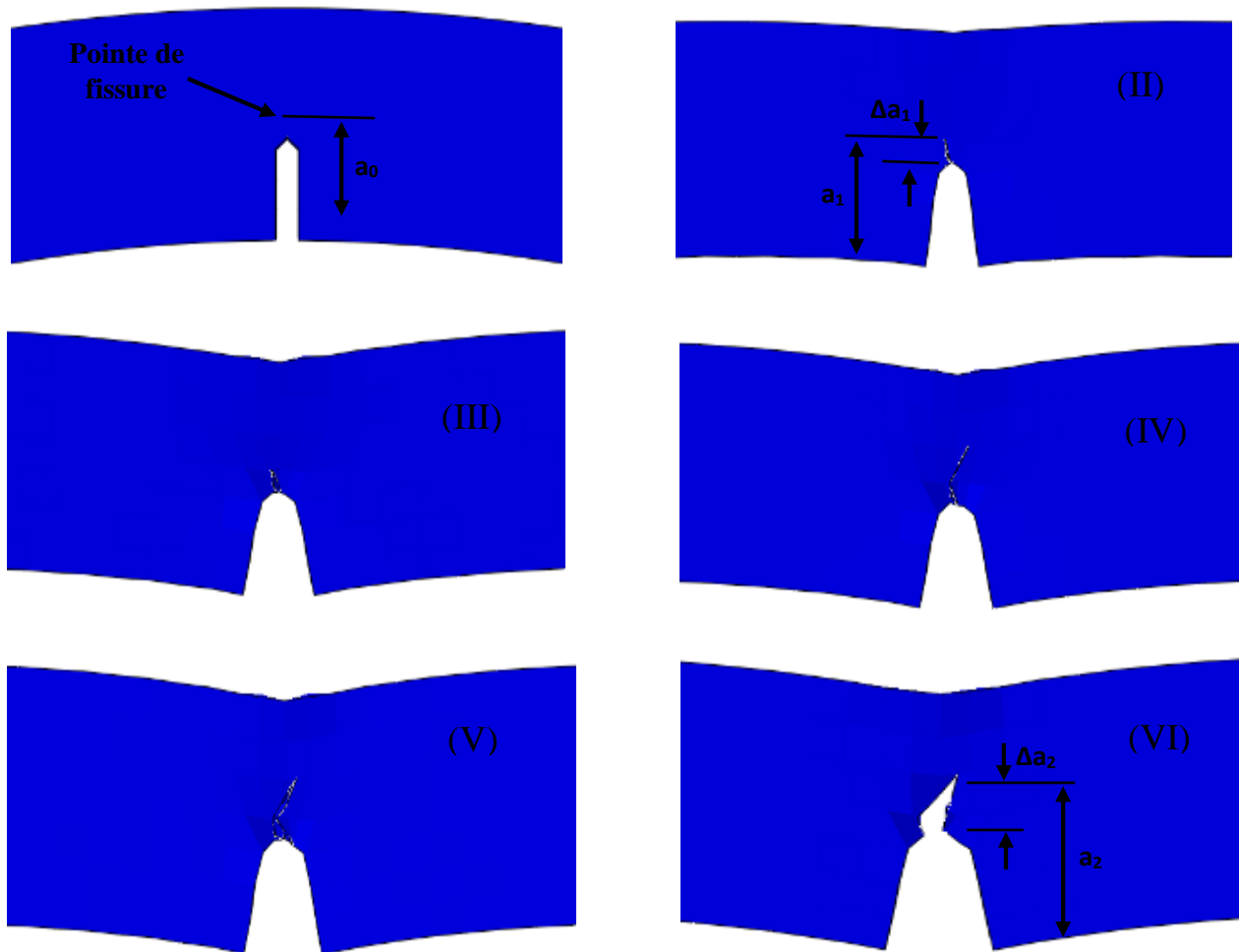
- La première partie correspond à la mise en place de l'échantillon ; on enregistre une avancée quasiment nulle pendant quelques secondes.

## CHAPITRE IV : Etude de la rupture du PVC

- La deuxième partie correspond au décollement du fond de l'entaille dans la zone fissurée.

- La troisième partie correspond à l'émoussement. Pendant cette phase, la tête de la fissure s'émousse et donc avance très peu.

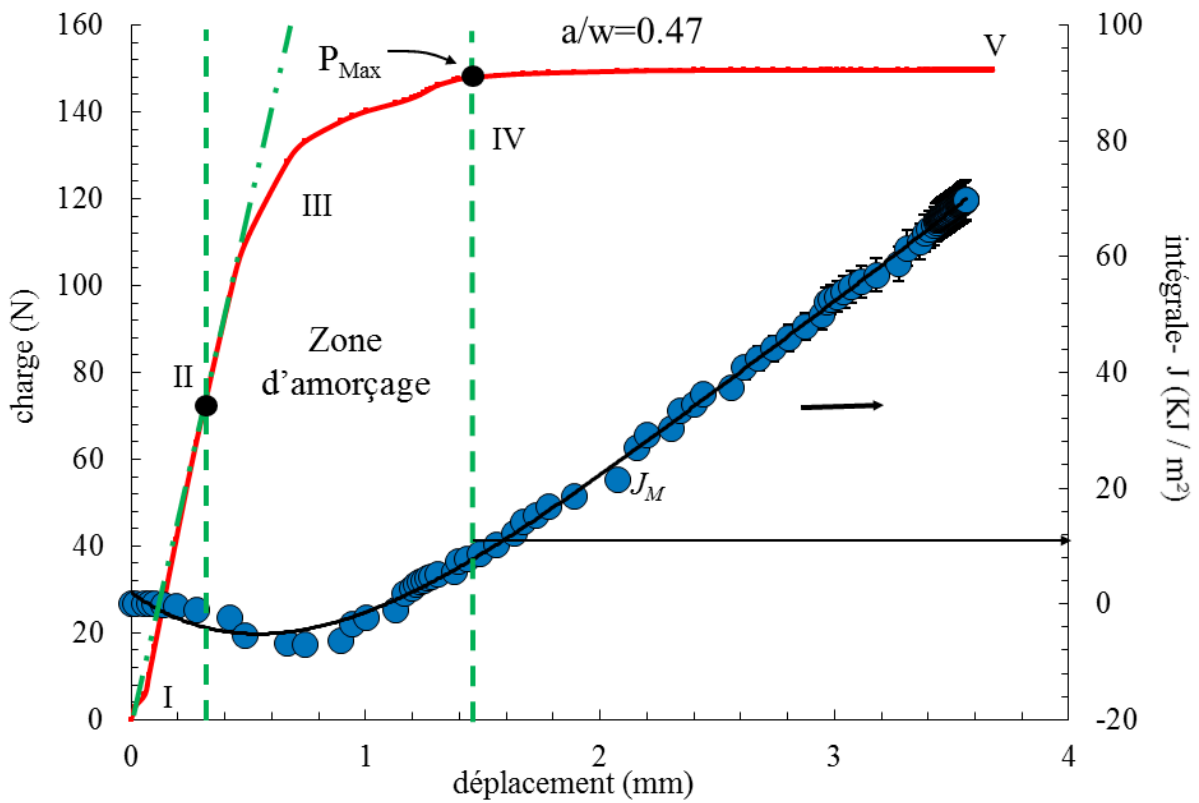
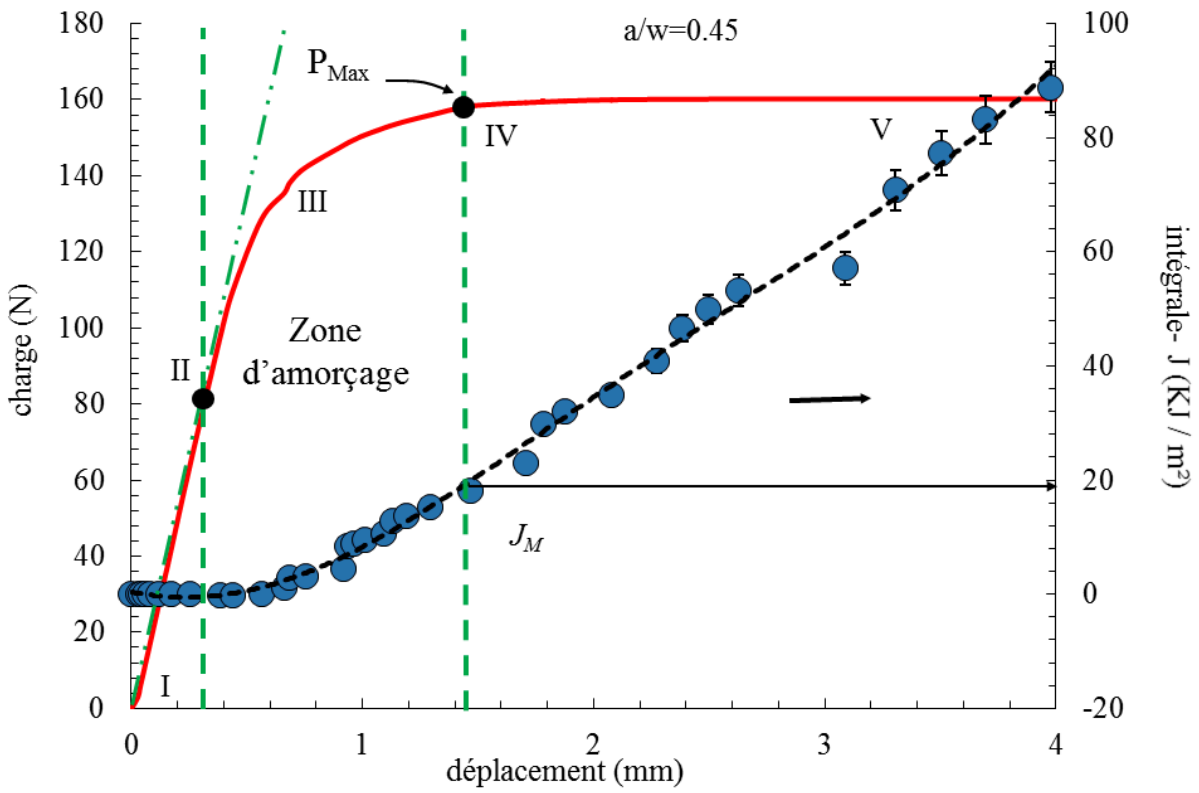
- La dernière partie correspond à l'avancée effective de l'émoussement. Le suivi des images en fonction du temps, n'a pas permis de visualiser un quelconque point d'amorçage. Cependant, on peut noter la coïncidence qui existe entre la charge maximale  $P_{Max}$  et le point repéré sur la courbe de l'intégrale  $J$  noté  $J_M$ .



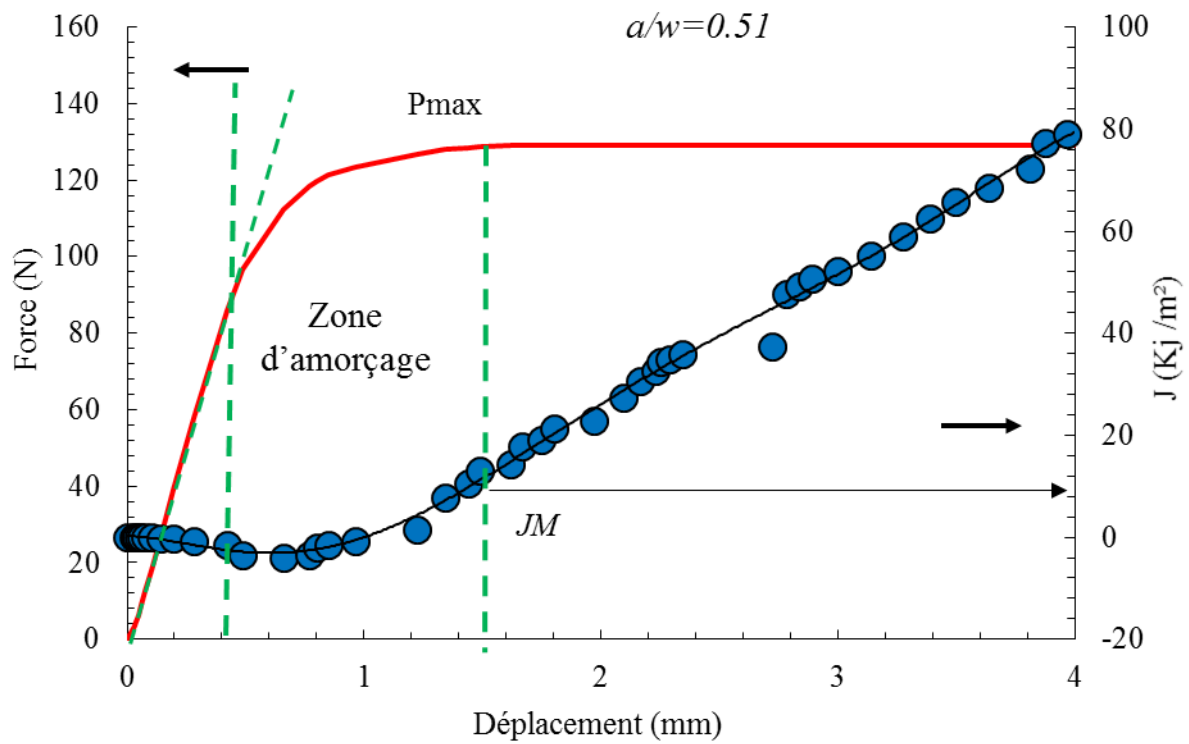
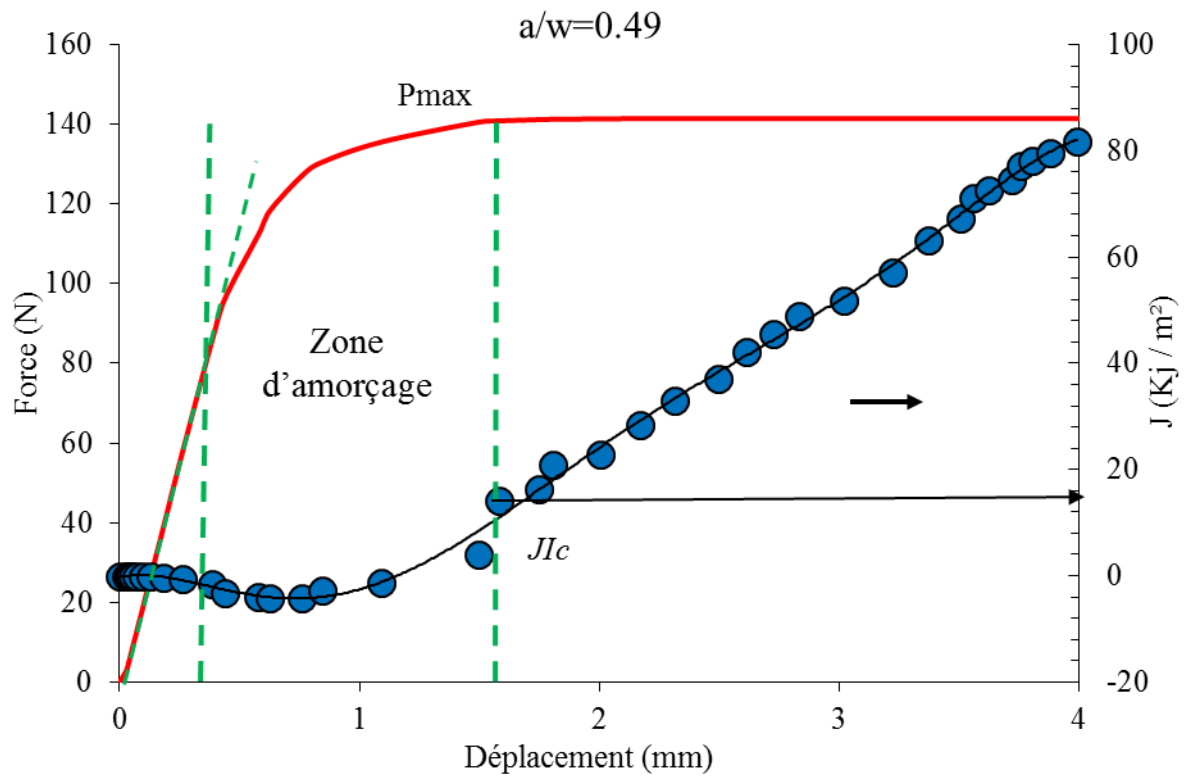
**Figure IV.14** Déformation de l'éprouvette Arquée et évolution de la pré-entaille au cours de la sollicitation.

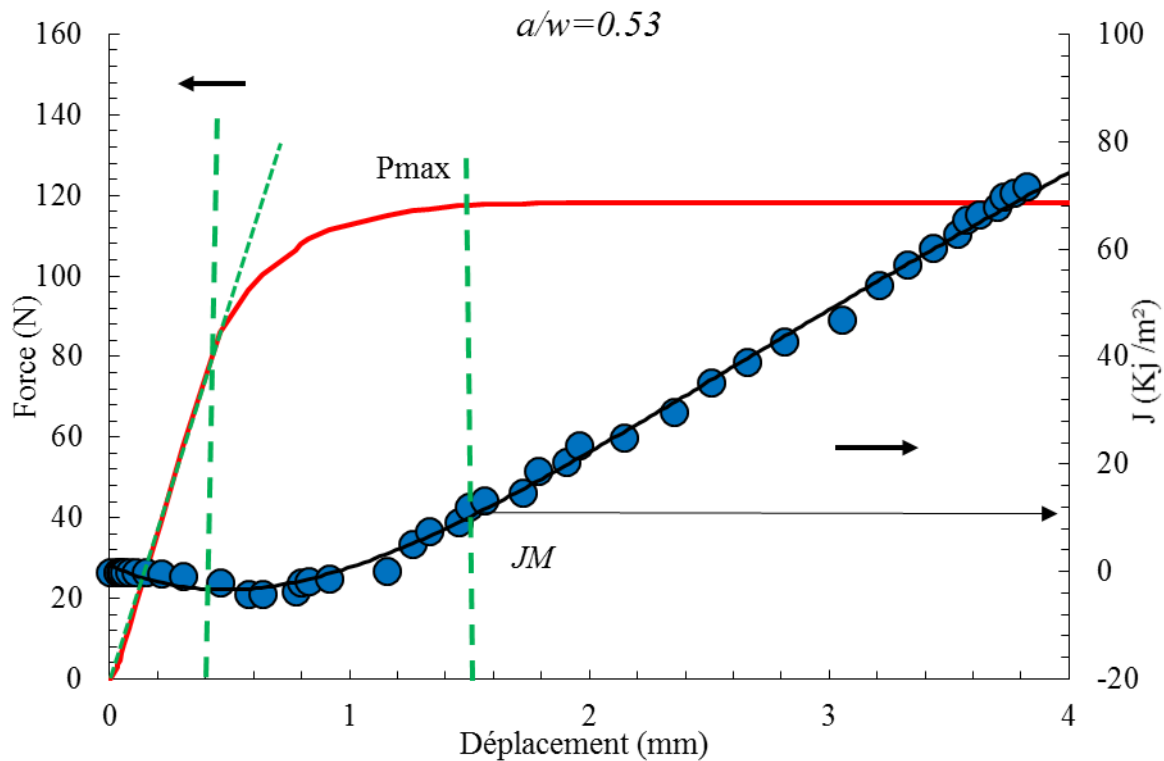


# CHAPITRE IV : Etude de la rupture du PVC



# CHAPITRE IV : Etude de la rupture du PVC





**Figure IV.15 (a)** Charge et intégrale  $J$  en fonction du déplacement pour les  
Cinque rapport

Sur la figure IV.16, on présente l'évolution des valeurs de l'intégrale  $J$  obtenues pour une longueur de fissure avec les deux méthodes proposées par la norme ASTM 813-89 et avec la méthode de calcul numérique en fonction du déplacement plastique.

On remarque un comportement bilinéaire qui présente une allure similaire à celle donnée dans la littérature avec des évolutions de  $J$  similaires obtenues avec trois méthodes. La seule différence qu'on voit est due à la valeur du facteur de forme choisie pour chaque méthode.

Malheureusement, avec toutes ces informations, on ne peut pas déterminer le point d'amorçage de la fissure ( $J_{IC}$ ), même pour ce type d'éprouvette. Cela est dû aux limites de la méthode numérique.

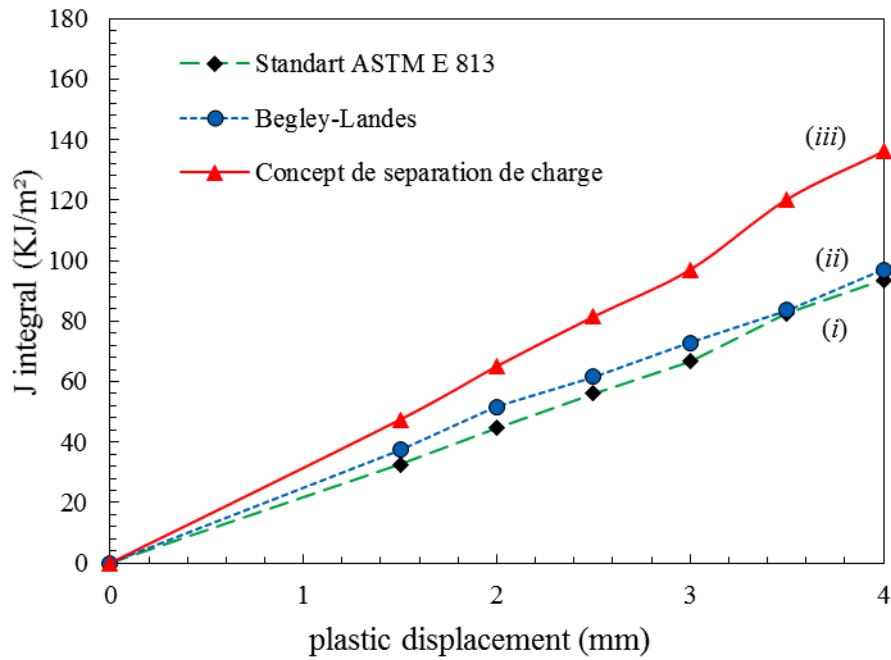


Figure IV.16 l'évolution de l'intégrale  $J$  en fonction du déplacement plastique.

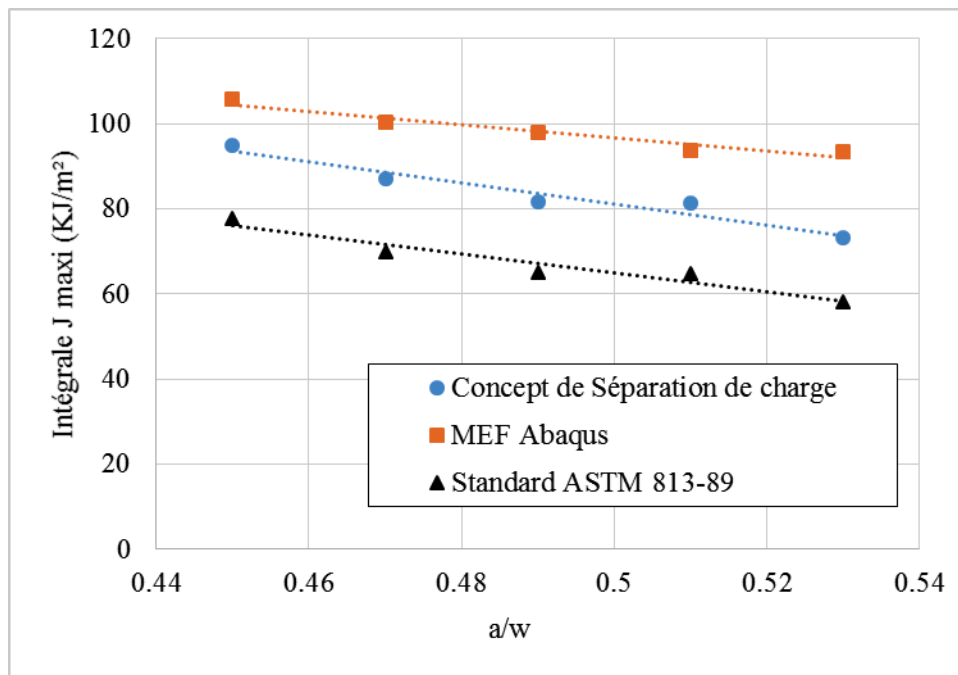


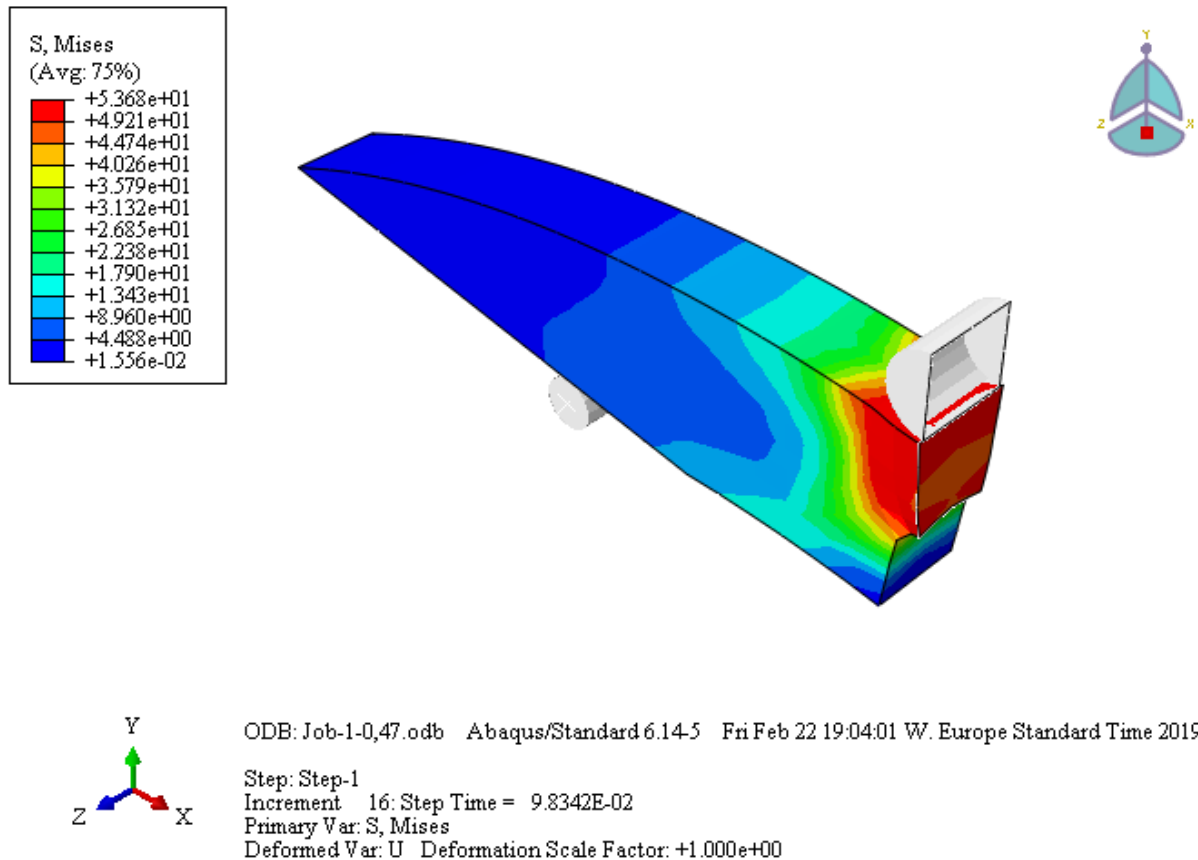
Figure IV.17 Evolution de  $J_M$  en fonction de  $a/W$  pour les trois méthodes.

## CHAPITRE IV : Etude de la rupture du PVC

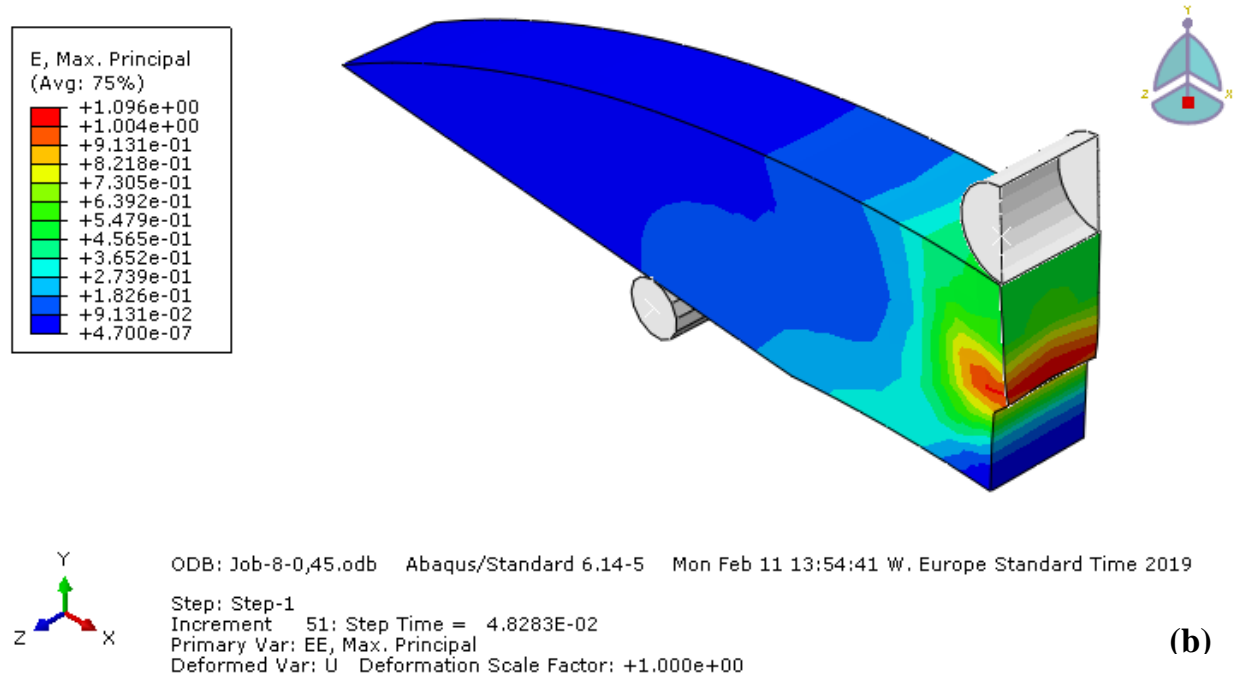
Sur la figure IV.17, on présente les valeurs de  $J_M$  obtenues pour toutes les longueurs de fissure et avec les trois méthodes d'intégration. Pour chaque méthode prise séparément, on constate que la valeur de  $J_M$  est indépendante de la longueur de fissure.

Cependant, les valeurs trouvées pour chaque méthode sont relativement éloignées. Nous pouvons ainsi conclure que  $J_M$  n'est pas un paramètre intrinsèque du matériau, puisqu'il dépend de la géométrie et du type d'essai (et donc des conditions de chargement).

Plusieurs difficultés numériques sont rencontrées durant le déroulement de cette étude, rendant parfois difficile la convergence du calcul, et l'obtention d'une valeur logique de l'intégrale  $J$ . Les capacités de la machine et le temps de calcul varient en fonction de la longueur de fissure et aux conditions aux limites imposées (point d'application de la charge et/ou déplacement ; vitesse imposée... etc.).



(a)



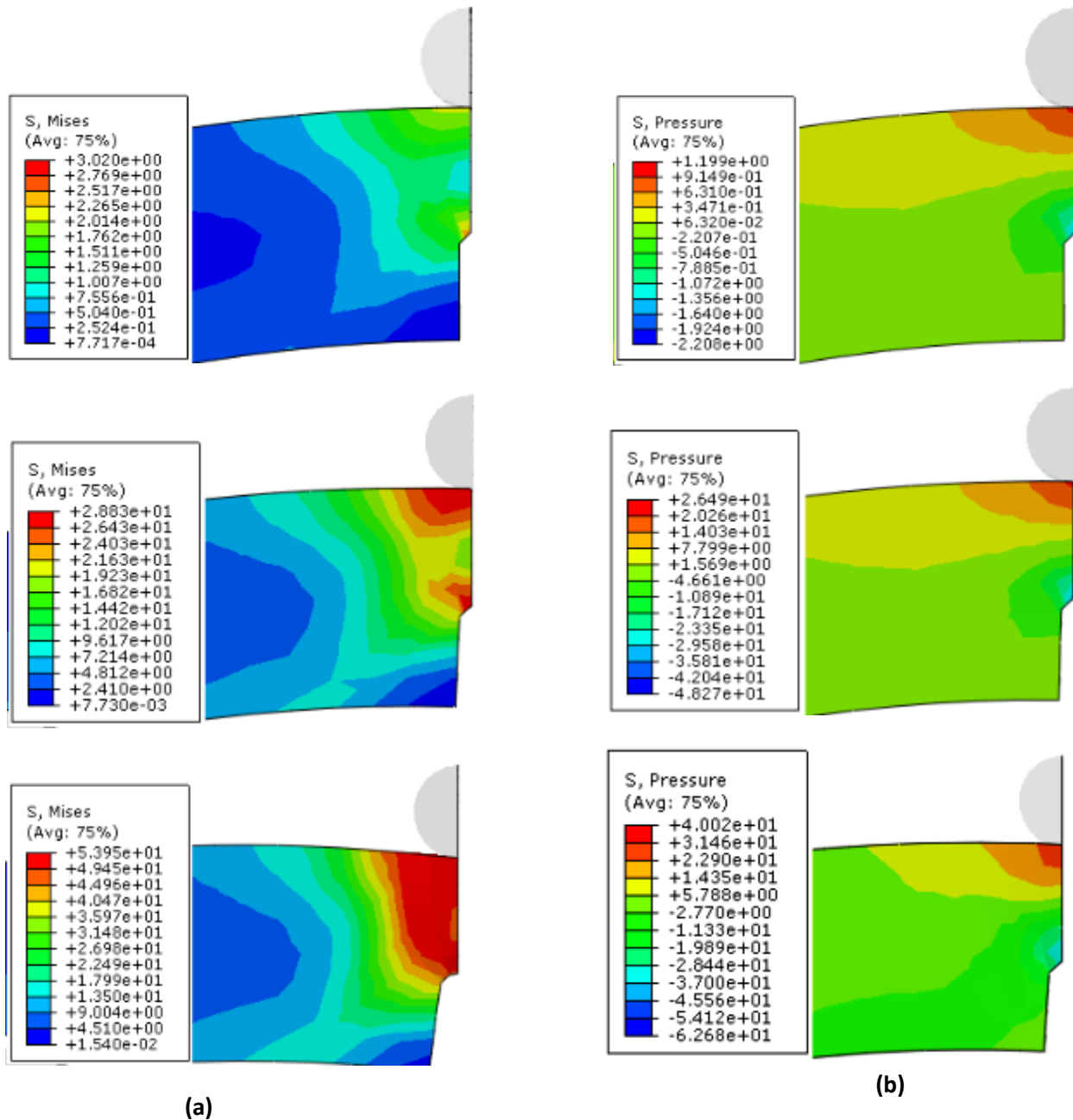
**Figure IV.18** Isovaleurs au moment de l'instabilité plastique. a) contraintes équivalentes ; b) déformations plastiques équivalentes.

Un autre phénomène entraîne une complication dans le déroulement du calcul. Il s'agit de l'émoussement qui accompagne le phénomène de striction en sommet de la fissure (figure IV.18). Même pour la plus grande longueur de fissure ( $a/W = 0.53$ ), la forme de l'éprouvette est alors modifiée localement, ce qui engendre des erreurs de convergence au sommet de la fissure, et cela engendre des perturbations dans le calcul de l'intégrale  $J$ . Par ailleurs, la forte localisation des déformations au sommet de la fissure peut constituer des erreurs dans la valeur obtenue de la charge. Malgré ces difficultés, nous avons tenté d'obtenir des calculs reproductibles afin d'analyser et de comparer la valeur de l'intégrale  $J$  obtenue.

Afin de poursuivre l'analyse des résultats obtenus à partir des simulations, il nous semble à présent intéressant de présenter la distribution des contraintes locales dans l'éprouvette arquée pour les Cinq longueur de fissure considérées. Les figures IV.19 à IV.23 présentent la distribution des contraintes équivalentes et moyennes au moment de l'instabilité plastique.

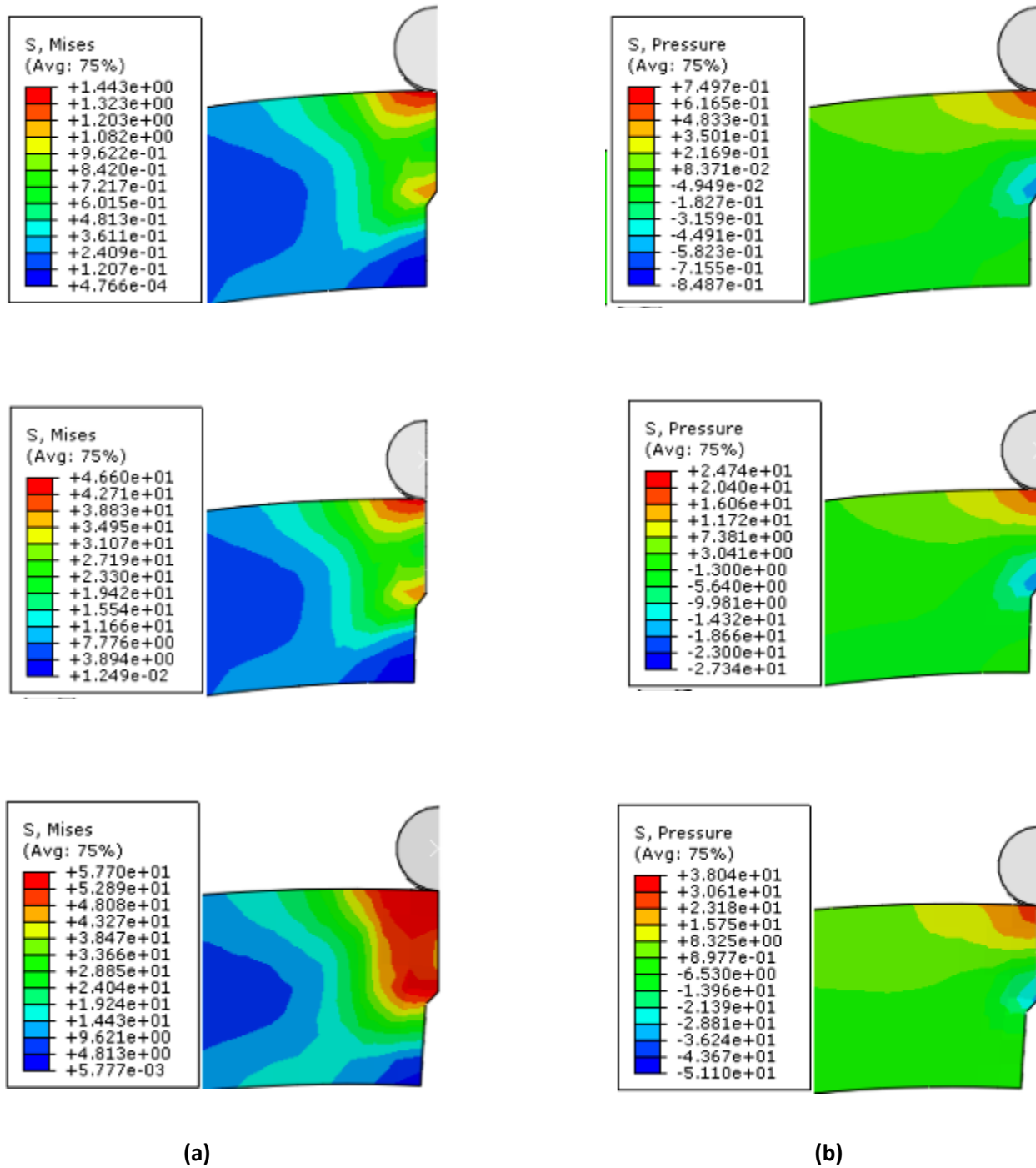
## CHAPITRE IV : Etude de la rupture du PVC

Compte tenu des très grandes déformations que subissent les éprouvette, elles sont volontairement présentées dans ces figures dans leur état non déformé afin d'améliorer la lisibilité.



**Figure IV.19** Isovaleurs des contraintes au moment de coalescence : (a) contrainte équivalente et (b) contrainte moyenne,  $a/w = 0.45$ .

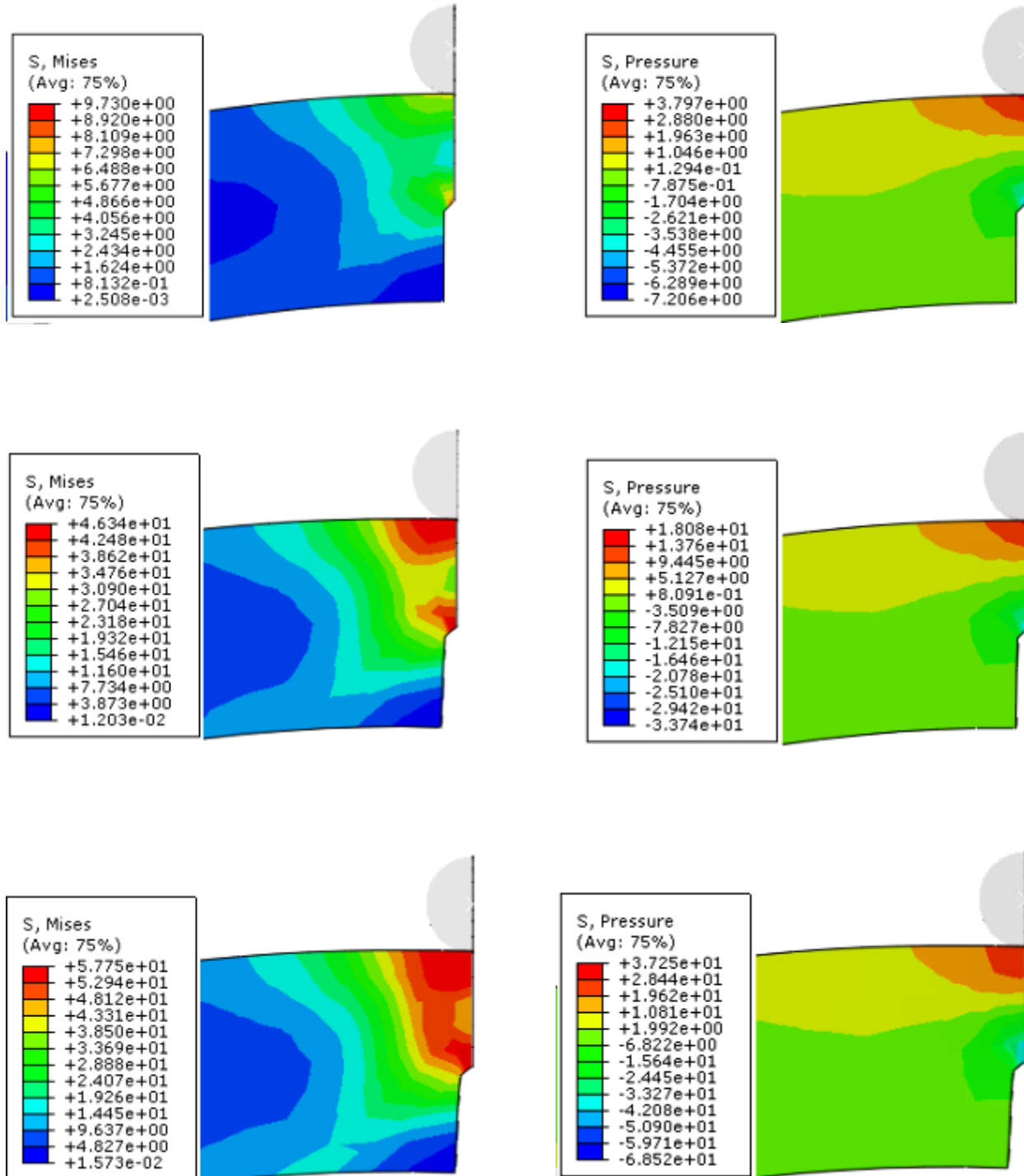
## CHAPITRE IV : Etude de la rupture du PVC



**Figure IV.20** Isovaleurs des contraintes au moment de coalescence : (a) contrainte équivalente et (b) contrainte moyenne,  $a/w = 0.47$ .

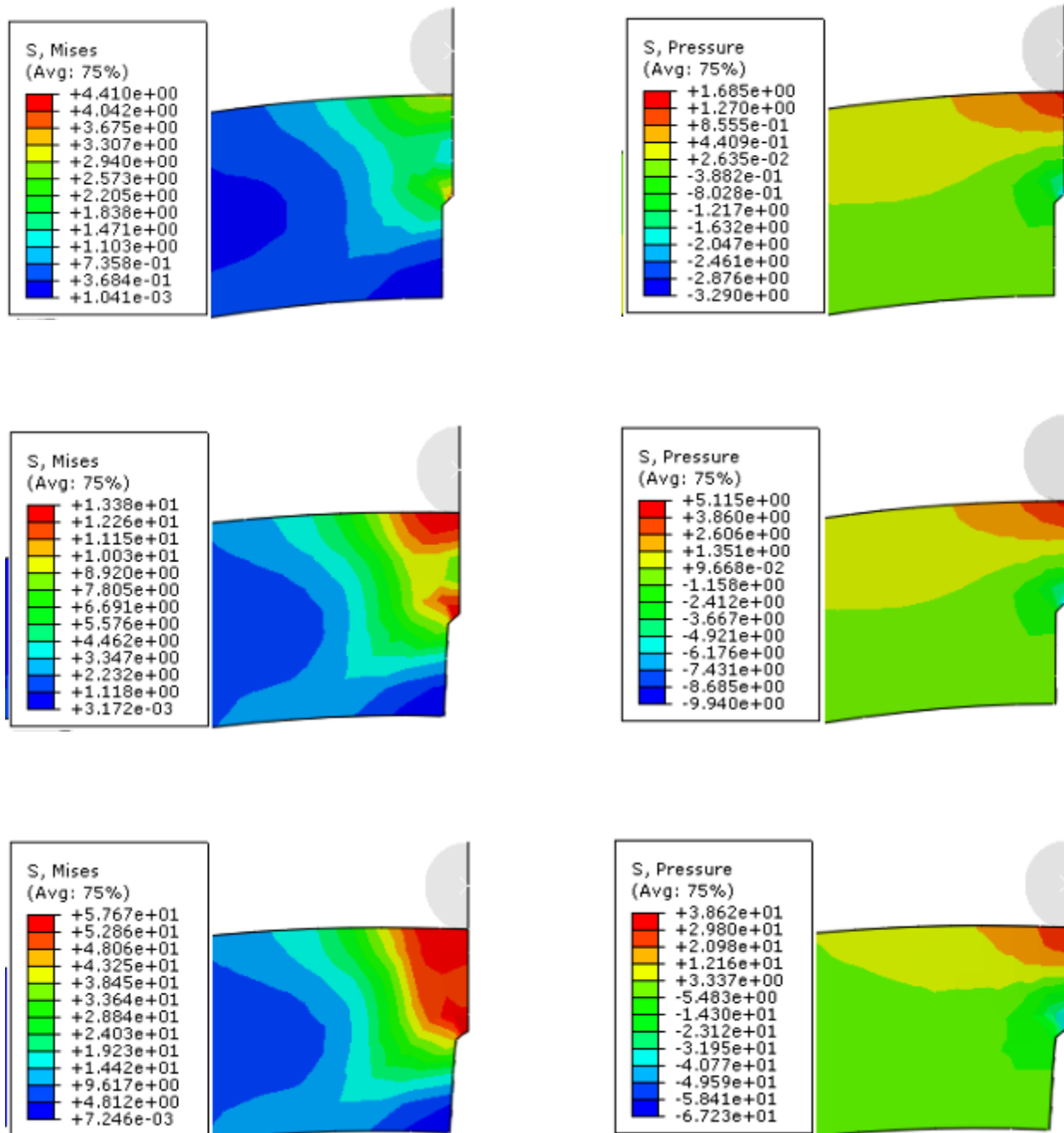


# CHAPITRE IV : Etude de la rupture du PVC



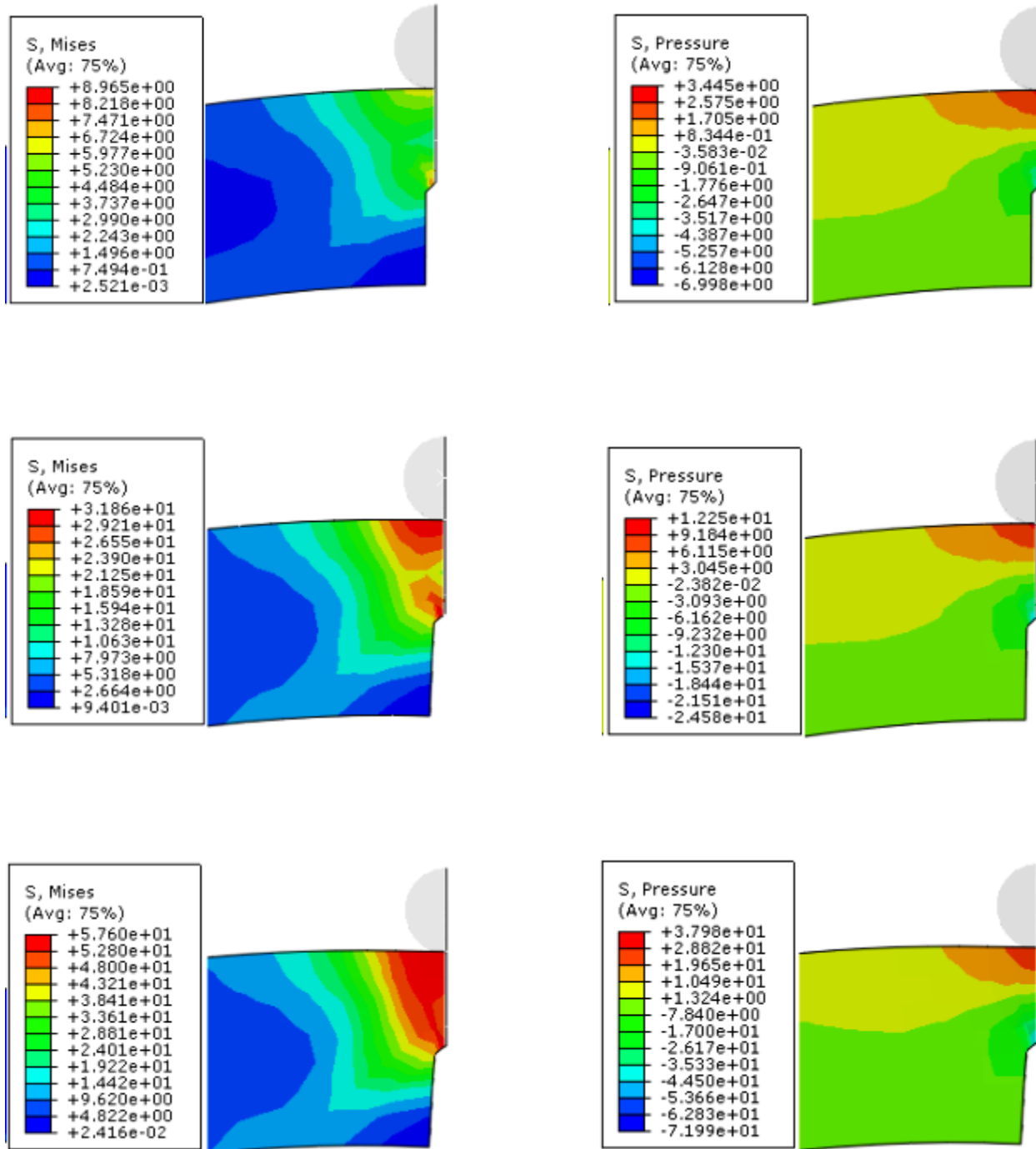
**Figure IV.21** Isovaleurs des contraintes au moment de coalescence : (a) contrainte équivalente et (b) contrainte moyenne,  $a/w = 0.49$ .

## CHAPITRE IV : Etude de la rupture du PVC



**Figure IV.22** Isovaleurs des contraintes au moment de coalescence : (a) contrainte équivalente et (b) contrainte moyenne,  $a/w = 0.51$ .

## CHAPITRE IV : Etude de la rupture du PVC



**Figure IV.23** Iso valeurs des contraintes au moment de coalescence : (a) contrainte équivalente et (b) contrainte moyenne,  $a/w = 0.53$ .

### IV.5.4 coefficient de Sécurité

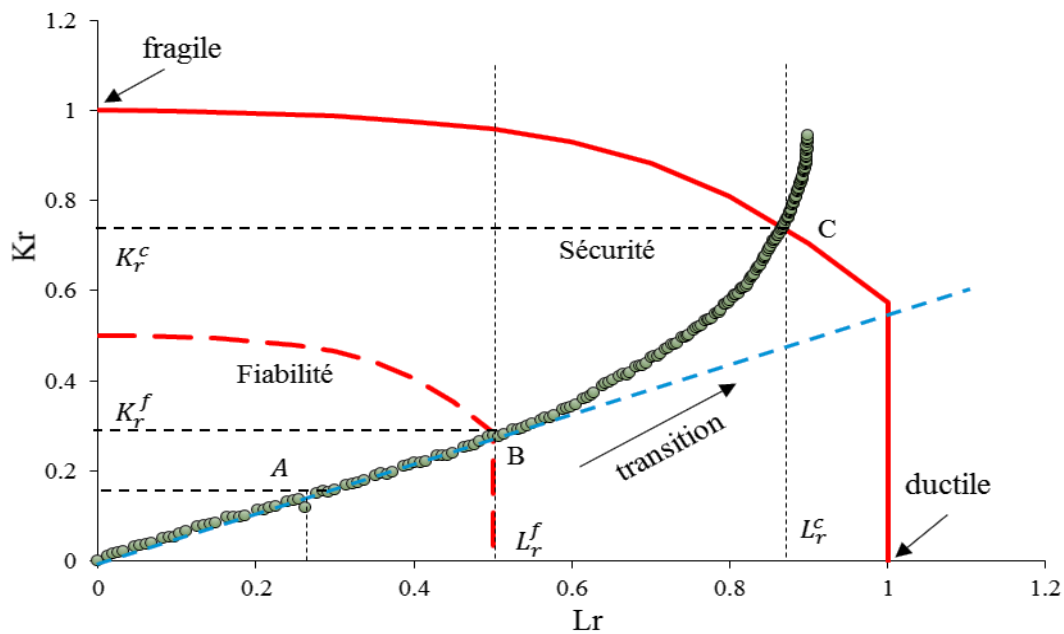
Le principe de sécurité adopté d'emblée consistait à s'assurer que l'effet maximal dans la partie la plus critique dans un matériau restait inférieur à une contrainte admissible obtenue en divisant la résistance du matériau par un coefficient de sécurité fixé de façon conventionnelle. Le coefficient de sécurité fournit une mesure qualitative d'une probabilité de rupture jugée comme acceptable par l'expérience. En effet, puisque l'effet réel et la résistance du matériau sont des variables aléatoires, leurs lois influencent aussi la probabilité de rupture, Les ingénieurs se sont rendus compte progressivement des insuffisances de cette conception de la sécurité, et cette prise de conscience a amené à développer la notion de fiabilité sous un angle probabiliste.

Un matériau est réputé sûr si sa probabilité de ruine est inférieure à une valeur conventionnelle, valeur qui dépend de nombreux facteurs comme la durée de vie escomptée du matériau, les conséquences engendrées par sa ruine, les risques d'obsolescence, certains critères économiques comme la valeur de remplacement, le coût d'entretien, etc...

Au lieu d'imposer un coefficient de sécurité seulement sur la résistance du matériau ou l'effet de l'action ou la taille du défaut ou les trois, un facteur de fiabilité est introduit comme critère quantitatif d'une faible probabilité de rupture.

Toute rupture élasto-plastique est caractérisée par un point dans un diagramme que l'on nomme diagramme intégrité rupture. L'ensemble des points se place sur une courbe d'interpolation entre deux états limites (figure IV.24) : la rupture fragile ( $k_r = 1$  ;  $S_r = 0$ ) et la ruine plastique ( $K_r = 0$  ;  $S_r = 1$ ), où  $k_r$  est la ténacité non dimensionnelle et  $S_r$  la contrainte non dimensionnelle.

L'interpolation entre ces 2 états limites se fait au moyen d'une courbe représentant la courbe limite de rupture appelée : ligne intégrité rupture. L'ensemble des résultats obtenus, permettent de renseigner le Diagramme Intégrité Rupture, Figure IV.24.



**Figure IV.24 :** Définition du facteur de sécurité dans un diagramme intégrité rupture.

O : Point d'origine,

A : Point de fonctionnement,

B : Point d'intersection entre le chemin de charge et la courbe de fiabilité,

C : Point d'intersection entre le chemin de charge et la ligne intégrité rupture.

A partir de cette figure nous calculons les différents paramètres permettant le positionnement du point de fonctionnement, Tableau IV.5 résume les valeurs :

	$a/w$	$K_r^f$	$L_r^f$	$K_r^c$	$L_r^c$	$F_f$	$F_s$
Test 1	0.45	0.435	0.368	0.867	0.739	1.17	2.36

**Table IV.5** Valeurs des coefficients de sécurité et de fiabilité pour un défaut géométrique  $a/w= 0.45$ .

A partir de ces résultats, nous constatons que :

- Le facteur de sécurité est supérieur à 2, coefficient généralement adopté en mécanique, et le facteur de fiabilité est inférieur à 2, donc nous pouvons considérer que la sécurité et la fiabilité est assurée dans le cas étudié.

### IV.6 Conclusion

Dans cette partie de notre étude la méthode des éléments finis en trois dimensions basée sur le concept de l'intégrale  $J$  est utilisée pour analyser le comportement en rupture d'une pipe en polychlorure de vinyle (PVC) sous chargement externe.

L'analyse du chapitre-II portant sur la déformation d'éprouvettes plates entaillées en contraintes planes a mis en évidence des mécanismes de nucléation et de croissance de cavités, résultats confirmés par l'analyse de l'instabilité plastique en utilisant le modèle de G'Sell dans le chapitre-III. C'est pourquoi, nous avons voulu dans ce chapitre, d'étudier la pertinence de la modélisation sur matériaux poreux pour analyser le comportement du PVC.

Les réponses obtenues sur éprouvettes entaillées tout en utilisant le modèle de Drucker-Prager ont permis de calibrer les paramètres du modèle. Ces paramètres ont été utilisés pour simuler les réponses d'éprouvettes ARQUEES. Les résultats obtenus permettent de tirer les conclusions suivantes :

- Indépendamment de la nature du matériau (vitesse de déformation du pipe) pour une fissure quelconque l'intégrale  $J$  atteint son maximum pour une position sur le front de fissure. Ceci peut expliquer que le champ de contrainte est important à cette position sur le contour d'intégration et que la direction de propagation de fissure se fait dans une direction perpendiculaire au ligament de la fissure (direction Y).

- Il existe une profondeur critique au quelle la taille de la fissure dans laquelle l'intégrale  $J$  atteint son maximum. Au-delà de cette valeur critique l'intégrale  $J$  décroît indépendamment de la fissure.

- Quelle que soit la profondeur de fissure, pour une taille de fissure caractérisée par le rapport  $(a/w)$  faible l'intégrale  $J$  est très sensible ; au contraire pour des valeurs  $(a/w)$  plus élevées qui conduisent à une réduction de cette intégrale.

## Bibliographies

- [1] Pemra Özbek, C.A.a.P.L., *Fracture mechanics analysis of arc shaped specimens for pipe grade polymers*. 2009.
- [2] JALLOUF, S.G., *Approche Probabiliste du Dimensionnement Contre le Risque de Rupture*. THESE, 2006.
- [3] Rice, J. and D. M. Tracey, *On the Ductile Enlargement of Voids in Triaxial Stress Fields*. Vol. 17. 1969. 201-217.
- [4] A. Pellissier-Tanon, D.M., *Mise au point d'un essai mécanique selon la méthode de l'intégrale J*. Revue de Physique Appliquée, 1974. 9(4): p. 617-628.
- [5] Han, L.-h., Y.-c. Deng, and C.-d. Liu, *The determination of JIC for polyethylene pipe using non-standard arc-shaped specimen*. International Journal of Pressure Vessels and Piping, 1999. 76(9): p. 647-651.
- [6] Sridharan, N.S., & Broutman, L. J. , *Fracture analysis of acrylonitrile-butadiene-styrene resins*. Polymer Engineering and Science, 1982. 22(12): p. 760-765.
- [7] Bloyer, D.R., R.O. Ritchie, and K.T. Venkateswara Rao, *Fracture toughness and R-Curve behavior of laminated brittle-matrix composites*. Metallurgical and Materials Transactions A, 1998. 29(10): p. 2483-2496.
- [8] Begley, J.A. and J.D. Landes, *The J Integral as a Fracture Criterion*. Vol. 514. 1972. 1-20.
- [9] Rice, J.R., *A Path Independent Integral and the Approximate Analysis of Strain Concentration by Notches and Cracks*. Journal of Applied Mechanics, 1968. 35(2): p. 379-386.

## *Conclusions et Perspectives*



### Conclusions et Perspectives

Les tubes en matière plastique gagnent régulièrement de l'importance dans la conception d'installations de transport des fluides et ce, dans le monde entier. Cette tendance reflète le développement des matières plastiques, l'amélioration de la connaissance de leurs propriétés et l'exploitation des avantages qu'elles offrent par rapport aux matériaux traditionnels. Découvert dans les années quatre-vingt du 19<sup>e</sup> siècle, le *PVC* ne cesse de se développer, en raison de ses performances et de l'extension de ses applications, comme matériau de future. Les premières applications du *PVC* dans les canalisations remontent au milieu des années vingt dans le domaine de transport d'eaux potables, de liquides alimentaires et de produits chimiques. Depuis, ses domaines d'application se sont étendus pour couvrir, entre autres, dans l'industrie des vêtements et des tapisseries

Les matériaux en général peuvent passer d'un comportement ductile à un comportement fragile, en fonction des conditions auxquelles ils sont soumis, d'où la nécessité de déterminer les limites à ne pas franchir, pour éviter ou contrôler un tel changement de comportement. En particulier, le caractère viscoélastique des polymères, le rendent davantage sensibles à ce phénomène en cours d'utilisation.

L'étude que nous venons de présenter s'est efforcée de caractériser et d'identifier le comportement du *PVC* sous différentes voies d'études mécaniques (variation de volume plastique, loi de comportement, effet de la triaxialité des contraintes, rupture et modélisation de l'endommagement), choses peu connues pour ce matériau amorphe en grandes déformations. L'étude de la déformation et du comportement à l'endommagement et à la rupture du *PVC* a été proposée à partir d'approches expérimentales et numériques.

L'attention s'est d'abord portée sur l'effet de triaxialité des contraintes sur la loi de comportement pour éclairer ensuite les particularités du comportement en chargement sur l'instabilité plastique tout en utilisant les deux modèle proposé par G'sell (modèle de G'Sell-Jonas (1979) et G'Sell (1988)), et de l'interpréter en terme de micromécanismes de déformation et d'endommagement.

## Conclusions et Perspectives

---

Afin d'explorer les gammes de triaxialité de contraintes, des éprouvettes fissurées ont été étudiées numériquement et ont permis de discuter/juger de la pertinence des critères impliquant les concepts de la mécanique de la rupture ductile pour l'étude du *PVC*. Pour étayer la discussion, une approche énergétique (intégrale  $J$ ) de la mécanique de la rupture a été examinée sur une éprouvettes de forme arquée sollicitées en flexion trois point.

Les résultats obtenus mettent en évidence un comportement très ductile caractérisé par l'existence d'une large phase de déformation plastique. Au plan microstructural, la forte déformation en pointe de fissure conduit à un endommagement manifesté par de nombreuses cavités et craquelures. La combinaison des différents résultats obtenus au cours de ce travail de thèse a permis de déterminer la ténacité du *PVC* et de mieux cerner les mécanismes d'endommagement susceptibles de se produire en pointe de fissure au cours des sollicitations mécaniques.

En effet, il serait intéressant d'évaluer les champs de contraintes et de déformations en fond de fissure et d'en dégager un critère local de rupture. Seuls de tels critères sont à même de prédire de manière efficace l'amorçage et la propagation de fissures dans des structures plus complexes que des éprouvettes.

## 1. Formule de Bridgman

En supposant une matière parfaitement plastique, déformée sans changement de volume (c'est-à-dire isochore) et avec une déformation axiale homogène dans la section minimale, Bridgman (1952) a démontré que les contraintes radiales et axiales peuvent être exprimées comme suit :

$$\begin{cases} \sigma_{rr} = \sigma_{\theta\theta} = \sigma_{eq} \ln \left( 1 + \frac{b^2 - r^2}{2b\rho} \right) \\ \sigma_{zz} = \sigma_{eq} \left( 1 + \ln \left( 1 + \frac{b^2 - r^2}{2b\rho} \right) \right) \end{cases} \quad (01)$$

Où,  $Ln$  est le logarithme népérien,  $r$  est l'abscisse radiale actuelle dans la section :  $0 \leq r \leq b$ ,  $r = 0$  correspondant au centre de la section transversale.

Il doit être remarqué que L'Eq. (01) est composé d'un terme structurel (fonction de  $b / \rho$ ) et d'un terme constitutif (contrainte équivalente).

La répartition des contraintes dans l'équation (01) permet d'estimer la contrainte nette  $F / S_0$  telle que définie précédemment :

$$\frac{F}{S_0} = \sigma_{eq} \left( 1 + \frac{2\rho}{b} \right) \ln \left( 1 + \frac{b}{2\rho} \right). \quad (02)$$

La multiaxialité de l'état de contrainte dans la section minimale est mesurée par le rapport de triaxialité des contraintes ( $T_\sigma$ ), défini comme la contrainte moyenne divisée par la contrainte équivalente de Von Mises :

$$T_\sigma = \frac{\sigma_m}{\sigma_{eq}} = \frac{1}{3} + Ln \left( 1 + \frac{b^2 + r^2}{2b\rho} \right) \quad (03)$$

Où :  $\sigma_m = \text{trace} () / 3$ .

Il est ensuite démontré que la triaxialité  $T_\sigma$  est maximale au centre de la section minimale ( $r = 0$ ). Cette valeur de triaxialité maximale  $T_\sigma$  peut être exprimée comme :

$$T_\sigma = \frac{\sigma_m}{\sigma_{eq}} = \frac{1}{3} + Ln \left( 1 + \frac{b}{2\rho} \right) \quad (04)$$

Selon l'équation (04),  $T_\sigma$  ne dépend que du rapport  $b/\rho$ . Par conséquent, il est souvent pris comme triaxialité de référence pour l'échantillon NT $\rho$ . A savoir, il peut être déduit dans le cas d'une entaille nette, c'est-à-dire, que  $\rho \rightarrow 0$ ,  $T_\sigma$  tend vers l'infini. Les approches de la mécanique de la rupture sont recommandées pour étudier l'effet de singularité du stress. Inversement, si  $\rho \rightarrow \infty$ , la géométrie de l'échantillon tend vers un échantillon de traction uniaxiale  $T_\sigma = 1/3$ . De plus, il est clair à partir de l'équation. (04) que, en diminuant le rayon  $b$  de la racine de l'entaille, on augmente le rapport de triaxialité de la contrainte.

En inversant l'équation (04), on peut en déduire  $\rho$  évolution correspondant à celle de  $T_\sigma$  dans la partie centrale de l'échantillon NT en raison du terme géométrique qui peut être calculé. En mettant à jour  $b = \phi_0(1 + \Delta\phi/\phi_0)/2$ :

$$\rho = \frac{\phi_0}{4} \frac{(1 + \frac{\Delta\phi}{\phi_0})}{e^{(t_\sigma - \frac{1}{3})} - 1} \quad (05)$$

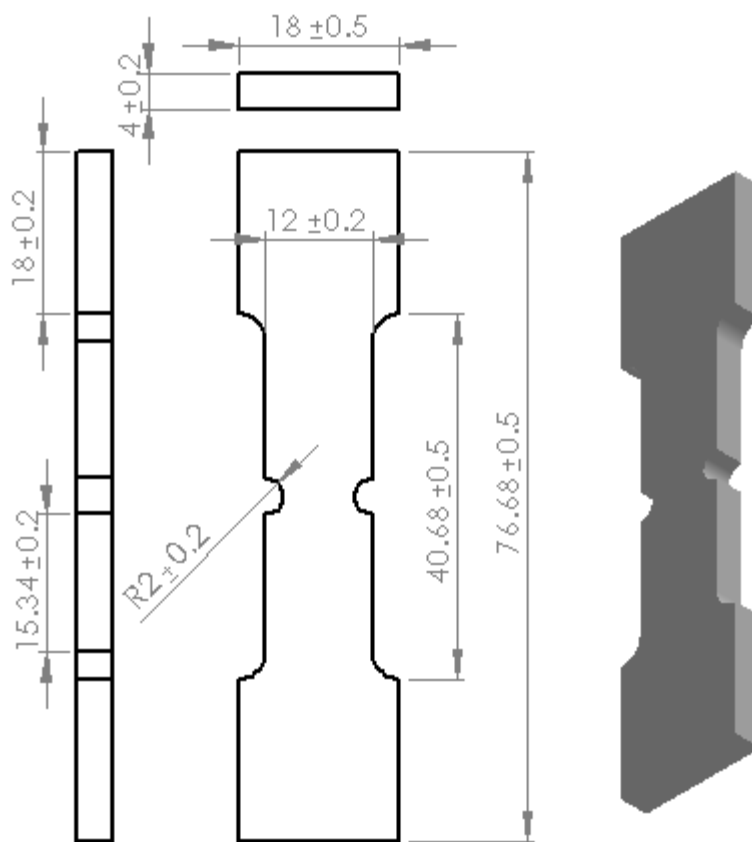
De plus, les déformations sont supposées être homogènes dans la section transversale. Ils peuvent être approximés par :

$$\varepsilon_{zz} = \varepsilon_{eq} \quad \text{and} \quad \varepsilon_{rr} = \varepsilon_{\theta\theta} = -(1/2)\varepsilon_{zz}. \quad (06)$$

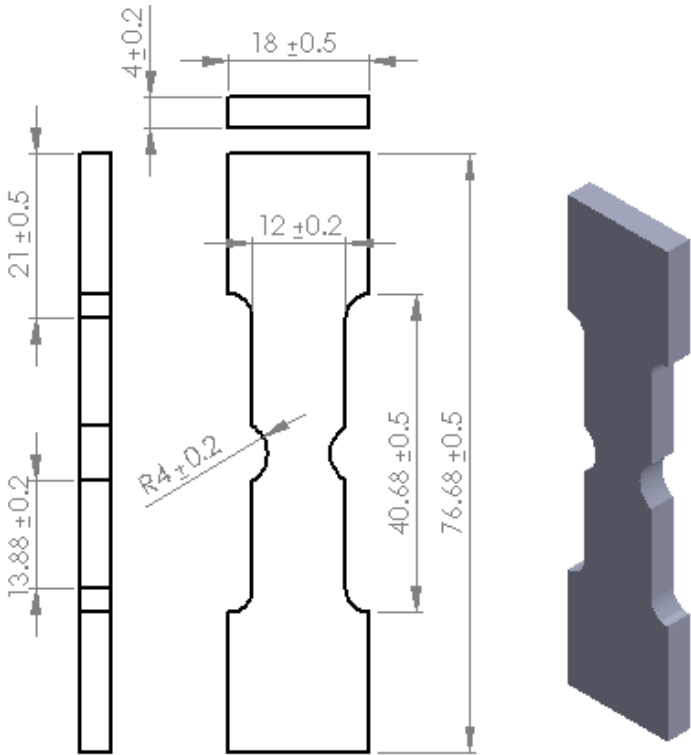
La deuxième égalité est obtenue avec l'hypothèse de déformation isochore, qui peut être discutable pour les matériaux polymères.

## 2. Géométrie des éprouvettes

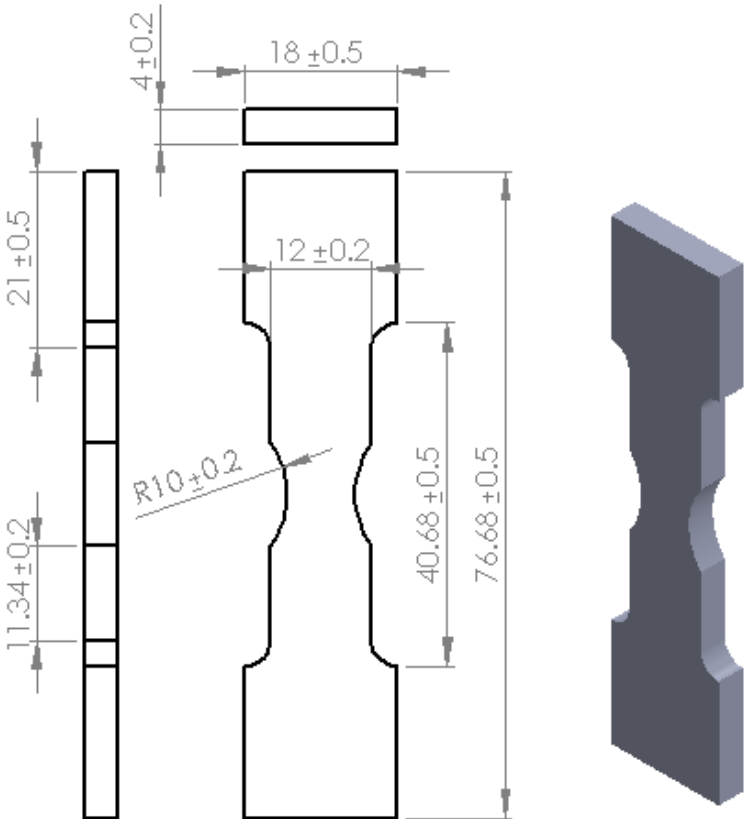
Le PVC utilisé a été livré, sous forme de conduite extrudée, par la société STPM CHIALI certifiée selon la norme ISO 9001 – 2000, dans laquelle les éprouvettes plates sont usinées, selon différents rayons de courbure ( $R = 2, 4, 10, 80$  mm) parallèlement à la direction d'extrusion. La figure 01 résume les quatre géométries axisymétriques entaillées employées dans notre étude.



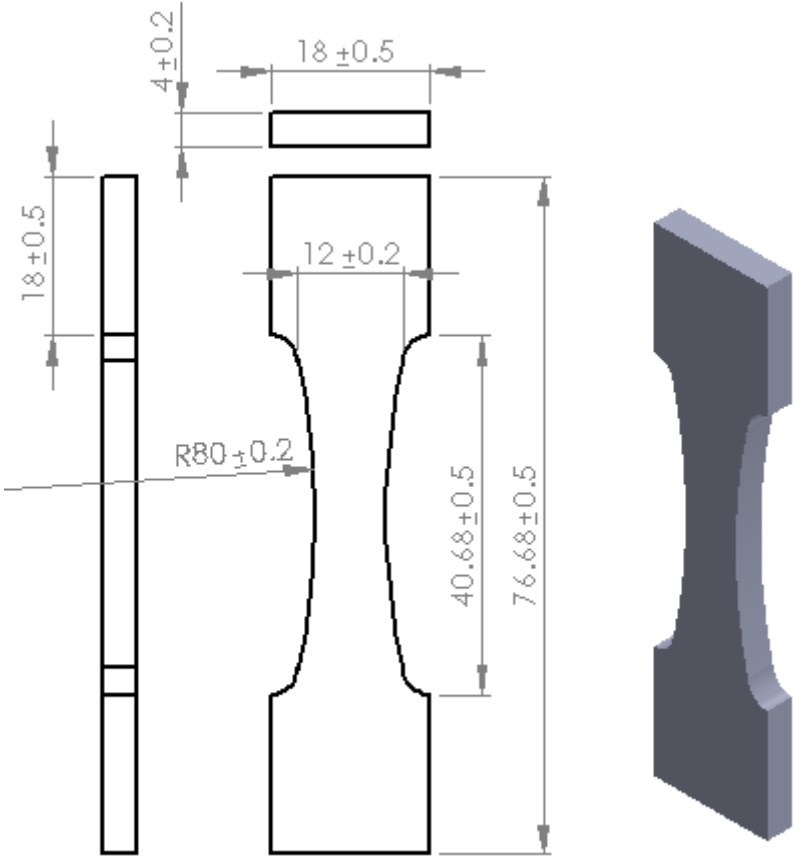
(R2)



(R4)



(R10)



(R80)

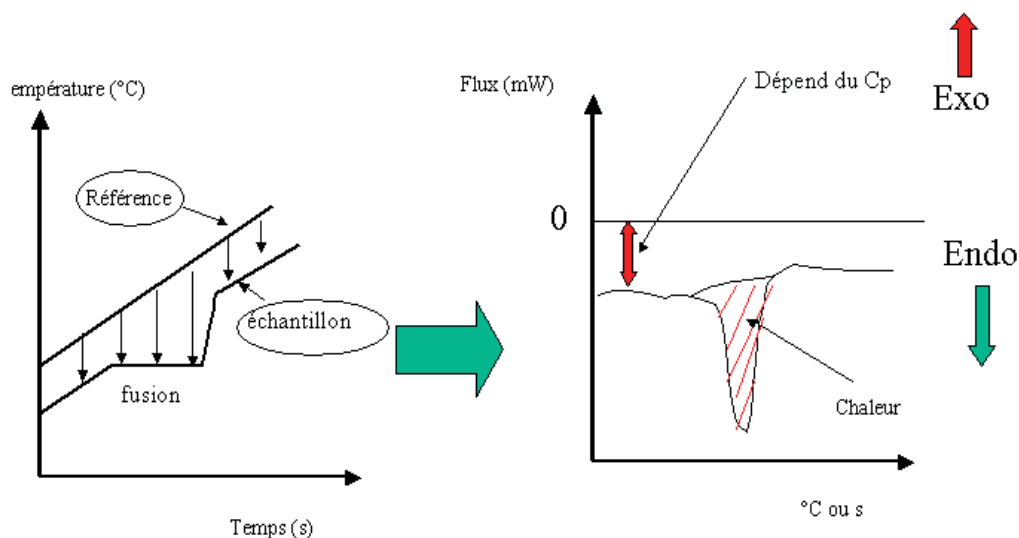
Figure 1. Géométrie schématique des éprouvettes  $R_x$ .

## 1- ANALYSE ENTHALPIQUE DIFFERENTIELLE (DSC)

### a- La DSC à flux de chaleur [1]

C'est le type de DSC le plus répandu et le plus courant que ce soit en recherche ou en industrie. Les deux creusets (échantillon et référence) sont placés dans un four programmable en température et muni d'un ensemble de thermocouples. La mesure primaire est une mesure de différence de températures entre l'échantillon ( $T_s$ ) et la référence ( $T_r$ ). Cette différence ( $T_s - T_r$ ) est mesurée grâce aux thermocouples et est transformée par étalonnage en flux de chaleur (mW). La figure (1) explique comment on passe de la différence ( $T_s - T_r$ ) aux thermogrammes.

Sur la partie gauche est représentée l'évolution des températures de la référence ( $T_r$ ) et de l'échantillon ( $T_s$ ) en fonction du temps. La température de la référence suit celle imposée au four (rampe croissante de température). La température de l'échantillon passe par un palier quand, par exemple, l'échantillon subit une fusion, phénomène endothermique (ou une cristallisation, phénomène exothermique). La différence ( $T_s - T_r$ ) est représentée par les flèches orientées vers le bas. Sur la partie de droite est représentée l'évolution de ( $T_s - T_r$ ) en fonction du temps ou de la température.



**Figure 1 :** Principe de la DSC à flux de chaleur. A gauche les programmes de température suivis par la référence et l'échantillon et droite, le thermogramme obtenu.



## ANNEXE II : Principes de certaines des techniques utilisées lors de cette Thèse

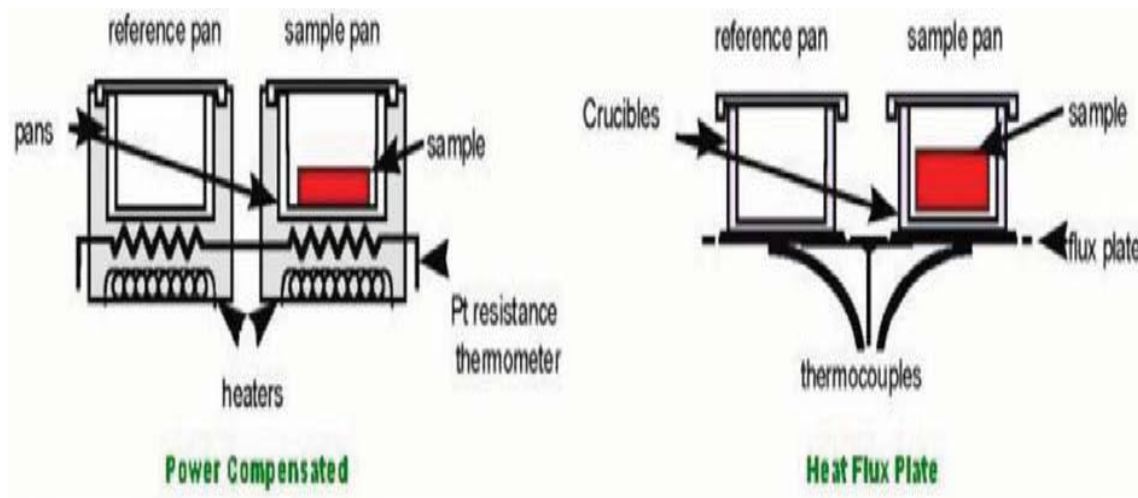
On voit (figure 1) que le déséquilibre en température entre l'échantillon et la référence dure tout le temps que prend la transition. L'enregistrement de ce déséquilibre, appelé thermogramme DSC, présente un pic représentatif de la transition. L'intégrale du pic (flux multiplié par un temps) est proportionnelle à la chaleur échangée lors de la transition. Le décalage du thermogramme par rapport au zéro est proportionnel à la différence des capacités calorifiques ( $C_{ps}-C_{pr}$ ). La différence de température mesurée est à l'origine d'un flux thermique dont la valeur est déterminée par étalonnage en utilisant des composés dont les énergies et les températures de transition sont connues avec précision (Indium, Zinc, Plomb...). Un dossier très complet sur la DSC et un ouvrage peuvent être consultés aux références.

### **b- la DSC à compensation de puissance**

La DSC à compensation de puissance permet de mesurer directement la puissance échangée par l'échantillon avec le milieu extérieur lors d'une transition. Comme le montre la figure 2, deux résistances chauffantes additionnelles (heaters) distinguent le four de cet appareil par rapport au four de la DSC à flux de chaleur classique. Ce sont ces deux résistances qui assurent la compensation de puissance. Supposons, par exemple, que l'échantillon (placé à droite dans le four) soit le siège d'une fusion. La fusion étant endothermique, la température de l'échantillon accusera un retard momentané par rapport à celle de la référence. Ce retard sera détecté par le thermomètre à résistance de platine (Pt résistance thermomètre). L'appareil déclenchera alors la résistance chauffante placée sous le creuset échantillon pour "compenser" le retard. L'énergie nécessaire à compenser le retard est égale à l'énergie de la transition (ici la fusion). Quand, au lieu d'avoir affaire à un phénomène endothermique, l'échantillon subit un phénomène exothermique (cristallisation, par exemple), c'est la résistance chauffante placée sous le creuset de la référence qui se mettra en action pour compenser l'avance en température que connaît l'échantillon à la suite de l'effet exothermique dont il est le siège. Etant donné que le dispositif mesure directement l'énergie échangée, il serait possible de se passer de l'étalonnage en énergie. Mais expérimentalement, il s'avère que les déséquilibres entre les creusets de la référence et de

## ANNEXE II : Principes de certaines des techniques utilisées lors de cette Thèse

l'échantillon ne soient pas dus uniquement aux effets thermiques liés à la transition mais aussi à des dissymétries qui tiennent aux différences entre les masses et les capacités calorifiques des creusets.



**Figure 2 :** Principe de la DSC. A droite la DSC à flux de chaleur. A gauche la DSC à compensation de puissance.

### **c- la DSC à modulation d'amplitude**

Les programmes de température utilisés en DSC sont classiquement faits d'une succession de rampes à pente positive ou négative et d'isothermes où la température est maintenue constante. Depuis deux décennies, une nouvelle approche de la DSC a été introduite par Reading et ses collaborateurs qui consiste en ce qui va porter plusieurs noms selon les constructeurs: TMDSC pour Temperature Modulated Differential Scanning Calorimetry, ADSC pour Alternative Differential Scanning Calorimetry... Pour explorer le caractère dynamique des phénomènes thermiques que subit un échantillon, une modulation sinusoïdale de la température (oscillation) est surimposée à la rampe linéaire conventionnelle. Les équations de base de la TMDSC découlent de ceux de la DSC conventionnelle et deviennent :

$$T_b(t) = T_0 + q * t + A_{T_b} * \sin(\omega t) \quad (1)$$

$$\frac{dQ}{dt} = C_p * [q + A_{T_b} * \omega * \cos(\omega t)] + f'(t, T) + A_k * \sin(\omega t) \quad (2)$$

## ANNEXE II : Principes de certaines des techniques utilisées lors de cette Thèse

$\frac{dQ}{dt}$  Désigne le flux de chaleur total.

$A_{T_b}$  L'amplitude de modulation de la température du bloc chauffant.

$w = \frac{2\pi}{p}$  La fréquence angulaire de modulation, p la période.

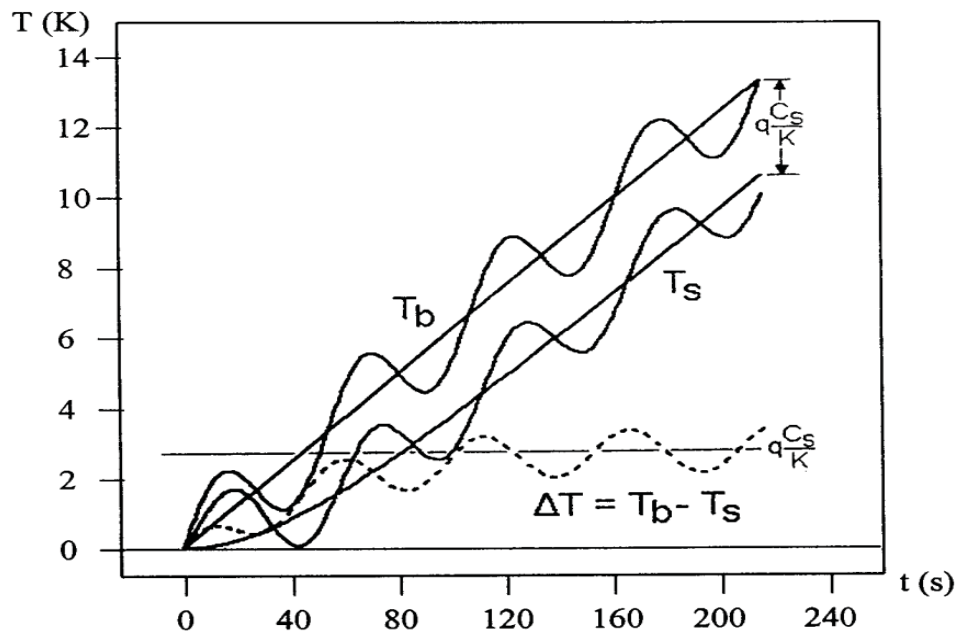
(q) la vitesse de chauffe.

Le terme  $[q + A_{T_b} * w * \cos(wt)]$  représente la vitesse instantanée.

$f'(t, T)$  la composante qui gouverne la réponse cinétique sans modulation de température et  $A_k$  l'amplitude de la réponse cinétique moyenne à la modulation de température. Ce dernier terme est souvent faible devant les autres ce qui permet de le négliger.

Le flux de chaleur exprime par l'Equation 2 est donc la combinaison de deux signaux :

le signal de base,  $C_p * q + f'(t, T)$  et le signal modulé  $A_{T_b} * w * \cos(wt) + A_k * \sin(wt)$ .



**Figure 3 :** Evolution de la température du bloc chauffant ( $T_b$ ) et de l'échantillon ( $T_s$ ) en TMDSC. La différence de ces deux températures est représentée en pointillés.

## ANNEXE II : Principes de certaines des techniques utilisées lors de cette Thèse

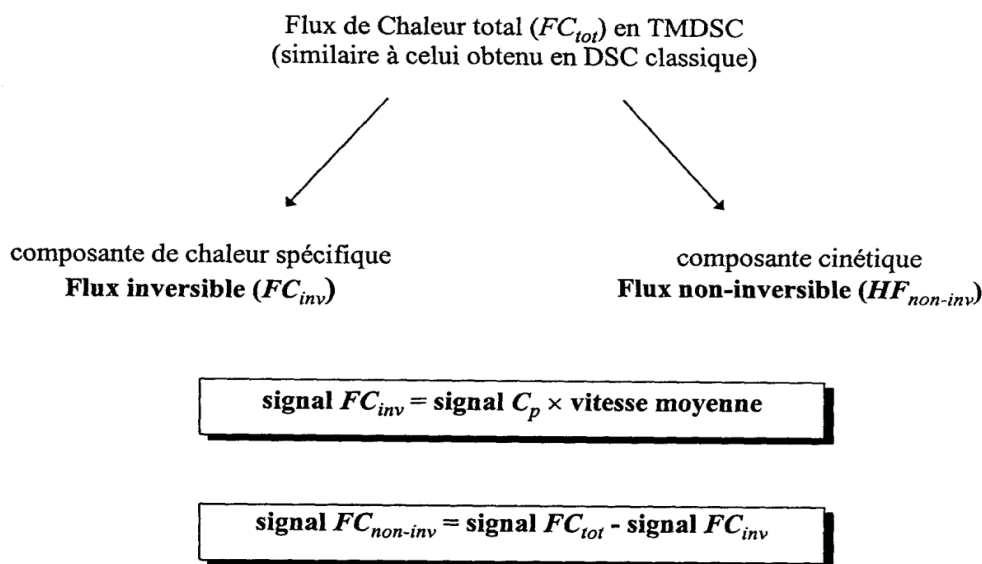
Les tracés obtenus en TMDSC sont tous calculés à partir de la connaissance des trois signaux que sont le temps, le flux thermique modulé et la température modulée de l'échantillon. Le traitement des signaux modules de la température et du flux à l'aide de la Transformée de Fourier permet de déterminer les grandeurs moyennes correspondantes et les amplitudes des modulations associées. A partir du flux modulé, on accède ainsi au flux de chaleurs globales ou total ( $FC_{tot}$ ). Ce flux de chaleur est similaire à celui obtenu en DS conventionnelle. A partir de ce flux on peut calculer, moyennant un étalonnage adéquat, la capacité calorifique de l'échantillon.

Dans la technique TMDSC, la détermination de la capacité calorifique permet de séparer le flux de chaleur total ( $FC_{tot}$ ) en deux contributions : la composante de chaleur spécifique (composante qui sera appelée « inversible ») et la composante cinétique (composante dite « non-inversible »). Quand on chauffe un échantillon dans un domaine de température où l'on observe aucune réaction chimique, alors l'énergie qu'il absorbe lorsque la température augmente est gouvernée par la capacité calorifique qui est elle-même déterminée par le mode de vibration existant dans le composé. Lorsque la température croît et qu'il y a réaction, l'énergie mise en jeu est de nature différente ; la vitesse de la réaction est gouvernée par la fraction de molécules qui ont suffisamment d'énergie pour passer la barrière d'activation (déterminé par la température à chaque instant). Ces deux phénomènes contribuent au signal du flux de chaleur mais ils répondent de manière différente aux changements de régime de chauffe. C'est pour cette raison que l'on peut séparer les deux phénomènes en TMDSC.

La composante inversible est en phase avec le signal enregistré. Les transitions qui dépendent de la vitesse de chauffe peuvent être « cyclisées » par une alternance chauffage refroidissement. On peut citer, par exemple, la transition vitreuse et la fusion. Dans la majeure partie des cas, les phénomènes « inversibles » sont les transitions proches de la réversibilité thermodynamique. La composante « non-inversible » dépend uniquement de la température absolue et n'est pas en phase avec le signal. Les transitions dépendant de la température, une fois initiées, ne peuvent être « cyclisées ». En général, les transitions

## ANNEXE II : Principes de certaines des techniques utilisées lors de cette Thèse

irréversibles en terme thermodynamiques apparaissent dans cette composante non-inversible.



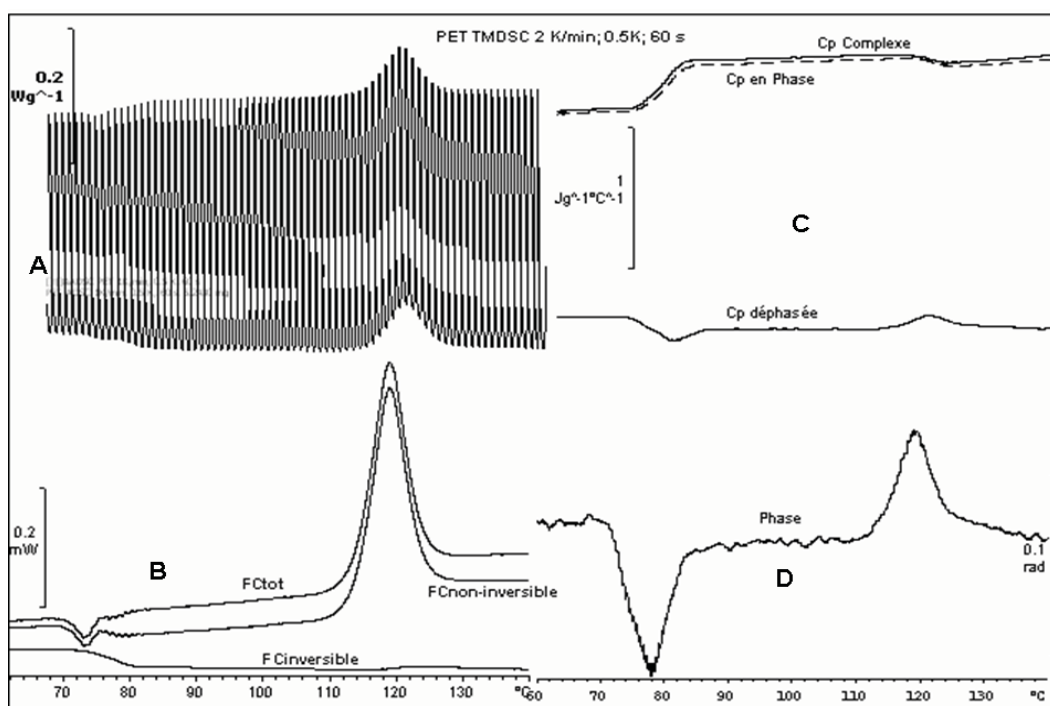
**Figure 4 :** Principe de la décomposition du flux de chaleur total ( $FC_{tot}$ ) en ses deux composantes : le flux de chaleur inversible ( $FC_{inv}$ ) et le flux de chaleur non-inversible ( $FC_{non-inv}$ )

On voit donc que, pour une même analyse thermique, alors que la DSC ne permet d'obtenir que le signal de chaleur total, la TMDSC présente l'avantage d'offrir une information plus ample à savoir le flux de chaleur modulé, le flux de chaleur moyen (similaire à celui de la DSC), la capacité calorifique, le flux de chaleur inversible et non inversible. Le principe de la détermination de ces deux dernières contributions est indiqué sur la figure 4.

La figure 5 montre un exemple d'application. Un échantillon de PET, a été soumis à la TMDSC. Seul le domaine de température encadrant la transition vitreuse et la cristallisation froide ( $60^{\circ}\text{C}$  à  $140^{\circ}\text{C}$ ) a été exploré. La vitesse moyenne était de  $2^{\circ}\text{C}/\text{min}$ , l'amplitude de  $0.5^{\circ}\text{C}$  et la période de 60 s. La partie de la figure 5 désignée par la lettre (A) représente le thermogramme TMDSC brut montrant le signal du flux de chaleur modulé. On y distingue, entre  $70^{\circ}\text{C}$  et  $80^{\circ}\text{C}$  une dépression correspondant à la transition vitreuse et

## ANNEXE II : Principes de certaines des techniques utilisées lors de cette Thèse

à 120°C un pic exothermique correspondant à la cristallisation. L'exploitation de cet enregistrement, par application de transformée de Fourier, a permis d'obtenir les graphes repérés par (B), (C) et (D). La partie (B) montre le flux de chaleur total ( $FC_{tot}$ ) qui est similaire à celui obtenu en DSC conventionnelle. On y distingue notamment une transition vitreuse superposée à un pic endothermique correspondant à des phénomènes de relaxation enthalpiques des chaînes macromoléculaires suivie du pic exothermique de la cristallisation froide. La séparation de ce signal en ses deux composantes, flux de chaleur inversible ( $FC_{inv}$ ) et non-inversible ( $FC_{non-inv}$ ), permet d'isoler le signal de la transition vitreuse de celui de la relaxation enthalpiques.



**Figure 5 :** Thermogramme en TMDSC du PET avec une vitesse de chauffe moyenne ( $q$ ) de 2°C/min, une amplitude ( $AT$ ) de 0.5 °C et une période ( $p$ ) de 60 s. (A) représente le flux de chaleur modulé brut. (B) les flux de chaleur obtenus à partir de (A) par transformée de Fourier. (C) représente les signaux de capacité calorifique. (D) représente le déphasage  $\phi$  de la température de l'échantillon.

## ANNEXE II : Principes de certaines des techniques utilisées lors de cette Thèse

En effet le  $FC_{inv}$  ne présente plus que la variation de ligne de base caractéristique de la transition de second ordre qu'est la transition vitreuse. La partie (C) montre les tracés de la capacité calorifique du matériau en fonction de la température. On y distingue la capacité calorifique globale ( $C_p$  complexe), sa composante en phase avec la sollicitation thermique et sa composante déphasée par rapport à cette même sollicitation. Le saut de  $C_p$ , caractéristique de la transition vitreuse est ici nettement défini. La partie (D) donne l'évolution du déphasage en fonction de la température. Les deux événements thermiques que sont la transition vitreuse et la cristallisation froide sont nettement visibles par des pics de phase particulièrement marqués.

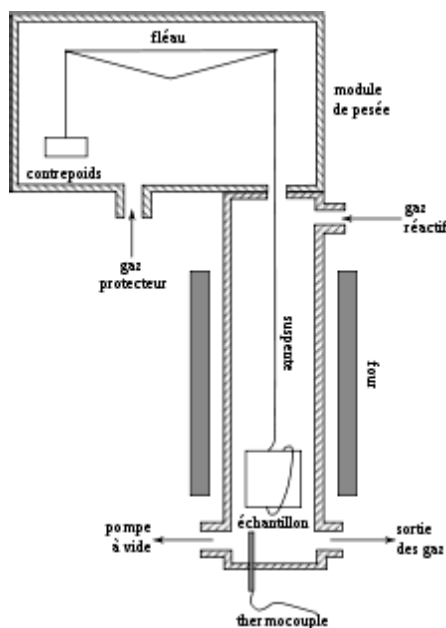
### **d- la DSC à modulation de fréquence (Topem).**

La DSC à modulation de fréquence est une évolution de la DSC à modulation de température (TMDSC). En plus de la modulation de l'amplitude des variations de température, comme c'est le cas en TMDSC, il est introduit une modulation de leur fréquence. Il est ainsi possible, par cette technique, de séparer les phénomènes sensibles à la fréquence des sollicitations thermiques de ceux qui ne le sont pas. Des revues détaillées sur cette technique peuvent être consultées aux références. La dénomination Topem est une marque du premier fabricant à avoir mis cette technique sur le marché.

## **2- L'ANALYSE THERMOGRAVIMETRIQUE (ATG)**

### **a- principe de l'ATG**

L'analyse thermogravimétrique consiste à suivre l'évolution du poids d'un échantillon soumis à un programme de température (dynamique ou isotherme) et maintenu sous une atmosphère donnée (oxydante, inerte, hydratante...).



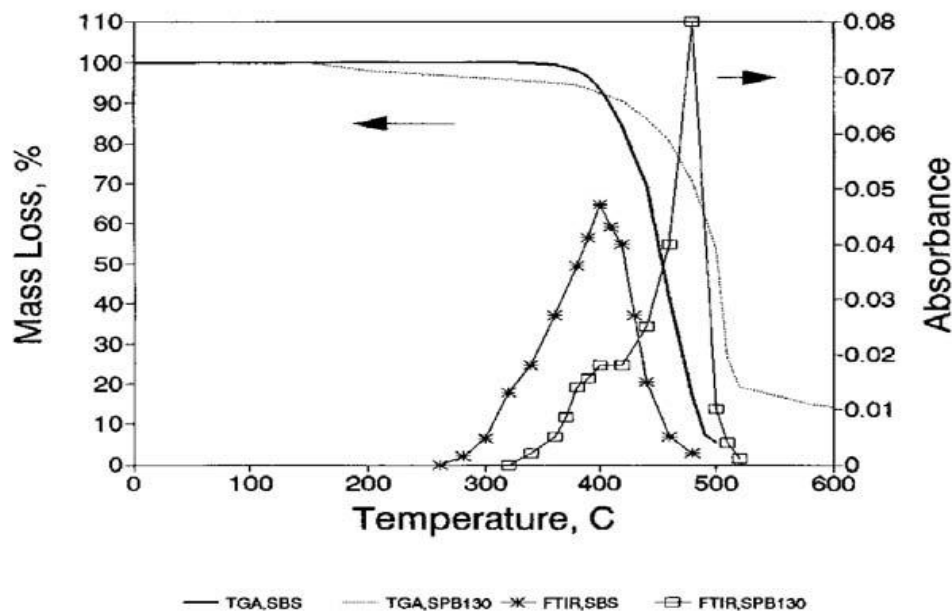
**Figure 6** : Schéma de principe de l'Analyse thermogravimétrique (ATG)

### **b- stabilité des polymères à l'oxydation suivie par ATG**

De nombreux auteurs ont utilisé l'ATG pour évaluer la stabilité des polymères vis-à-vis de l'oxydation et pour comparer l'efficacité relative des antioxydants utilisés pour stabiliser ces matériaux. Par des méthodes dites isoconversionnelles, on arrive à accéder à de nombreux paramètres cinétiques tels l'énergie d'activation et le facteur pré-exponentiel dans la formule d'Arrhenius. Il convient, cependant, de se poser la question de la représentativité de tels tests par rapport au vieillissement naturel, comme le fait Celina dans sa revue sur les méthodes de vieillissement accéléré.

L'ATG a aussi été, très avantageusement, couplée à la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (ATG-IRTF) pour élucider les mécanismes de dégradation des certains polymères. Dans ce couplage, les gaz émis lors de la décomposition de l'échantillon sont envoyés dans une cellule IR. Ce dispositif permet de corréler les pertes de masse, mesurées par ATG, aux bandes de vibration caractéristiques de fonctions chimiques enregistrées en IRTF.





**Figure 7** : pertes de masse (ATG) et bandes de vibration IR obtenues lors d'une expérience d'ATG/IRTF. On voit que les sommets des bandes correspondent bien aux pertes de masse.

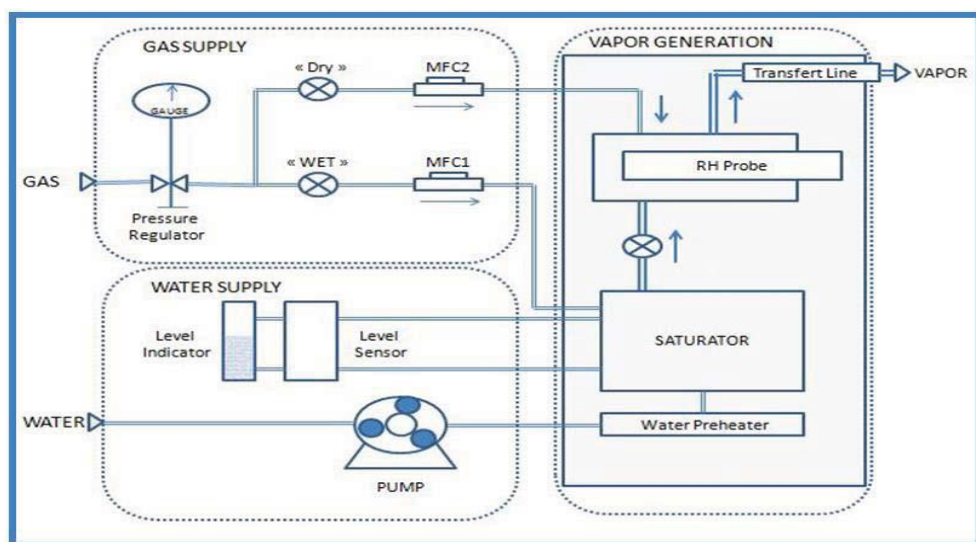
La figure 7 montre un exemple d'exploitation des résultats obtenus par un tel couplage. Les maxima des bandes de vibration IR (symboles) correspondent parfaitement aux pertes de masse relevées sur les thermogrammes ATG (lignes continues). Plus récemment, la cellule de mesure utilisée lors du couplage ATG/FTIR pour analyser les gaz a été adaptée pour servir d'enceinte de vieillissement photochimique en thermo et photo-oxydation.

### c- Le couplage Humidité/ATG

Comme nous l'avons vu plus haut, l'eau est un facteur important dans le processus de vieillissement des polymères (vieillissement hydrique). L'eau agit comme agent de vieillissement chimique (hydrolyse) et physique (gonflement, absorption, désorption...). Par ailleurs, la diffusion de l'eau et sa solubilité au sein des polymères est une problématique importante pour l'usage de ces matériaux et notamment dans leur fonction de barrière quand ils sont utilisés comme emballage.

## ANNEXE II : Principes de certaines des techniques utilisées lors de cette Thèse

Pour mener l'étude des interactions eau/polymère, un couplage entre un analyseur thermogravimétrique (ATG) et un générateur d'humidité est mis sur le marché. Les deux appareils sont reliés par l'intermédiaire d'une interface qui gère le taux d'humidité à l'intérieur du four de l'ATG et contrôle la composition des mélanges gazeux produits par le générateur.



**Figure 8** : Schéma synoptique de la production de la vapeur d'eau à taux d'humidité contrôlé par le générateur de vapeur.

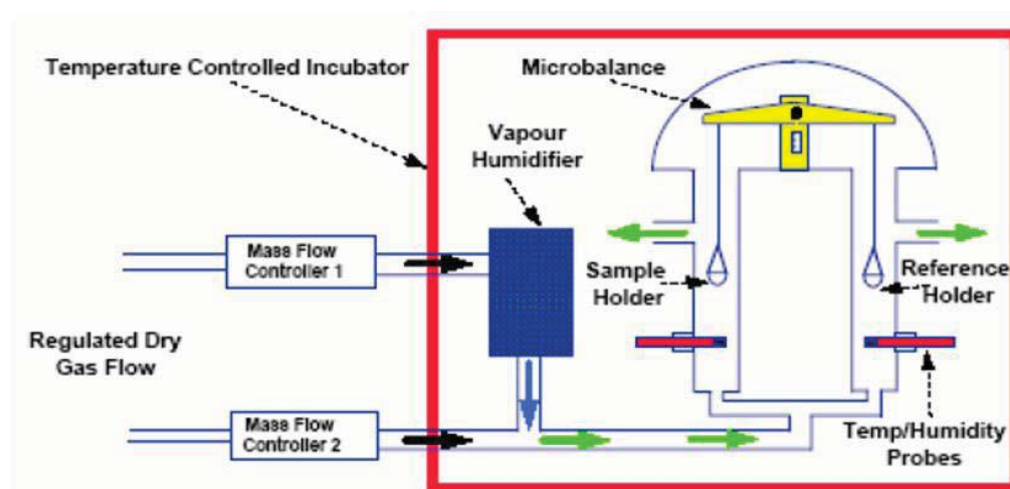
Pour produire une atmosphère à taux d'humidité contrôlé, le générateur mélange de la vapeur d'eau avec un gaz sec (N<sub>2</sub> ou CO<sub>2</sub>). Comme le montre le schéma de la figure 8, deux lignes convergent vers la ligne de transfert. La première provient du gaz (Gas).

Elle est divisée en deux affluents, le premier (wet) se charge en humidité en passant dans le saturateur alors que le second reste sec (dry). Le mélange de ces deux affluents permet de contrôler le taux d'humidité. La ligne qui provient de la réserve d'eau permet d'alimenter le saturateur. La difficulté principale de ce montage réside dans l'influence de la température. Il s'agit de "fabriquer" une atmosphère à un taux d'humidité donné et de la transférer depuis le générateur jusqu'au four de l'ATG sans provoquer de la condensation ni s'écarter de la température de consigne. Le transfert est assuré par une ligne thermostatée dédiée. Pour contrôler la qualité de l'atmosphère, une deuxième sonde d'humidité est placée

## ANNEXE II : Principes de certaines des techniques utilisées lors de cette Thèse

à l'intérieur du four ATG. Elle permet un deuxième asservissement du générateur qui pourrait corriger le taux d'humidité réel et l'ajuster à la valeur de consigne.

Dans ce montage, l'ATG est utilisée comme microbalance permettant de suivre la prise ou la perte de masse de l'échantillon. L'analyseur ATG utilisé ici (Mettler Toledo) est couplé avec un dispositif DSC incorporé. Dans ce couplage, le bras de la microbalance porte deux creusets, un pour l'échantillon et le second pour la référence. Comme en DSC classique, chaque creuset est posé sur une nappe de thermocouples permettant de mesurer le flux thermique échangé entre l'échantillon et la référence pendant l'exécution du programme de température. Le signal DSC apporte, pour cette application, des informations très utiles quant à l'absorption ou la désorption de l'eau.



**Figure 9** : Schéma de principe d'un dispositif DVS (Dynamic Vapor System)

Pour étudier les phénomènes de sorption de l'eau par les matériaux, il existe un dispositif expérimental dédié appelé "Dynamic Vapor Sorption" (DVS) dont le schéma de principe est détaillé sur la figure 9. Il s'agit d'une microbalance différentielle entourée d'une enceinte instrumentée permettant le contrôle et le maintien d'une atmosphère d'humidité relative donnée, la référence, donne quelques résultats obtenus par cette technique dans le cas du Nafion. On trouvera aussi les détails de l'utilisation de cet appareil dans la thèse de Grégory Marque.

## الملخص:

في عمليات التصنيع، أجزاء ومكونات عديدة تصنع في أشكال مختلفة من خلال تطبيق قوى خارجية إلى القطعة، وعادة عن طريق مختلف الأدوات والقوالب. والأمثلة الشائعة لهذه العمليات، البثق، السكب، تمديد والتصفيح. ويمكن تنفيذ عمليات تشكيل في درجة حرارة الغرفة أو في درجات حرارة مرتفعة، وعند سرعات تشوه مختلفة. وتستخدم هذه العمليات أيضا في تشكيل وصياغة المواد غير المعدنية مثل البلاستيك والسيراميك. ومع ذلك، تتأثر عمليات تشكيل البوليمرات في الحالة الصلبة من ظواهر عدم الاستقرار البلاستيكية. يتم تفسير هذه الظواهر على أساس قانون السلوك الجوهري للمواد الذي يعبر عن تأثير تشوه وسرعة تشوه على إجهاد الخضوع البلاستيكي. هذا القانون يعكس بشكل مباشر التغيرات الهيكلية التي واجهتها المواد في ظل ظروف الاختبار. كما انه يعطي المعلومات اللازمة لنمذجة عدم الاستقرار باستخدام التقنيات الحاسوبية ونذكر على سبيل المثال طريقة العناصر المحددة.

*الكلمات المفتاحية: البوليمر غير متبلور، الضرر، السلوك الميكانيكي،*

## Abstract:

In manufacturing operations, numerous parts and components are formed into different shapes by applying external forces to the workpiece, typically by means of various tools and dies. Common examples of such operations are forging, extruding, drawing and rolling. Forming operations may be carried out at room temperature or at elevated temperatures, and at a low or a high rate of deformation. These operations are also used in forming and shaping non-metallic materials such as plastics and ceramics.

However, the processes of working of polymers in a solid state are affected by phenomena of plastic instabilities. These phenomena are interpreted based on intrinsic law of behavior of the material, which expresses the influence of the deformation and the rate of deformation on the plastic yield stress. This law directly reflects the structural modifications undergone by material under the condition of the test. In addition, She gives the necessary information to the modeling of instabilities using techniques of calculation such as the finite element method.

*Keywords: amorphous polymer, damage, mechanical behavior, modeling*

## Résumé :

Dans les opérations de fabrication, de nombreuses pièces et des composants sont formés dans des formes différentes en appliquant des forces externes à la pièce, typiquement au moyen de différents outils et moules. Des exemples courants de ces opérations sont le forgeage, tréfilage, l'extrusion, et le laminage. Les opérations de formage peuvent être effectuées à température ambiante ou à des températures élevées et pour des petits et grandes vitesses de déformation. Ces opérations sont également utilisées dans la formation et la mise en forme des matériaux non métalliques tels que les polymères et des céramiques. Cependant Les procédés de mise en forme des polymères à l'état solide sont affectés par des phénomènes d'instabilités plastiques. Ces phénomènes sont interprétés sur la base de la loi de comportement intrinsèque du matériau qui exprime l'influence de la déformation et de la vitesse de déformation sur la contrainte d'écoulement plastique. Cette loi reflète directement les modifications structurales subies par le matériau dans les conditions de l'essai. Par ailleurs, elle donne les informations nécessaires à la modélisation des instabilités à l'aide de techniques de calcul tel que la méthode des éléments finis.

*Mots clés : polymère amorphe, endommagement, comportement mécanique, modélisation*