

23ème COLLOQUE ANNUEL DU
GROUPE FRANCAIS DE RHEOLOGIE

BORDEAUX - Octobre 1988

**ENDOMMAGEMENT ET
RHEOLOGIE DES SOLIDES**

**DAMAGE AND RHEOLOGICAL
BEHAVIOURS OF SOLIDS**

Tome 1

Organisé par le Laboratoire de Mécanique Physique , Université de Bordeaux I
avec le concours de l'Association Universitaire de Mécanique, la D.R.E.T.,
le Conseil Général de la Gironde, de la S.E.P.

Textes réunis par A. Gérard, J.L. Lataillade, J. Pouyet

23ème COLLOQUE ANNUEL DU
GROUPE FRANCAIS DE RHEOLOGIE

BORDEAUX - Octobre 1988

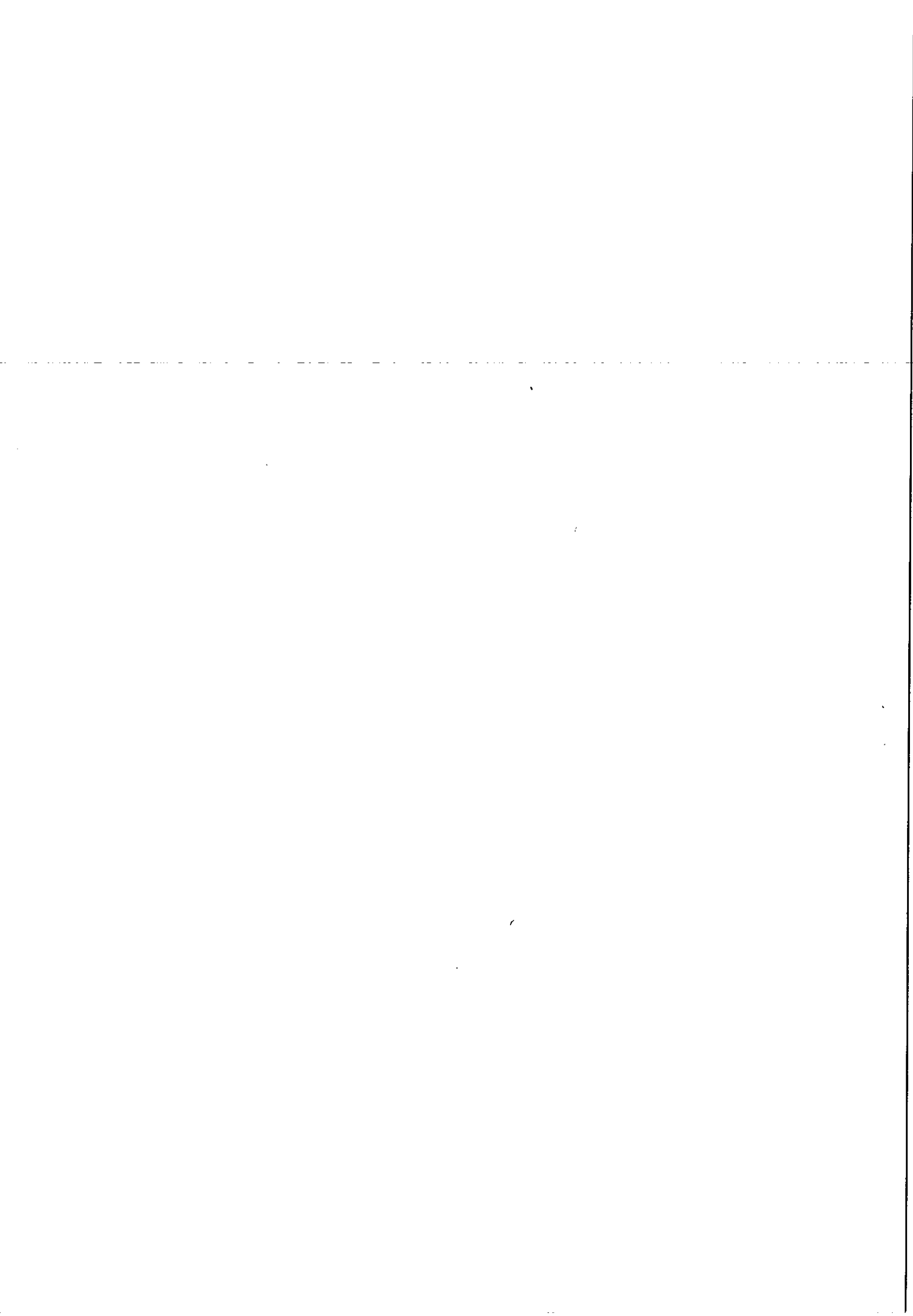
ENDOMMAGEMENT ET
RHEOLOGIE DES SOLIDES

DAMAGE AND RHEOLOGICAL
BEHAVIOURS OF SOLIDS

Tome 1

Organisé par le Laboratoire de Mécanique Physique , Université de Bordeaux I
avec le concours de l'Association Universitaire de Mécanique, la D.R.E.T.,
le Conseil Général de la Gironde, de la S.E.P.

Textes réunis par A. Gérard, J.L. Lataillade, J. Pouyet



Avant - propos

Lorsque j'ai demandé à M. Lataillade de proposer un thème pour le 23 ème Colloque Annuel du Groupe Français de Rhéologie c'était pour deux raisons. La première était qu'il convenait de rétablir un équilibre entre thèmes de la rhéologie en faisant appel aux solides, les deux précédents colloques ayant été consacrés aux fluides ; la seconde était que je pouvais faire confiance au dynamisme de M. Lataillade et de ses collègues du Laboratoire de Mécanique Physique de l'Université de Bordeaux I pour l'organisation de cette rencontre.

Ces deux objectifs non seulement ont été atteints mais on peut maintenant affirmer qu'ils ont été dépassés dans deux directions. La première a été l'ouverture du Colloque à l'Association Universitaire de Mécanique (A. U. M.) et ceci a été symbolisé en faisant assurer conjointement la Présidence du Colloque par le Président de l'A. U. M. et par celui du G. F. R. . La seconde a été l'établissement d'un record dans les annales du Groupe : la publication du texte des conférences et des communications dès l'ouverture du Colloque.

Revenons aux objectifs initiaux : thème concernant la Rhéologie des Solides et organisation du Colloque. L'idée de focaliser les présentations sur un rapprochement de l'étude des phénomènes d'endommagement, lesquels sont au coeur de l'utilisation industrielle des matériaux solides et de l'incidence de cet endommagement sur leurs propriétés rhéologiques, nous ont amenés à explorer un domaine scientifique passionnant car son contenu est riche et ses frontières sont encore très mal connues.

Quant à l'organisation du Colloque nous ne pouvons que louer nos hôtes pour le respect des horaires de son déroulement dans des conditions qui furent difficiles, pour l'atmosphère cordiale qui a régné entre tous les participants, pour la visite très instructive du Laboratoire de Mécanique Physique et pour les manifestations orientées vers les activités culturelles qui font la renommée de la région bordelaise à savoir : son sens des relations humaines et sa gastronomie couronnée de ses vins fameux.

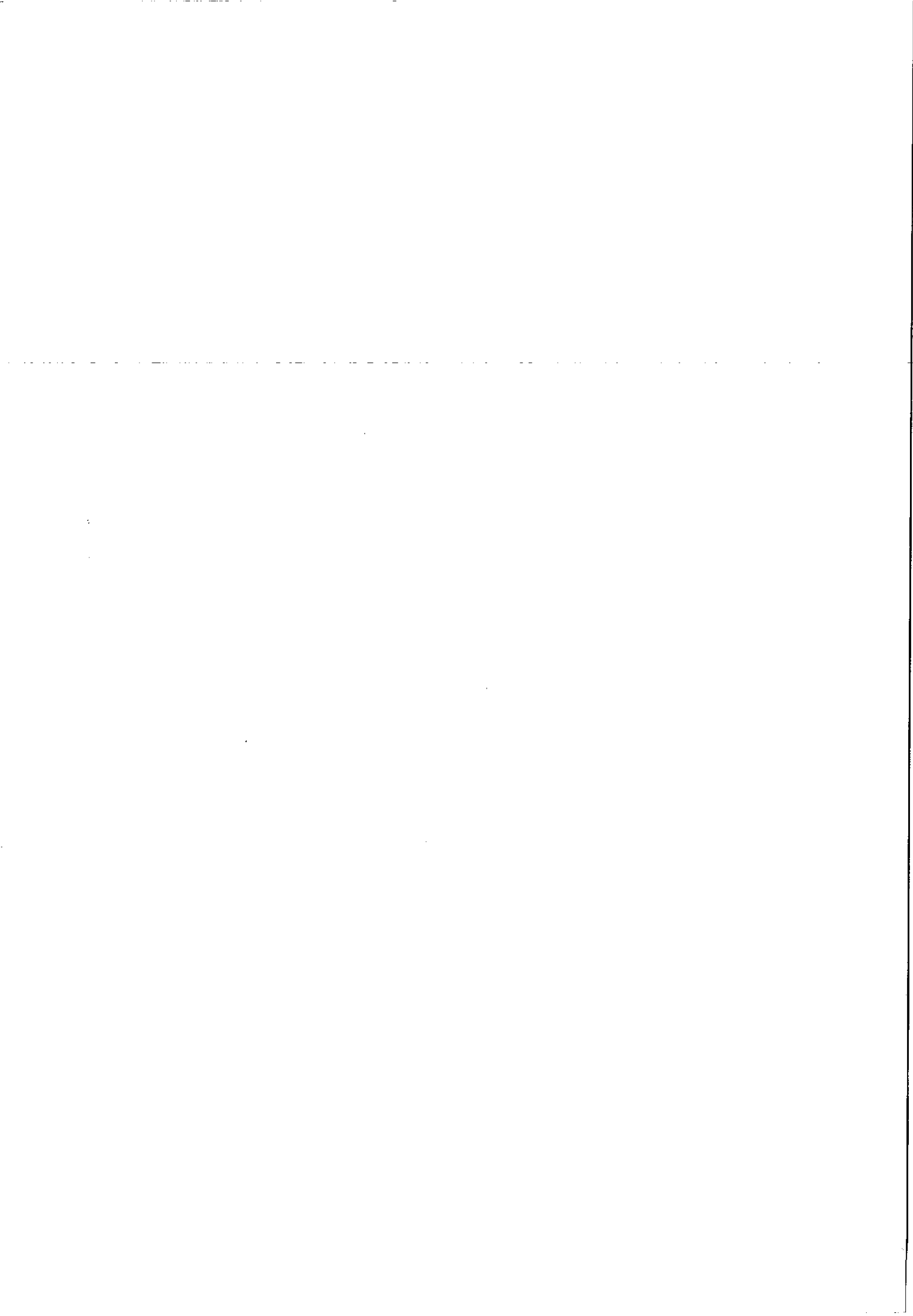
Je ne voudrais pas terminer ces quelques lignes sans remercier chaleureusement tous ceux qui ont collaboré ou concouru à la réussite de ce Colloque. Que se soient tout d'abord MM. les Professeurs Gérard, Pouyet et Lataillade, le personnel du Laboratoire de Mécanique Physique, MM. les Professeurs Lascombe et Ducassou respectivement Présidents des Universités de Bordeaux I et II, la D.R.E.T., le Conseil Général de la Gironde, la Société Européenne de Propulsion et l'Université de Bordeaux I.

Je tiens à remercier avec la même attention tous les Présidents de séances, conférenciers et communicants qui ont rendu si vivant et attrayant ce Colloque, ainsi que les exposants qui ont permis aux participants de connaître ces instruments de mesure grâce auxquels, pour une part, la rhéologie est une science quantitative.

Fait à Paris, le 23 décembre 1988

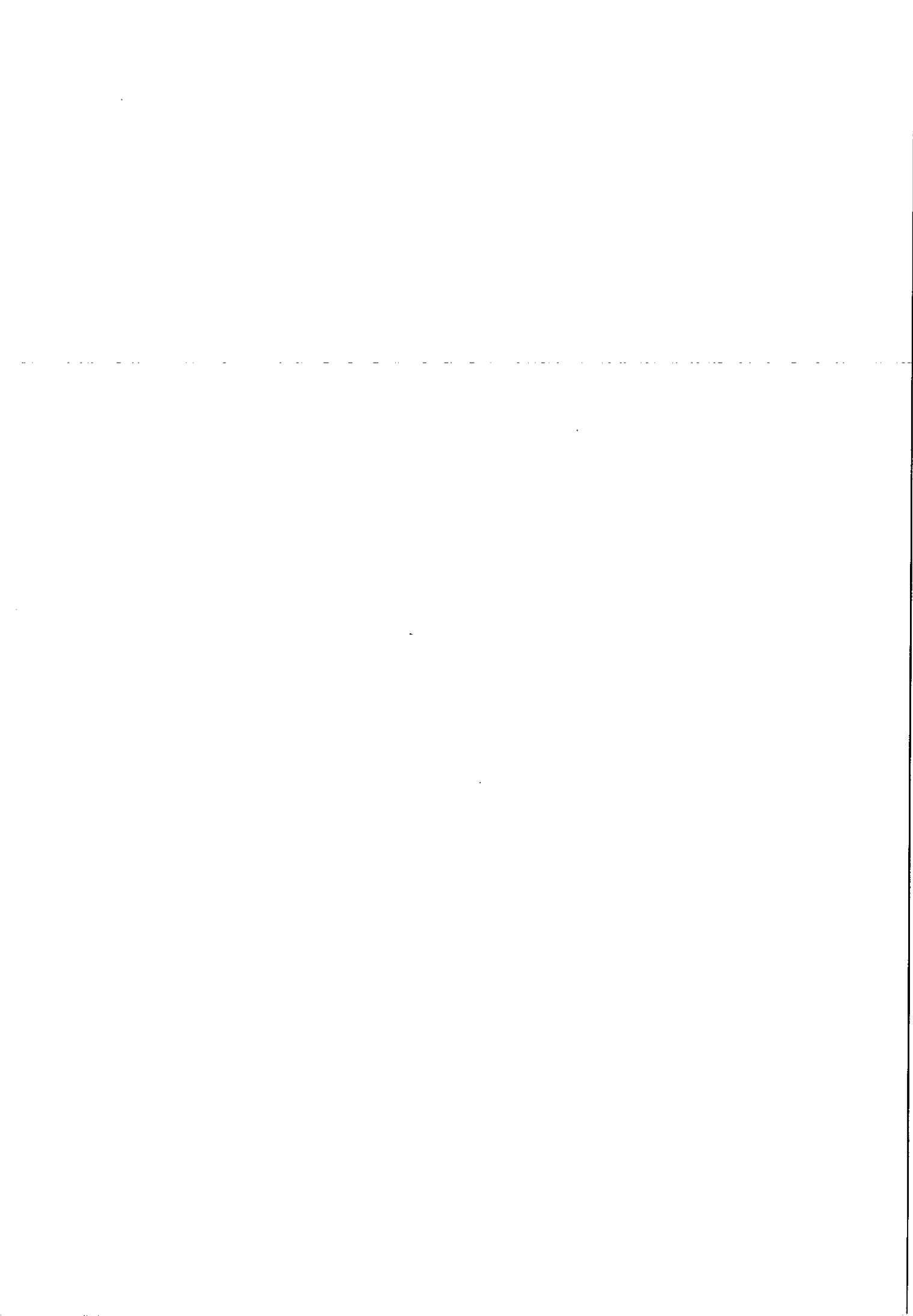
D. BOURGOIN

Président du G. F. R.

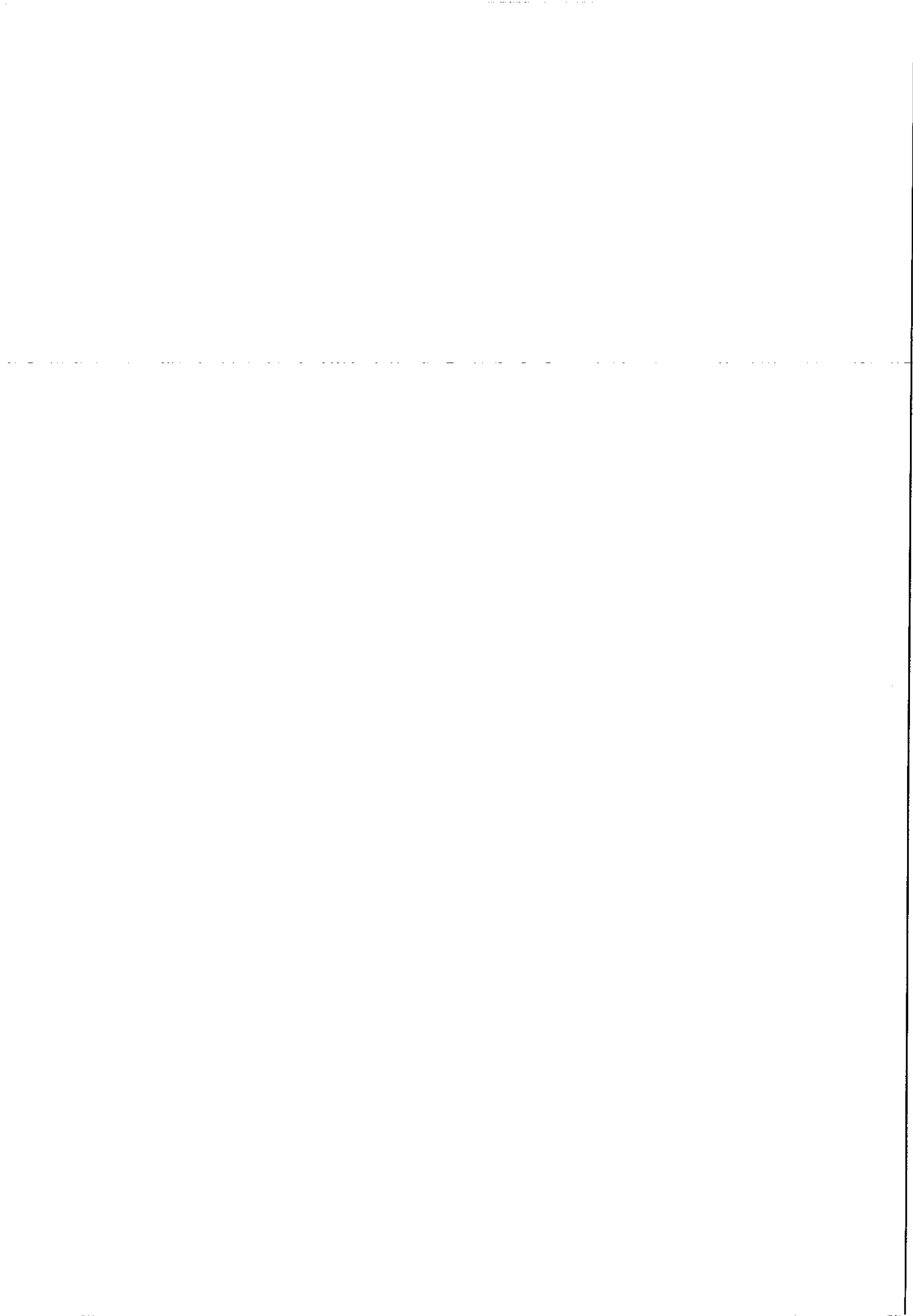


SOMMAIRE

- 1 - 1 Etude in-vivo de l'érosion de matériaux composites carbone-carbone à l'aide d'implants marqués ^{14}C .
MORE N., BAQUEY Ch., et ali. INSERM, Université de Bordeaux II.
- 2 - 1 Evaluation des propriétés mécaniques de matériaux cellulosiques et perspectives d'applications originales de ces matériaux en chirurgie orthopédique.
BARBIE Ch., CHAUVEAUX D. et ali., INSERM, Université de Bordeaux II.
- 3 - 1 Effet du rayonnement γ et de la teneur en soufre sur les propriétés mécaniques du biomatériau "élastine-fibrine".
BARBIE Ch., ANGIBAUD C., et ali., INSERM, Université de Bordeaux II.
- 4 - 1 Détermination des contraintes résiduelles dans un composite métallique.
BOUDET R., et ali., IUT. A de Toulouse.
- 5 - 1 Propriétés mécaniques dynamiques d'un composite unidirectionnel PA66/fibres de verre - influence de l'ensimage des fibres et des additifs introduits dans la matrice.
CHAUCHARD J., CINQUIN J., et ali., Université C. Bernard, Lyon I.
- 6 - 1 Mécanismes d'endommagement en fatigue des matériaux composites à renfort unidirectionnel.
FLORE L., VINCENT L., Ecole Centrale de Lyon.
- 7 - 1 Essai de délaminage en mode I et II sur matériaux composites - Etude des critères G_{IC} et G_{IIC} .
GIRARDOT V., BATHIAS C., UTC Compiègne. } ANNULÉE
- 8 - 1 Influence des charges minérales sur le comportement mécanique d'un joint collé cisailé en traction.
LUKOWIAK W., COLLOT C., et ali., Lab. Science des Matériaux, Reims.
- 9 - 1 Méthode de caractérisation de l'endommagement par choc de matériaux composites à matrice non organique.
MACKÉ T., QUENISSET J.M., IUT. A Bordeaux.
- 10 - 1 Une analyse des effets acousto-élastiques.
EL GUERJOURA R., Mécanique Physique, Bordeaux I.
- 11 - 1 Comportement du béton endommagé. Modélisation mécanique. Mesures ultrasonores.
BERTHAUD Y., MAZARS J. et ali., ENS Cachan.



- 12 - 1 L'émission acoustique pour l'étude de la corrosion sous contrainte : intérêt de la technique.
ROTHERA.R., INSA Lyon.
- 13 - 1 Calcul des contraintes microscopiques dans un barreau composite en flexion trois points- prévision de l'endommagement.
DEVRIES F., LENE F., Université Pierre et Marie Curie, Paris.
- 14 - 1 Endommagement et rupture des composites stratifiés.
ALLIX O., LADEVEZE P. et ali., ENS Cachan.
- 15 - 1 Caractérisation extrême de la répartition des déformations dans un polycristal déformé plastiquement.
ARMINJON M., CEMEF, Sophia Antipolis, Valbonne.
- 16 - 1 Anisotropie du comportement élastoplastique induite en grandes déformations plastiques.
CORVASCE F., KRIER J. et ali., Inst. de Génie Mécanique et Productique, Metz.
- 17 - 1 Modélisation des couplages gonflement-hygrométrie et endommagement, hygrométrie pour un matériau candidat à la barrière ouvragée.
LAHLOU R., BROU D. et ali., CEA et ESME Orléans.
- 18 - 1 Sur l'évolution des matériaux à dissipation simple.
FEDELICH B., EHRLACHER A., CERAM, Ecole des Ponts et Chaussées, Noisy le Grand.
- 19 - 1 Influence de l'environnement sur les propriétés de fissuration par fatigue d'un alliage d'aluminium-lithium le 8090.
GOUNET-LESPINASSE G., BATHIAS C., UTC Compiègne.
- 20 - 1 Comportement dynamique des films protecteurs lors de la corrosion sous contrainte.
OLTRA R. et INDRIANJAFYG.M., Université de Dijon.
- 21 - 1 Etude des transistions de faciès de fissuration d'un acier 17-12 Mo dans des solutions de $MgCl_2$.
HASNI L., NOEL D., EDF, Centre des Renardières, Moret-sur-Loing.
- 22 - 1 Contraintes initiales dans le béton.
TORRENTI J.M., ACKER P., BOULAY C., Laboratoire des Ponts et Chaussées, Paris.
- 23 - 1 Problème de l'inclusion hétérogène viscoplastique.
BRULE A., MOLINARI A., Inst. Sup. de Génie Mécanique et Productique, Metz.
- 24 - 1 Comportement des roches à forte susceptibilité de fissuration, grès de Fontainebleau.
IKOGOU S., SHAO J.F. et ali., EUDIL, Villeneuve d'Ascq.



ETUDE IN VIVO DE L'EROSION DE MATERIAUX COMPOSITES
CARBONE-CARBONE A L'AIDE D'IMPLANTS MARQUES AU ^{14}C

N.MORE*, Ch. BAQUEY*, X. BARTHE*, F. ROUAIS*
J. RIVEL**, M. TRINQUECOSTE***, A. MARCHAND***

* Unité 306-INSERM - Laboratoire de Biophysique

Université de Bordeaux II, 146, rue Léo-Saignat, F33076 BORDEAUX

** Laboratoire d'Anatomie Pathologique

Université de Bordeaux II, 146, rue Léo-Saignat, F33076 BORDEAUX

*** Centre de recherche Paul Pascal - CNRS - Domaine Universitaire
F33405 TALENCE

Résumé

Les travaux accomplis sur l'étude de la biocompatibilité des matériaux carbonés montrent que ces derniers sont en général bien tolérés (1) mais que certaines incertitudes concernant leur érosion in vivo et le devenir des particules résultantes, doivent être éclaircies (2,3).

Nous étudions ces phénomènes à l'aide d'implants en matériaux composites carbone-carbone superficiellement dopés au ^{14}C .

Ces matériaux sont spécialement préparés en utilisant les processus habituels de fabrication des matériaux composites carbone-carbone. Les échantillons implantés chez des rats présentent des modifications de leur radioactivité mesurable à l'aide d'une méthode de détection appropriée, ce qui prouve l'érosion de ce matériau.

Pour révéler la présence de carbone à distance de l'implant des autoradiographies du corps entier de l'animal sont réalisées ainsi que des histo-autoradiographies des tissus péri-implantaires.

Les premières études semblent montrer que l'essentiel des particules érodées est retenu dans la capsule fibreuse qui entoure l'implant. Des techniques de diffraction d'électrons associées à la microscopie électronique ont été envisagées pour nous permettre de caractériser la nature fibreuse ou pyrolytique du carbone présent dans la capsule.

Des études sont prévues pour tenter d'élucider le mécanisme de cette érosion qui est susceptible, comme dans les expériences qui seront présentées, d'apparaître sans sollicitation mécanique particulière.

STUDY OF THE IN VIVO EROSION OF CARBON-CARBON MATERIALS
USING ^{14}C LABELLED IMPLANTS

Abstract

Many investigations show the good biocompatibility of carbon materials (1) but several uncertainties concerning the in vivo erosion of carbon-carbon composite materials and the outcome of the resulting particles have to be resolved (2,3). We are studying these phenomena with implants superficially doped with ^{14}C , specially prepared using the usual production processes of these materials. The samples implanted in rats present changes in their measured radioactivity which proves erosion. Autoradiographies of the whole animal as well as pathological studies of peri-implanted tissues with histoautoradiographies of the related sections reveal the presence of carbon at a distance from the implant. However the majority of the eroded particles are retained in the fibrous capsule surrounding the implant. The methods of electron diffraction, associated with electron microscopy, seem to be a tool suitable to characterize the nature (fibrous or pyrolytic) of the carbon particles present in the capsule.

Further studies are in progress in an attempt to elucidate the mechanism of erosion which is apt to occur without any particular mechanical stress.

I- INTRODUCTION

Les matériaux implantés dans les organismes vivants sont soumis à une grande variété de contraintes mécaniques, électrochimiques, chimiques, biochimiques, biologiques... Les interactions résultantes peuvent avoir des conséquences à la fois sur les tissus d'accueil (effet local), de manière plus générale sur l'organisme receveur (effet systémique) et enfin sur les matériaux, au détriment de leurs propriétés intrinsèques initiales.

On peut en particulier assister à une perte de matière et dans ce cas, on parle d'usure ou d'érosion, la matière manquante étant transportée et éventuellement métabolisée à distance du site de l'implantation initiale.

La mise en jeu d'échantillons dont une partie des atomes constitutifs est remplacée par leurs équivalents radioactifs offre théoriquement la possibilité de mettre en évidence de manière simple la perte de matière par les échantillons, les voies empruntées par les produits migrants, leurs lieux de stockage éventuel et de métabolisation.

C'est l'emploi de cette stratégie méthodologique que le travail rapporté ici se propose d'illustrer à propos de matériaux composites carbone-carbone. Il s'agit de composites particuliers qui peuvent être rangés sous ce nom générique et il est primordial de savoir si certaines structures particulières sont plus sensibles que d'autres aux phénomènes d'érosion in-vivo.

II- MATERIELS ET METHODES

II-1) Principes

Des échantillons de matériaux composites Carbone-Carbone sont marqués en surface par du Carbone 14 puis implantés chez des rats.

A l'issue de périodes échelonnées dans le temps (15 jours à 6 mois) les animaux sont sacrifiés et la migration du carbone exogène est mise en évidence par autoradiographie du corps entier de l'animal.

Afin d'évaluer l'histocompatibilité des implants, des études d'anatomo-pathologie associées à l'histoautoradiographie sont effectuées sur des biopsies prélevées dans les tissus environnant le site d'implantation.

Enfin des études de microscopie électronique à transmission sont mises en jeu pour étudier le devenir des produits d'érosion du matériau

dans la zone tissulaire la plus proche de l'implant.

II-2- Préparation et caractérisation des échantillons

De petits cylindres de composites Carbone-Carbone ($\varnothing = 2\text{mm}$, $L = 6\text{mm}$) aux extrémités hémisphériques, sont obtenus par section de baguettes du même diamètre constituées soit par un composite Carbone-Carbone poreux (C-C) soit par un graphite polycristallin recouvert de carbone pyrolytique (GP-C). La forme hémisphérique lisse des extrémités est obtenue par abrasion manuelle des échantillons.

Les cylindres de composites C-C sont constitués d'une âme de filaments entourée d'une tresse de fibres, l'ensemble étant densifié par du carbone pyrolytique à l'aide de la procédure classique de Dépôt Chimique en Phase Vapeur (DCPV). C'est par la même procédure que les échantillons de graphite polycristallin sont recouverts de carbone pyrolytique.

II-2-1 - Mode de préparation des échantillons marqués au C^{14}

Le rayonnement β issu de la désintégration du Carbone-14 étant très peu pénétrant (environ $30\mu\text{m}$), les atomes radioactifs situés dans la masse sont en pratique, indétectables : seuls importent ceux de la surface des échantillons. Ce sont d'ailleurs ceux-là que concernent l'usure, la corrosion ou les effets du métabolisme. Le marquage qu'il convient de réaliser est donc un "dopage" en surface.

Le matériau de départ subit plusieurs infiltrations de pyrocarbone afin d'obtenir une pièce rigide avec une porosité minimale. Cette densification se fait par un procédé de D.C.P.V. en mode dynamique. Au cours de cette phase, les échantillons sont placés dans un four isotherme et à pression constante que traverse un flux de méthane (fig.1). La réaction de craquage amène à la formation de carbone pyrolytique qui se dépose en particulier sur les échantillons. La nature du dépôt dépend de plusieurs paramètres : la température ($\approx 1000^\circ$), la pression du gaz ($\approx 200\text{ mm Hg}$), le débit choisi ($\approx 5\text{l/heure}$), la durée du dépôt carbone (plusieurs dizaines d'heures).

Dans la phase finale on réalise le dopage radioactif par craquage d'un hydrocarbure précurseur marqué (propane ou acétylène- ^{14}C). Le mode dynamique nécessiterait l'utilisation de grandes quantités d'hydrocarbure marqué, aussi opère-t-on en mode statique après injection dans l'enceinte d'une millimole d'hydrocarbure d'activité totale 185 MBq.

II-2-2- Caractérisation des échantillons

- Mesures de radioactivité : elles permettent de s'assurer de la

qualité du marquage et d'évaluer les variations de radioactivité liées au séjour de l'implant in-vivo. En fait, à cause de la très basse énergie du rayonnement β^- émis et de l'auto-absorption qui en résulte dans le matériau, la radioactivité réelle de l'implant ne peut être connue sans le détruire ; on ne peut donc accéder qu'à une mesure de radioactivité apparente qui correspond à peu près à la radioactivité déposée en surface. Cette mesure est réalisée à l'aide d'un scintillateur plastique (de type Polyvinyltoluène ND 120).

Pour compléter cette évaluation, l'autoradiographie de sections d'échantillons inclus dans une résine époxy permet de visualiser les défauts d'homogénéité du dépôt en surface, ainsi que les infiltrations possibles de carbone pyrolytique à travers les pores de l'implant.

- Caractérisation de la microstructure : L'échantillon est examiné en microscopie optique en lumière polarisée pour déterminer la microstructure et l'épaisseur du dépôt de carbone entourant chaque fibre (fig. 2).

- Description de la surface : Une caractérisation qualitative de la surface de l'implant par microscopie électronique à balayage met en évidence le degré de rugosité et de porosité de la surface des échantillons.

II-3- Implantation du matériau :

Après lavage, passage aux ultra-sons et stérilisation par autoclave les échantillons sont implantés dans le muscle para-vertébral de rats femelles Wistar pesant environ 150 g. Le protocole d'implantation est décrit dans le tableau 1.

II-4- Examens des tissus :

Pour chacun des groupes d'animaux, le plan d'étude est présenté dans le tableau 1. Les méthodes mises en oeuvre comprennent :

- des techniques histologiques (anatomie pathologie et histo-autoradiographie) de biopsies prélevées dans les zones péri-implantaires,
- des autoradiographies de section du corps entier de l'animal congelé,
- des investigations en microscopie électronique par transmission sur la capsule fibreuse qui se forme autour de l'implant après quelques jours d'implantation.
- des techniques de diffraction d'électrons permettant d'identifier la nature de fragments présents dans le tissu fibreux.

III- RESULTATS

III-1- Mesures de radioactivité : Après diverses périodes d'implantation, la radioactivité apparente des échantillons est modifiée. Pour les échantillons poreux du groupe IIa, les variations, exprimées en pourcentage de la radioactivité initiale, sont comprises entre - 7,5 et + 5,5 % \pm 1% (tableau 2). Une diminution de la radioactivité se rapporte logiquement à une perte de matière de l'implant. Une augmentation de radioactivité apparente peut également s'interpréter par une érosion de surface qui mènerait à l'exposition de couches inférieures plus radioactives.

Pour vérifier cette hypothèse, dans le cas des matériaux poreux, les échantillons du groupe IIb ont été recouverts de carbone pyrolytique froid ; l'augmentation de radioactivité constatée (entre 1 et 5 % \pm 1%) confirme une érosion superficielle. Ce résultat est confirmé par la baisse de radioactivité apparente dans le cas des implants non poreux du groupe III.

III-2- Autoradiographies : Après extraction de l'implant, l'autoradiographie de sections du corps entier de l'animal montre la présence de carbone radioactif dans les tissus péri-implantaires. Le carbone semble essentiellement localisé dans la capsule fibreuse qui reste en place (fig.3). Aucun lieu de stockage à distance de l'implant n'est mis en évidence par cette technique.

III-3- Histologie : A distance du lieu d'implantation, les particules de carbone ne sont pas directement observables par des études d'Anatomo Pathologie, mais sont révélées au moyen d'histoautoradiographies. Ces particules ou molécules de carbone sont principalement localisées entre les fibres musculaires et dans la paroi de vaisseaux sanguins.

III-4- Microscopie Electronique à Transmission : Une grande variété de fragments noirs de différentes formes et dimensions a été observée dans la capsule fibreuse par microscopie électronique à transmission. Seules les particules situées au niveau de déchirures présentes dans la coupe ont pu être identifiées comme étant des particules de carbone par une méthode de diffraction d'électrons. Des figures de diffraction obtenues pour des fragments de taille comprise entre 0,1 et 1 μ m ont permis d'identifier soit du carbone pyrolytique (structure isotrope) soit du carbone fibreux (structure anisotrope).

IV- DISCUSSION

Si les résultats des mesures de radioactivité (tableau 2) semblent prouver l'existence d'une érosion in vivo, il n'a pas été possible de relier l'intensité de cette érosion à la durée de l'implantation.

Seuls les implants non poreux radioactifs, masqués ou non, pourraient éventuellement permettre d'établir une telle corrélation à la faveur d'une étude ultérieure qui porterait sur un plus grand nombre d'échantillons.

Dans le cas d'implants composites C-C, poreux et rugueux, l'observation en diffraction électronique de carbone pyrolytique dans la capsule péri-implantaire peut s'expliquer par un phénomène mécanique indirect.

En effet, les micro-frictions lors de l'insertion ou du séjour in vivo de ces implants peuvent facilement briser les fibres émergeant à leur surface et entraîner une fragilisation de la gangue pyrolytique adjacente.

Cependant, les implants en graphite polycristallin GP-C, qui présentent une surface quasiment lisse constituée exclusivement de carbone pyrolytique, connaissent une érosion équivalente. En absence de fibres, cette érosion ne peut s'expliquer par un phénomène mécanique indirect. Le caractère lisse de la surface rend improbable tout effet mécanique direct de cisaillement agissant sur le carbone pyrolytique.

Ainsi d'autres phénomènes d'attaque non mécanique directe du pyrocarbone pourraient intervenir. Leur nature (corrosion, dégradation biologique,...) reste à élucider. La multiplicité des causes possibles d'érosion implique une cinétique complexe, difficile à appréhender.

V- CONCLUSION

Le crédit à apporter aux résultats présentés ici n'est limité que par les différences structurales qui peuvent exister entre la matrice de carbone pyrolytique et le complément radioactif de matrice constitué secondairement. Ne maîtrisant pas la constitution de la première de ces phases carbonées, il est difficile d'utiliser des conditions rigoureusement identiques pour la constitution de la seconde.

En particulier, le méthane précurseur majeur utilisé dans les procédés de DCPV n'a pas été utilisé à l'état radioactif pour préparer la matrice marquée, mais remplacé par des hydrocarbures-¹⁴C (propane ou acétylène).

Néanmoins cette étude préliminaire montre l'érosion in-vivo des matériaux étudiés. L'utilisation d'un marqueur radioactif a permis de déceler la présence de particules de carbone à distance de l'implant. Le processus d'élimination, s'il existe, pourrait se faire par voie sanguine.

Il reste à élucider les mécanismes de l'érosion et de la migration en relation avec les propriétés structurale et physico-chimiques du matériau.

VI- BIBLIOGRAPHIE

- 1- BOKROS J.C. "Carbon-medical devices", Carbon, 15, 355-371, 1977
- 2- JENKINS G.M., " The repair of cruciate ligaments with flexible carbon, fibre", J. Bone Joint Surg., 60-B, 4, 520-522, 1978.
- 3- CHIGNIER E., MONTIES J.R., BUTAZZONI B., DUREAU G., and ELOY R. "Haemocompatibility and biological course of carbonaceous composites for cardiovascular devices." Biomaterials, vol. 8, january, pp. 18-23, 1987.

LEGENDES DES FIGURES

Fig. 1 : Dispositif expérimental utilisé pour le marquage des implants par D.C.P.V.

Fig. 2 : Etude d'un composite C-C par microscopie optique en lumière polarisée.

Fig. 3 : Autoradiographie de sections de corps entier du rat après retrait de l'implant. L'image résulte de la superposition de la coupe anatomique de l'animal avec l'autoradiogramme correspondant. La radioactivité n'est présente que dans la zone d'implantation. P = poumons, C = côtes, MPV = muscle para vertébral.

TABLEAU 1

Lot d'animaux n = nombre d'animaux	Implants	Durée d'implantation	Type d'étude
Animaux témoins	Ia (n = 5)	Cylindres en composite C-C (10 échantillons)	A.P.
	Ib (n = 2) opération simulée	aucun	
Animaux traités	IIa (n = 12)	+ sans autre traitement (24 échantillons)	R.I. A.R. A.P. H.A.R. M.E.T. de la capsule
		cylindres recouverts de carbone pyrolytique dopé au ¹⁴ C	
	IIb (n = 5)	+ revêtement de carbone pyrolytique non radioactif (5 échantillons)	n = 4 n = 1
III (n = 5)	cylindres en graphite polycristallin recouverts de Carbone pyrolytique dopé au ¹⁴ C (5 échantillons)	n = 1 n = 2 n = 2	R.I. H.A.R. M.E.T. de la capsule

A.P. = Anatomie Pathologie

R.I. = Radioactivité de l'Implant

A.R. = Autoradiographie corps entier

H.A.R. = Histo Autoradiographie

M.E.T. = Microscopie Electronique par Transmission

Protocole expérimental pour l'étude du comportement in-vivo d'implants en matériaux composites Carbone-Carbone.

TABLEAU 2

Type d'implant	Lot d'animaux	Durée d'implantation — = 1 mois	Variation de radioactivité apparente % ± 1 %
cylindres en C-C + ¹⁴ C	Groupe IIa	— p = 4	Pas de mesure
		— p = 10	- 7.5, - 7.5, - 4.0, - 2.5, - 2.0, - 0.5, + 0.5, + 2.0, + 3.0, + 5.5
		— p = 10	- 5.0, - 4.0, - 4.0, - 1.5, - 0.5, - 0.5, + 1.0, + 2.0, + 3.5, + 5.0
Cylindres en C-C + revêtement de Carbone pyrolytique non radioactif	Groupe IIb	— p = 4	+ 1.0, + 1.0, + 2.0, + 2.5
		— p = 1	+ 5.0
Cylindres en graphite polycristallin + ¹⁴ C	Groupe III	— p = 1	- 2.0
		— p = 2	- 4.5, - 1.0
		— p = 2	- 10.0, - 0.0

p = nombre d'échantillons implantés

Variation de radioactivité apparente des divers échantillons en fonction de la durée d'implantation

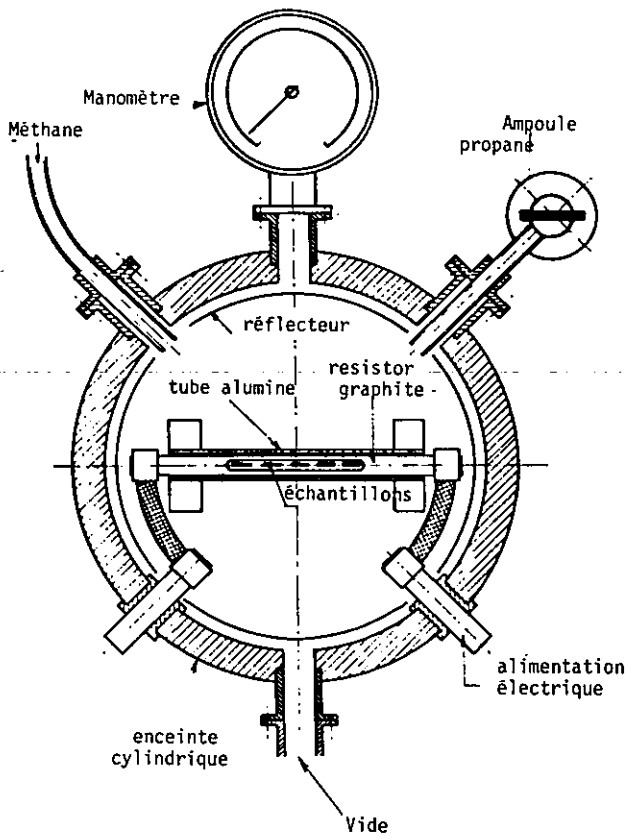


Fig. 1



Fig. 2

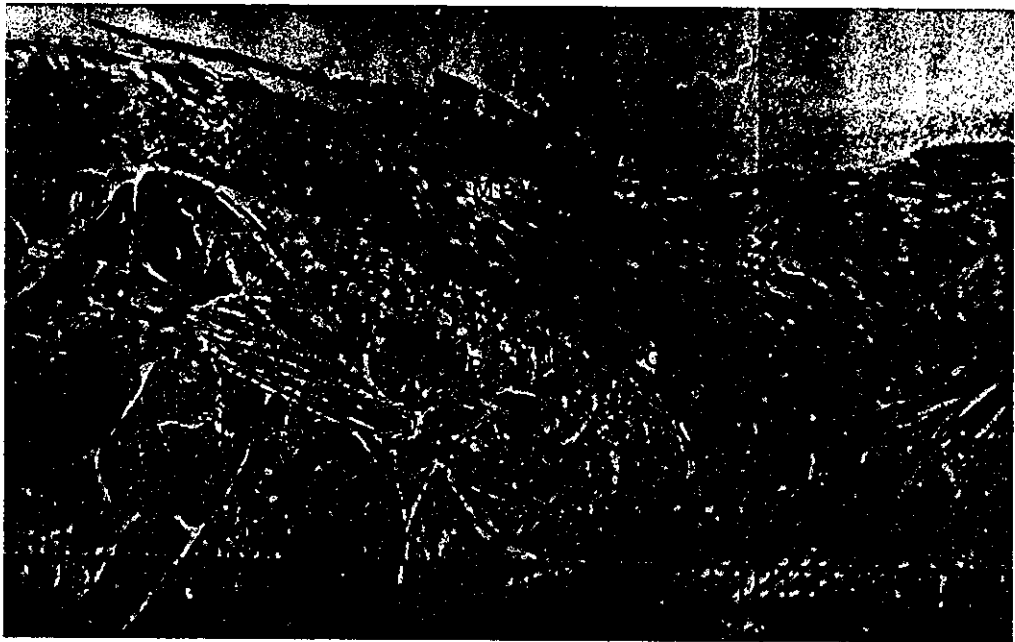
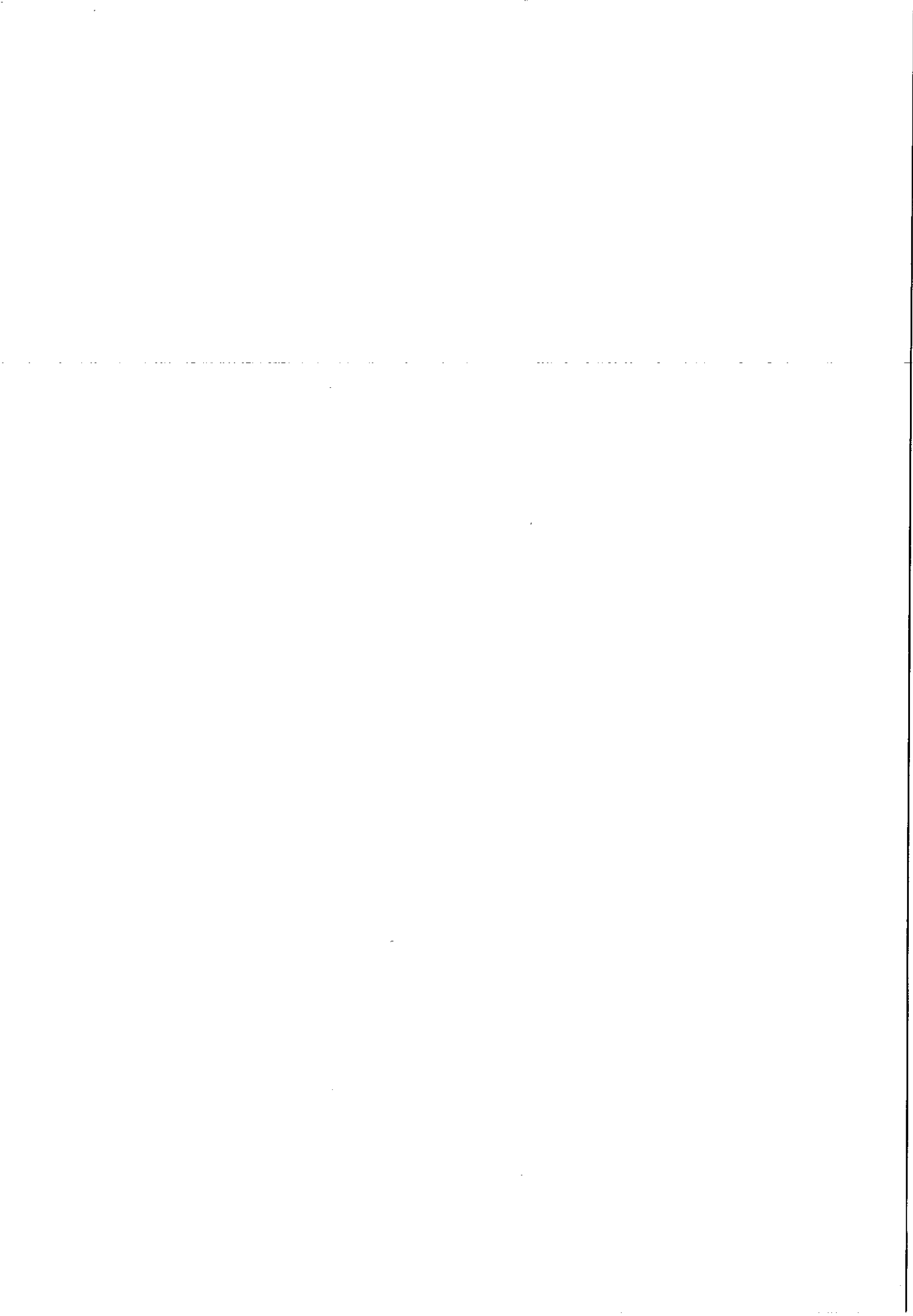


Fig. 3



23^eème G.F.R. de BORDEAUX 88

**EVALUATION DES PROPRIETES MECANIQUES DE MATERIAUX CELLULOSIQUES
ET PERSPECTIVES D'APPLICATION ORIGINALES DE CES MATERIAUX
EN CHIRURGIE ORTHOPEDIQUE.**

BARBIE Ch.*, CHAUVEAUX D.*, BAQUEY Ch.*, POUSTIS J.,
POMMIER J.C.***, MORLIER P.***, DUCASSOU D.***

*** INSERM U.306, Université de Bordeaux II,
146, rue Léo Saignat 33076 Bordeaux Cédex.**

**** Cellulose du Pin, Centre de Recherche, Université de Bordeaux I,**

***** IUT A, Département de Génie Civil, Université de Bordeaux I,
351, cours de la Libération, 33405 Talence Cedex.**

Résumé

Les modes actuels d'ancrage des prothèses totales de hanche sont mis en défaut lorsqu'il est nécessaire de retirer l'implant. L'étude de faisabilité d'un concept de scellement-descellement à joint d'effort modulable assuré par un matériau hydrophile a été réalisé. Les propriétés physiques nécessaires à la réalisation de ce concept d'ancrage ainsi que les propriétés mécaniques intrinsèques et in vitro de ce matériau ont été évaluées.

**MECHANICAL PROPERTIES OF CELLULOSIC MATERIAL
AND SUITABLE APPLICATION IN ORTHOPEDIC SURGERY.**

Abstract

Surgical procedures currently used to seal stems of hip prostheses still bring about several problems. The search for a sealing procedure which would be reliable but reversible has generated the new sealing by a strained joint. This paper is aimed at reporting about physical studies undertaken to check the actual suitability of this material in vitro.

I. INTRODUCTION.

L'analyse des pratiques chirurgicales associées à la mise en place des prothèses totales de hanche indique que la pose avec ciment polymérisable in situ, garde la préférence des praticiens en dépit de descellements observés à terme, même par les équipes les plus expérimentées. Contrairement à l'attente de leurs promoteurs, les prothèses dites "sans ciment", pourtant sur le marché depuis plusieurs années, n'ont pas entièrement convaincu les utilisateurs alors même que l'intégration anatomique responsable de l'ancrage biologique recherché, s'effectue dans les conditions attendues, lorsque l'indication de l'emploi de telles prothèses est pertinente.

Paradoxalement, il semble que ce soit l'efficacité de cet ancrage qui soit à l'origine des réticences enregistrées, le chirurgien se trouvant confronté à de sérieuses difficultés techniques lorsque la prothèse doit être déposée.

Dès lors, il apparaît que le procédé idéal de mise en place des prothèses de hanche, et en particulier des queues, doit avoir une meilleure fiabilité que le scellement par des compositions à base de polyméthacrylate de méthyle (PMMA), et être réversible pour mettre le chirurgien en mesure de déposer la prothèse dans de bonnes conditions techniques si elle est cassée ou si l'évolution anatomique du patient impose son remplacement.

Le concept de "scellement à joint d'effort modulable" assuré par un matériau hydrophile biocompatible a fait l'objet d'un dépôt de brevet (1) et tente de répondre à ces contraintes. Les bases théoriques de ce concept sont présentées ici, ainsi que les résultats mécaniques préliminaires justifiant l'emploi d'un matériau cellulosique pour le concrétiser.

II. CONCEPT DU "SCELLEMENT A JOINT D'EFFORT MODULABLE".

Principe général :

Le matériau maintenant solidaire queue de prothèse d'une part et os prothésé d'autre part n'adhère pas sur les surfaces respectives des partenaires de l'assemblage. Il constitue simplement une gaine d'ajustage enfilée sur la queue de prothèse qui remplit le mieux possible l'espace compris entre celle-ci et la paroi interne du canal transdiaphysaire (éventuellement réalésé). L'hydrophilie du matériau utilisé, lui confère un

potentiel d'expansion volumique responsable d'efforts, normaux aux surfaces en regard et opposés à tout mouvement relatif de la pièce prothétique et de l'os prothésé. Ces efforts sont modulables et éventuellement "annulables" en jouant sur la latitude d'expansion volumique effective laissée au matériau. Lorsque cette latitude est maximale, la résistance mécanique du matériau devient minimale, ce qui le rend inopérant (Figure 1).

Choix du matériau hydrophile :

Le matériau choisi doit avoir des propriétés physiques adaptées à la fonction qui vient d'être définie mais également des propriétés de biocompatibilité particulières.

En effet, le matériau doit être suffisamment biocompatible pour ne pas entraîner de lésions des tissus avec lesquels ils sera en contact, mais suffisamment inerte pour ne pas être dégradé ni être colonisé par les cellules osseuses, ce qui hypothéquerait la réversibilité de l'assemblage.

Parmi les matériaux hydrophiles existants et susceptibles de présenter les propriétés requises, les matériaux celluloses, et plus particulièrement la cellulose régénérée selon le procédé "viscose" (2), sont apparus comme de bons candidats. Il était toutefois primordial d'étudier les propriétés physiques et mécaniques de ce matériau afin de vérifier son adaptation à la fonction prescrite dans le cadre conceptuel qui a été défini.

III. PREPARATION DU BIOMATERIAU "VISCOSE".

Le produit utilisé a été obtenu par pressage et deshydratation de cellulose régénérée par le procédé viscose et préalablement solidifiée. Les étapes conduisant à cette obtention sont les suivantes (2) :

- préparation de la pâte cellulosique : elle provient du traitement chimique de fibres de tissus végétaux suivi d'un trempage dans une solution de soude. La pâte est traitée physiquement pour obtenir un composé ayant le degré de polymérisation et la viscosité désirée. Ce composé réagit avec du sulfure de carbone puis il est ensuite décomposé par un acide pour réaliser la régénération de la cellulose.

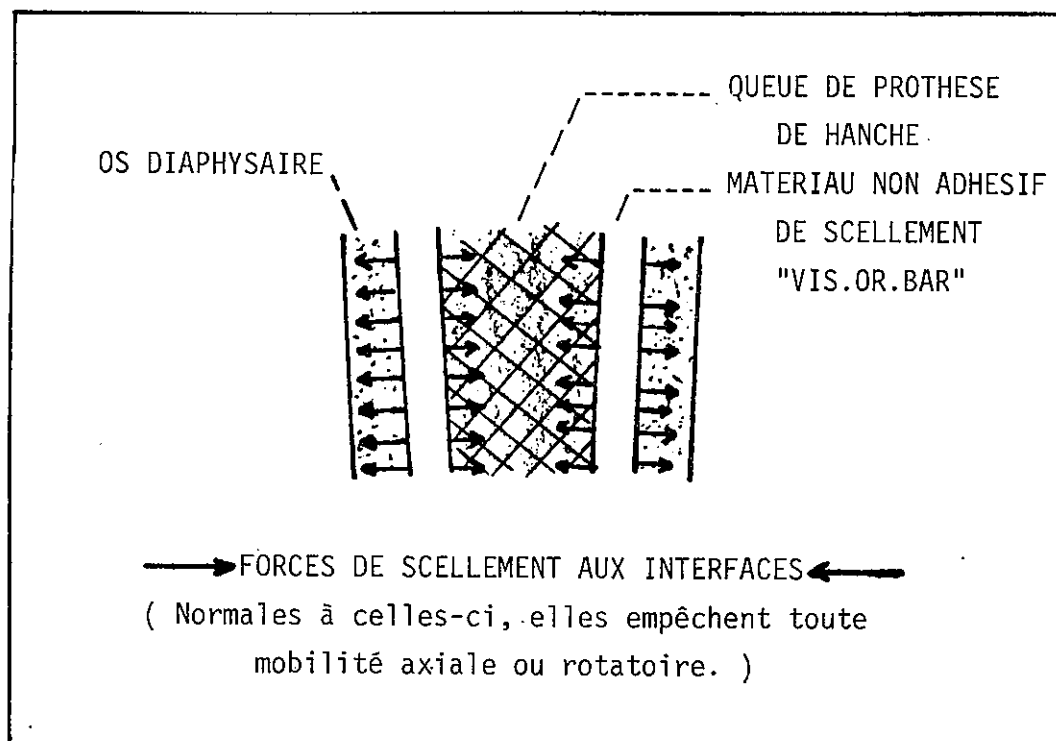


Figure 1 : CONCEPT DU SCELLEMENT A JOINT D'EFFORT MODULABLE.

- purification : au cours de la phase de régénération du thiocarbonate de sodium et des composés à base de soufre se forment. Nous les éliminons par purifications chimiques de façon à obtenir des concentrations inférieures à 0,1 % (teneur agréée pour des utilisations alimentaires d'un dérivé cellulosique : la cellophane). Cette opération est suivie de la coagulation de la pâte cellulosique régénérée par le procédé viscose pour fabriquer des échantillons solides.

IV. PROPRIETES PHYSIQUES ET MECANIQUES.

Densité et hydrophilie :

A 20°C et avec un taux d'humidité relative égale à 65 %, ce matériau a une masse volumique égale à 1,45 g/cm³. Le matériau est très hydrophile puisque mis en présence d'eau en dehors de toute contrainte volumique, il reprend 40 % de son poids en eau en 48 heures. Au-delà de cette durée la reprise tend à se stabiliser asymptotiquement à près de 45 %.

Si l'expansion volumique des échantillons est limitée à 5 % par leur maintien dans un étui rigide, la reprise en eau n'excède pas 8 % en poids.

Propriétés mécaniques :

Détermination du module d'Young par méthode ultrasonore.

Equilibré en atmosphère présentant un taux d'humidité relative de 65 % les échantillons démontrent un module d'élasticité égal à 16,7 GN/m², du même ordre de grandeur que celui de l'os cortical, et 3 fois plus grand que celui d'un ciment à base de PMMA classiquement utilisé en orthopédie, si on s'en réfère au Tableau 1.

Comportement en flexion.

Les essais de flexion 3 points ont été effectués à l'aide de montage adapté aux machines de traction compression classique avec des éprouvettes répondants aux dimensions de la norme ISO 178-1972 relative aux matières plastiques rigides.

Le matériau "viscose" présente une résistance à la flexion plus faible que celle du ciment acrylique, mais aussi 5 fois moins importante que celle de l'os cortical fémoral (Tableau 1).

	CELLULOSE REGENEREES	OS CORTICAL	CIMENT ^(b) ACRYLIQUE
DENSITE	1.45	1.86	1.084
MODULE D'YOUNG (GPa)	16.7 ± 0.3	23.4 ± 0.3 ^(a)	5.7 ± 0.2
CONTRAINTES MAXIMALES (FLEXION) (MPa)	42 ± 5	216 ± 24	65 ± 5

a : suivant la direction longitudinale

b : SIMPLEX P de HOWMEDICA

TABLEAU 1 : PROPRIETES PHYSIQUES ET MECANIQUES DE CELLULOSE REGENEREES, D'OS CORTICAL FEMORAL ET DE CIMENT ACRYLIQUE.

V. PROPRIETES MECANIQUES EN PRESENCE D'EAU EN SITUATION PRATIQUE.

Essais de "push-out" :

Pour évaluer la solidité de l'assemblage "os prothésé - fourreau cellulosique - queue de prothèse" un modèle expérimental extrêmement simple a été conçu (Figure 2). Dans un premier temps des tronçons de diaphyses fémorales humaines de longueur $l = 30$ mm ont été découpés. Des cylindres de hauteur $h = l$ du matériau cellulosique ont été usinés de manière à pouvoir être introduits sans trop d'efforts dans le canal médullaire de ces tronçons, après un éventuel réalésage de ces derniers destiné à éliminer une fraction variable de l'os spongieux. Les tronçons diaphysaires ainsi garnis sont mis à incuber dans du sérum physiologique jusqu'à atteinte d'un poids constant.

Dès lors, la force F_e nécessaire pour expulser le cylindre cellulosique de chaque tronçon diaphysaire est mesurée à l'aide d'une machine d'essais mécaniques. En rapportant la force F_e à l'aire de l'interface matériau-os, 10 cm^2 environ, la contrainte C_e permettant l'expulsion de l'éprouvette cellulosique hors du canal médullaire est calculable (Figure 3).

Il apparaît que la présence d'os spongieux à l'intérieur du canal médullaire nuit sensiblement à la solidité de l'assemblage, vraisemblablement pour deux raisons : (a) la faible résistance mécanique de l'os spongieux, et (b) la difficulté en présence d'os spongieux à déterminer avec précision les dimensions du mandrin cellulosique correspondant à un potentiel minimum d'expansion volumique.

VI. DISCUSSION.

L'objectif de ce travail était d'évaluer les propriétés mécaniques du matériau "viscose" et son comportement dans un assemblage os fémoral cortical-matériau de scellement. Ainsi, en vue d'apprécier les performances de ce matériau in vivo, nous avons défini ces propriétés in vitro ; son élasticité, sa résistance élastique à la flexion et sa déformation.

Tout d'abord, la viscose subit un traitement physico-chimique qui permet de l'utiliser en chirurgie orthopédique (VIS.OR.BAR). Cette purification

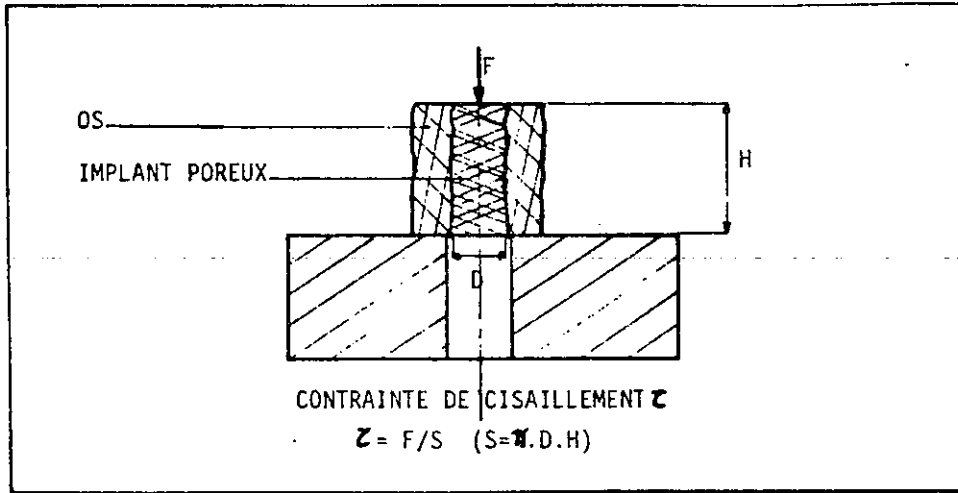


Figure 2 : ESSAI D'EXPULSION ("PUSH-OUT").

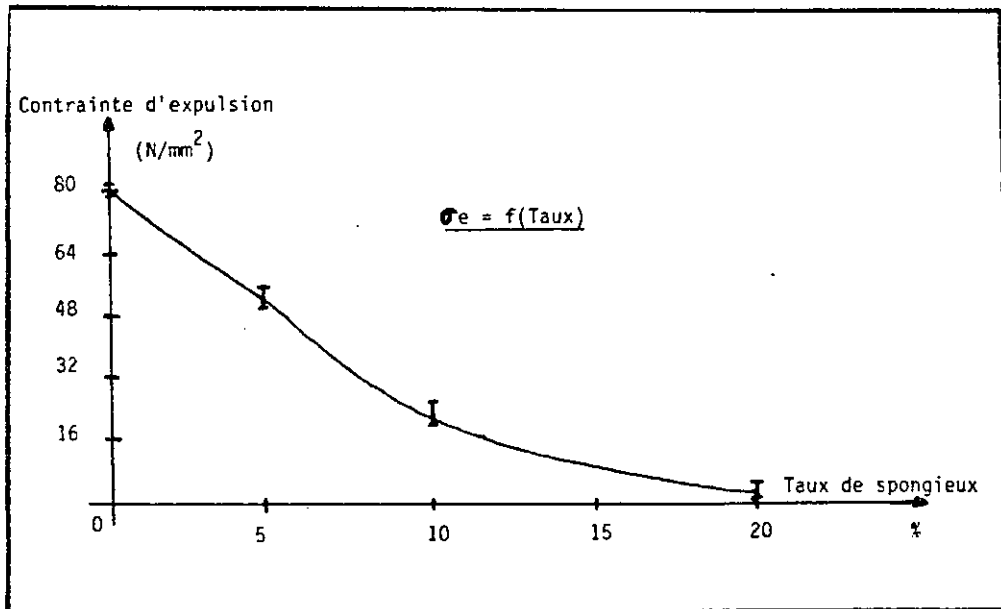


Figure 3 : EVOLUTION DE LA RESISTANCE A L'EXPULSION EN FONCTION DU TAUX D'OS SPONGIEUX A L'INTERFACE.

augmente sa densité et améliore la propriété essentielle du concept envisagé: son hydrophilie.

Les propriétés élastiques du matériau, et en particulier le module d'Young défini par la méthode de propagation des ultrasons, sont nettement supérieures à celles du ciment acrylique (PMMA) actuellement employé dans la plupart des services de chirurgie orthopédique. De plus, ce module ($16,7 \text{ GN/m}^2$) est plus proche de celui obtenu pour l'os fémoral cortical ($23,4 \text{ GN/m}^2$), que le module des alliages en titane des prothèses actuelles (120 GN/m^2).

D'autre part, l'assemblage matériau-os fémoral que nous avons testé présente une excellente résistance aux efforts de dissociation lorsque la plus grande partie de l'os spongieux fémoral a été enlevée lors de la mise en place de l'implant. La contrainte maximale permettant alors l'expulsion du matériau du canal médullaire fémoral est de 80 MN/m^2 alors que les contraintes de cisaillement siégeant à l'interface queue de prothèse-diaphyse fémorale sont d'environ $4,5 \text{ MN/m}^2$ pour un individu de 70 kg.

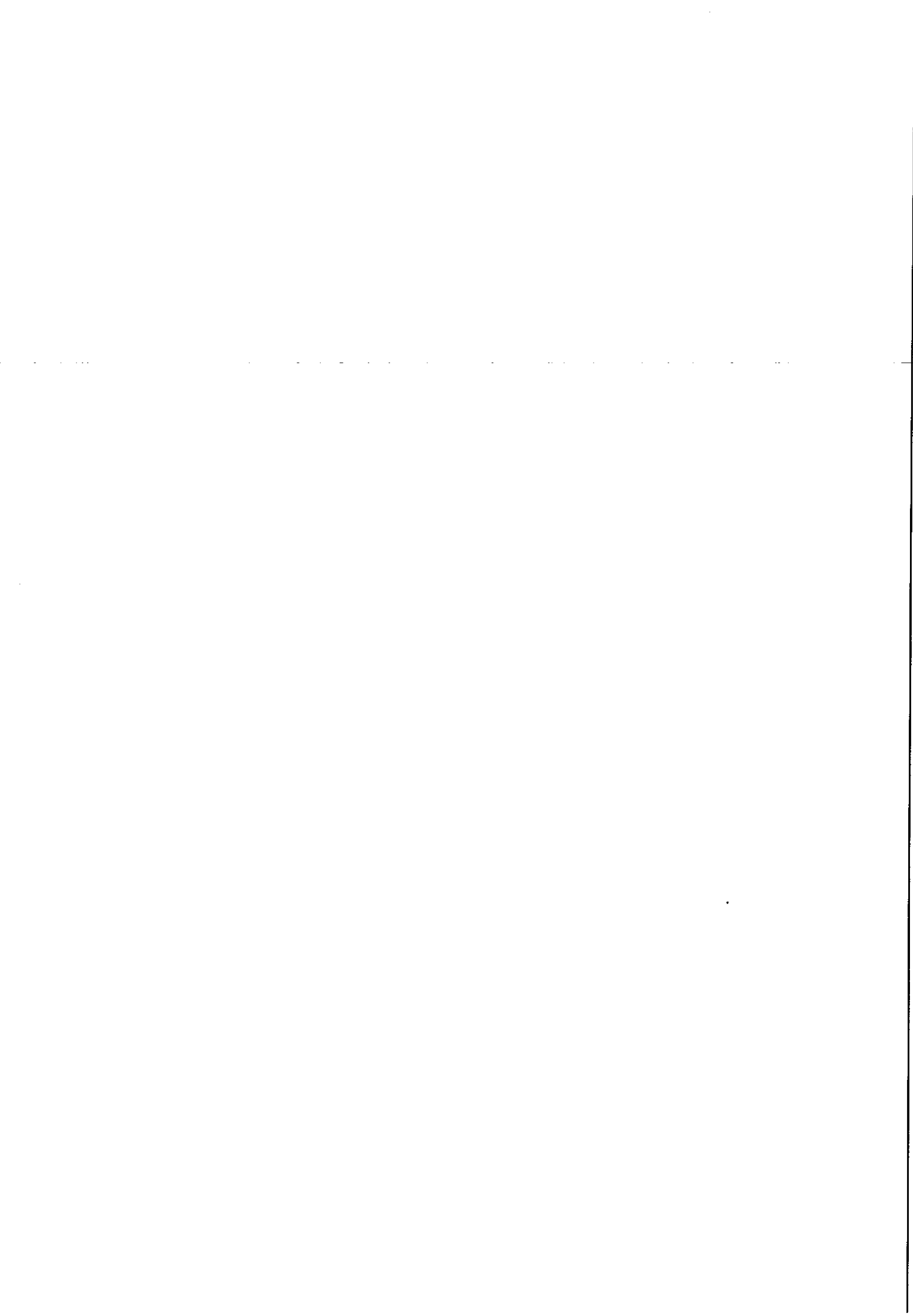
Par l'utilisation du matériau viscosé, les micro-mouvements responsables de nombreux descellements des prothèses de hanche devraient être supprimés et accroître la durée d'implantation des éléments prothétiques.

VII. CONCLUSION.

Du seul point de vue biomécanique, la cellulose régénérée selon le procédé viscosé de type "VIS.OR.BAR", correspond au matériau souhaité pour la confection d'une gaine d'ajustage des queues de prothèse de hanche. Cette gaine sera capable d'assurer in vivo un scellement intrafémoral de la prothèse par "joint d'effort modulable".

VIII. REFERENCES.

- 1 - POMMIER J.C., POUSTIS J., BAQUEY Ch., CHAUVEAUX D.- Brevet Européen n° 87.401.640.5., et Brevet Français n° 86.10.331 (16/7/1986).
- 2 - NEVELL T.P., ZERONIAN S.H.-"Cellulose chemistry and its applications". Ellis Horwood Ed., 457-469, 1985.



23 ème G. F. R. de BORDEAUX 88

EFFETS DU RAYONNEMENT γ ET DE LA TENEUR EN
SOUFRE SUR LES PROPRIETES MECANIQUES DU
BIOMATERIAU "ELASTINE-FIBRINE".

BARBIE Ch., ANGIBAUD C., LEFEBVRE F., RABAUD M.
INSERM U.306 , UNIVERSITE DE BORDEAUX II
146, RUE Léo Saignat , 33076 BORDEAUX Cedex.

Résumé

Le nouveau biomatériau fabriqué à partir d'élastine et de fibrine possède des propriétés mécaniques qu'il est nécessaire de préciser : l'élasticité, la contrainte apparente élastique à la rupture et les déformations correspondantes. De plus, l'utilisation du rayonnement γ pour stériliser ce produit et l'emploi des dérivés du soufre, utilisé en premier lieu comme antiseptique (merceptyl, thiourée, cystéine), ont une incidence sur ces propriétés, à cause de la formation d'une néo-réticulation. Suivant l'emploi auquel le matériau est destiné, il devra être solide ou pas, élastique ou pas...., ces deux traitements pouvant intervenir séparément ou en synergie. Ainsi le biomatériau sera prêt à l'emploi dans divers domaines de la chirurgie où il peut être considéré comme un véritable tissu artificiel de renfort ou de substitution.

ABOUT SOME FACTORS AFFECTING MECHANICAL
PROPERTIES OF THE ELASTIN-FIBRIN BIOMATERIAL.

Abstract

Some physical properties : elasticity, mechanical strength,... of a new biomaterial made of elastin and fibrin were investigated. It is shown that γ -ray irradiation to sterilize the product and sulfur derivatives (merceptyl, thiourea, cystein...) working as reticulating agent did modify these properties. According as the biomaterial needs to be tense or not, strong or not, elastic or not...both physical process could intervene separately or in synergy. Consequently, the material is ready to use in several surgical domains as a true artificial connective matrix.

I. INTRODUCTION

La reconstitution *in vitro* d'un tissu conjonctif permet la réalisation d'un biomatériau dont la formation résulte de la réaction covalente du monomère de fibrine avec l'élastine en même temps que le fibrinogène, la qualité du matériau est nettement améliorée, de la même manière que lors de l'addition d'une petite quantité de collagène. Toutes ces réactions avec l'élastine conduisent à l'ébauche d'une matrice conjonctive. Une étude préalable de cette matrice, par microscopie électronique à balayage (Figure 1), révèle que l'addition ultérieure, aux ingrédients constituant la matrice, de dérivés soufrés d'une part et de l'exposition aux rayonnements γ d'autre part, modifient favorablement la structure et donc la cohésion de ce biomatériau. Une nouvelle réticulation est ainsi créée entre les fibrilles d'élastine et les fibres de fibrine polymérique.

La présente étude concerne la détermination des propriétés mécaniques de ces matériaux en fonction des doses de rayonnement γ et des concentrations de dérivés soufrés (thiourée, cystéine).

II. LE BIOMATERIAU "ELASTINE-FIBRINE"

L'élastine est extraite du ligament de la nuque de boeuf, elle est ensuite pulvérisée par broyage et tamisée (400 mesh), puis lavée et équilibrée dans un tampon phosphate à pH 7,4.

La solution du cryoprécipité est constituée de fibrinogène (40 g/l), de fibronectine (10 g/l) et du facteur XIII de la coagulation provenant de sang humain. Ces protéines lyophilisées du plasma sont dissoutes dans le tampon phosphate. La préparation d'élastine (200 mg dans 2 ml de tampon) est mélangée à la solution de protéines du cryoprécipité (1 ml), à laquelle du collagène (0,6 ml) a été rajouté. La réaction de solidification est initiée par la présence d'ion Ca^{++} (2 ml) dans le tampon phosphate et par la thrombine. Le mélange est immédiatement versé dans un moule à 37°C en forme d'haltère dont les dimensions ont été calculées pour obtenir des éprouvettes normalisées après le retrait du matériau dû à sa prise en masse et à sa dessiccation.



Figure 1 : Néo- réticulation du biomatériau élastine-fibrine due à l'effet synergétique du dérivé soufré (thiourée) et du rayonnement γ .

Agrandissement : x 5.000 - x 20.000

III. EVALUATION DES PROPRIETES MECANIQUES

Essais de traction:

La forme en haltère des éprouvettes de section rectangulaire suit la norme NF-T-51-034 concernant les essais mécaniques en traction des matériaux de type plastique.

Pour évaluer les effets du rayonnements γ , les essais mécaniques sont effectués sur une machine de traction compression de la société LLOYD-INSTRUMENT (modèle T 2K) équipée d'un capteur de traction de 50 N (précision 0,5 %), avec des attaches adaptées à nos éprouvettes. Comme le matériau à base d'élastine a présenté, lors d'essais préliminaires, une déformation élastique importante nous avons maintenu une vitesse d'étirement de 100 mm/mn.

Les conséquences de l'addition de thiourée (soufre) sur le comportement mécanique du matériau ont été déterminées lors d'essais en traction réalisés sur une machine conçue spécialement pour des matériaux de faibles résistance tels que les tendons, la peau et les tissus musculaires. Cet instrument nous a permis la réalisation d'essai plus précis à la vitesse d'étirement de 10 mm/mn.

Les propriétés mécaniques:

Les propriétés liées à la résistance mécanique du matériau ont été établies en mesurant la contrainte et la déformation des éprouvettes jusqu'à leur rupture. Dans chaque cas, six échantillons standards ont été testés sur la machine d'essai qui leur a appliqué une traction constante. La déformation et la contrainte, c'est à dire, l'allongement de la longueur initiale entre les deux attaches, étaient couplés au pont de mesure de la charge appliquée à l'éprouvette et les signaux électriques correspondants recueillis au niveau d'un enregistreur x,y.

Ainsi l'échantillon était étiré jusqu'à sa rupture et la courbe charge-allongement enregistrée. Ces courbes nous ont tout d'abord fourni des paramètres tels que la charge (F_r) et l'allongement à la rupture (Δl_r) ainsi que la contrainte (σ_r) et la déformation à la rupture (ϵ_r). De plus la

contrainte apparente élastique (σ_e) et le module d'élasticité (E) (module d'Young) sont obtenus par calcul à partir des courbes "charge-allongement" (Figure 2).

Pour chaque paramètre, la moyenne et l'écart type de la moyenne ont été calculés pour effectuer la comparaison des échantillons. Une analyse statistique paramétrique de la variance par la méthode de Fisher a été réalisée, suivie d'un test apparié de Student.

IV. EFFET DU RAYONNEMENT

Les irradiations ont été effectuées dans un irradiateur ORIS de type IBL 137 contenant une source de Cs^{137} dont le débit de dose au centre de la chambre de l'irradiateur est de 3,2 kGray/h lors de cette étude. Chaque série d'éprouvettes destinées aux essais était exposée au rayonnement γ pendant une durée correspondant aux différentes doses:

t_0	=	0 h 00 mn	(0 kGray)
t_{10}	=	3 h 48 mn	(10 kGray)
t_{25}	=	7 h 36 mn	(25 kGray)
t_{50}	=	15 h 12 mn	(50 kGray)

Tous les échantillons subissent ensuite les essais de traction pour définir le comportement à l'étirement du matériau (Tableau 1). Il n'apparaît aucune différence significative ($p < 0,05$) pour l'ensemble contrainte-déformation (σ_r , σ_e et τ_r) jusqu'à une dose d'irradiation de 25 kGray. Par contre, le module d'élasticité du matériau diminue lorsque cette dose dépasse 10 kGray (Figure 3), la différence est significative ($p < 0,05$) entre les groupes 0-10 et 25-50 kGray. Le meilleur résultat élasticité-résistance est donc atteint à la dose d'irradiation de 25 kGray qui sera employée pour la suite de l'étude.

V. EFFET DE L'ADDITION DE DERIVES SOUFRES

Le dérivé soufré employé est de la thiourée qui est ajoutée à différentes quantités lors de la réalisation du mélange des éléments de base du matériau. Les éprouvettes sont ensuite exposées au rayonnement γ et

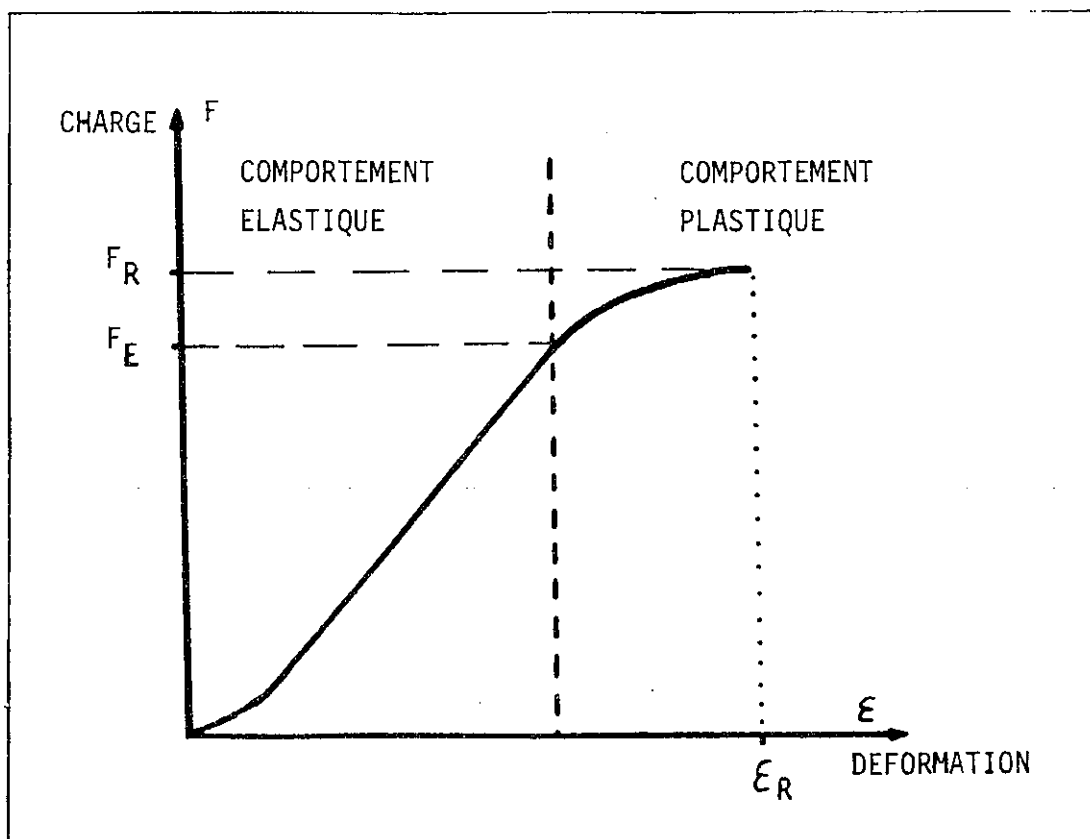


Figure 2 : Courbes charge - allongement du matériau.

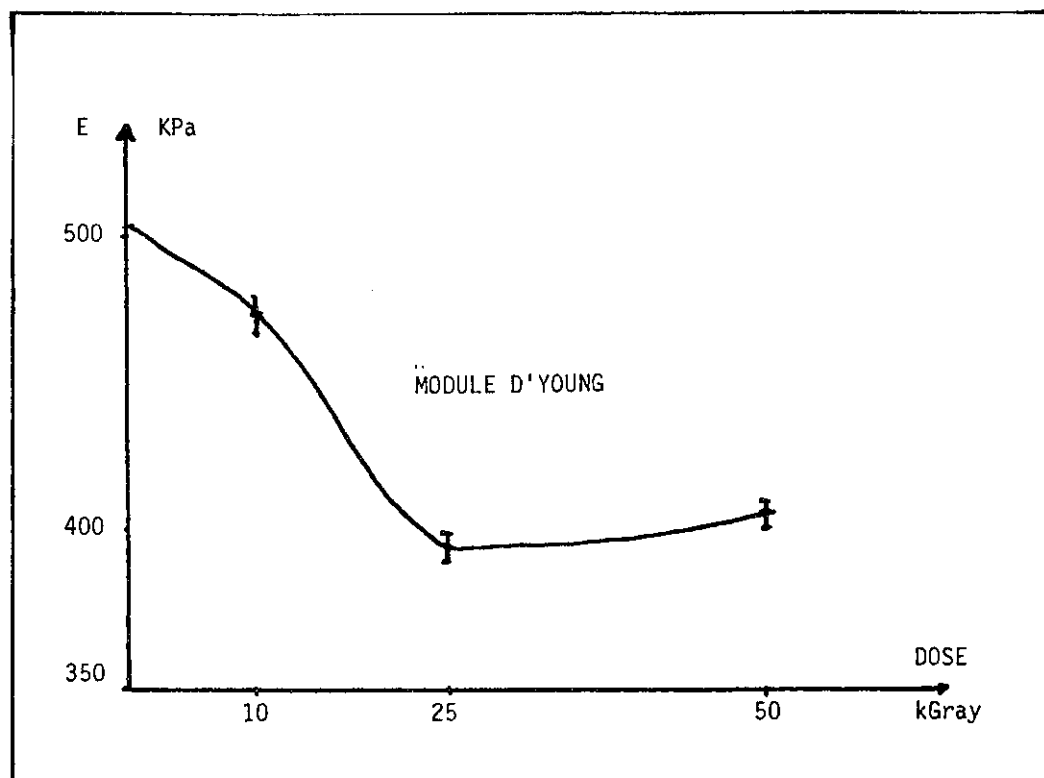


Figure 3 : Variation des propriétés mécaniques en fonction de la dose d'irradiation.

reçoivent une dose de 25 kGray avant d'être étirées.

Au vu des résultats (Tableau 2), la présence de thiourée en quantité supérieure à 0,5 mg provoque une diminution de l'ensemble contrainte-module d'élasticité. Seule la déformation totale augmente jusqu'à une addition de 0,5 mg de thiourée et se stabilise ensuite ; les déformations dues à des doses supérieures à 0,5 mg n'étant pas significativement différentes ($p < 0,05$).

Le module d'élasticité et la contrainte apparente élastique varient de la même façon. L'addition de 0,2 mg de thiourée (0,1 %) ne provoque pas de variation significative de ces deux paramètres par rapport à l'état initial ($p < 0,05$). Il est à noter que pour obtenir un matériau résistant et élastique, la dose de thiourée à administrer sera de 0,1 mg soit 0,05 % en poids du matériau (Figure 4).

VI. DISCUSSION

L'objectif du présent travail était de déterminer les propriétés mécaniques du nouveau matériau "élastine-fibrine" dont la cohésion peut être nettement améliorée par des traitements physiques et chimiques : rayonnement γ et dérivés du soufre, en vue de rendre ce matériau prêt à l'emploi dans n'importe quelle situation chirurgicale.

En vue d'apprécier les performances de ce matériau in vivo, il est nécessaire de définir ses propriétés in vitro: son élasticité, sa résistance élastique apparente, sa résistance à la rupture et sa déformation. Tous ces paramètres peuvent être modulés par les deux traitements.

Tous d'abord, le matériau est rendu stérile par l'exposition aux rayonnements γ qui est le moyen le plus approprié pour ce genre de matériau. Par ailleurs, une observation préalable a montré que l'utilisation du soufre conduisait à une modification de ses propriétés physiques. En fait, l'influence des rayonnements γ sur les propriétés mécaniques du matériau est directement liée à la dose à laquelle celui-ci est exposé. Ainsi son élasticité augmente avec la dose jusqu'à 25 kGray puis demeure constante même si celle-ci augmente. Dans le même temps la résistance diminue à partir de cette dose charnière de 25 kGray. En conséquence, cette dose d'irradiation,

Paramètres mécaniques	Dose (kGray) irradiation			
	0	10	25	50
E kPa	496 ± 26	470 ± 24	396 ± 18	407 ± 19
σ_e kPa	318 ± 62	398 ± 89	355 ± 80	206 ± 75
σ_r kPa	355 ± 30	436 ± 97	396 ± 79	236 ± 90
τ_r %	81 ± 14	96 ± 21	87 ± 18	56 ± 16

Tableau 1 - Propriétés mécaniques en fonction de la dose d'irradiation (Lloyd instrument).

Paramètres mécaniques	Thiourée						
	mg %	0	0.10 0.05	0.20 0.10	0.50 0.25	0.80 0.40	1.00 0.50
E kPa		320 ± 24	433 ± 27	340 ± 36	268 ± 19	268 ± 20	283 ± 17
σ_e kPa		96 ± 6	152 ± 23	108 ± 21	87 ± 3	86 ± 10	84 ± 10
σ_r kPa		126 ± 15	189 ± 30	157 ± 12	139 ± 12	130 ± 11	136 ± 20
τ_r %		47 ± 8	49 ± 6	56 ± 6	65 ± 10	60 ± 7	62 ± 10

Tableau 2 - Propriétés mécaniques en fonction de la quantité de thiourée par échantillon, pour une dose d'irradiation de 25 kGray (système mécanique).

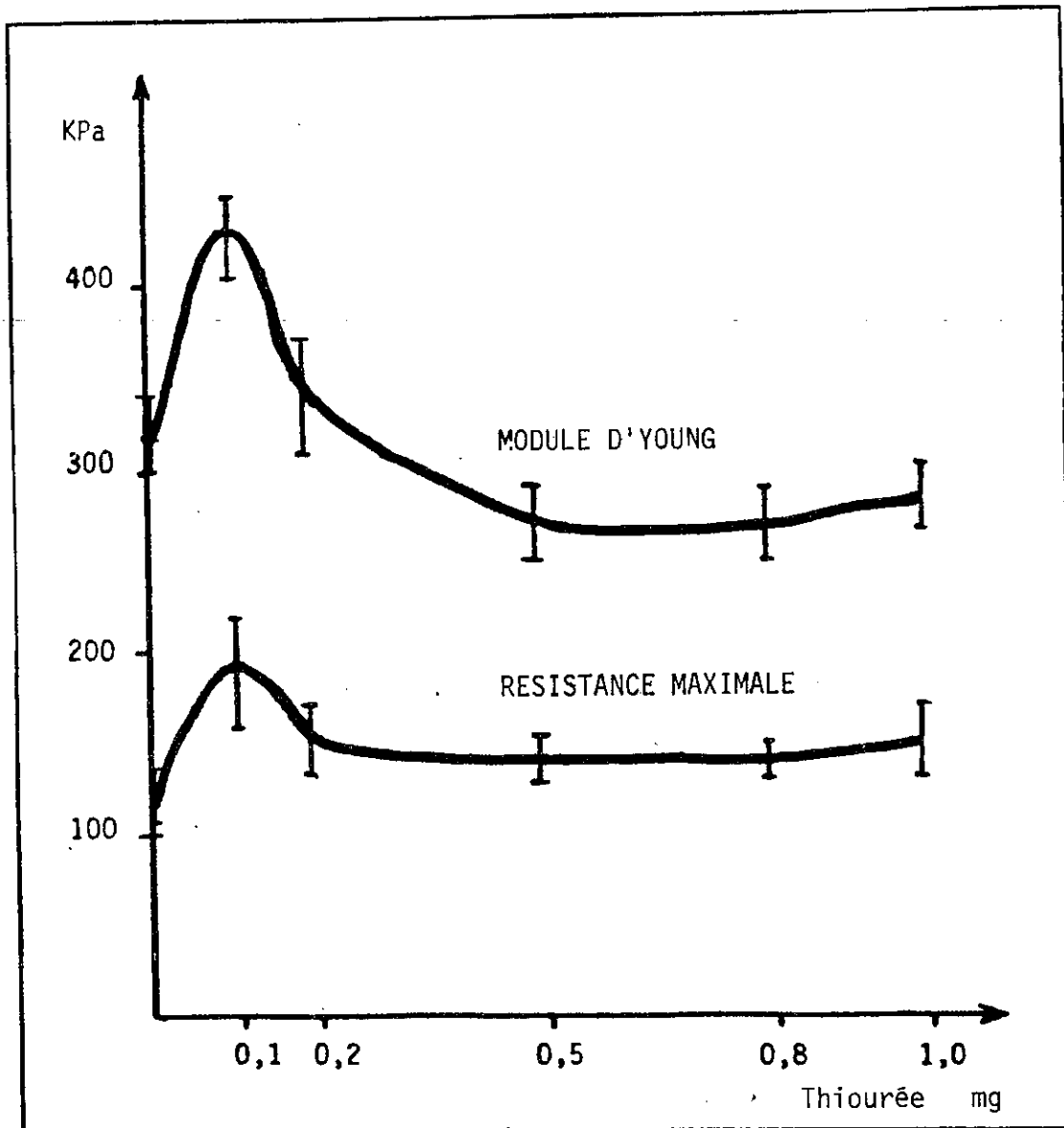


Figure 4 : Influence de la quantité de dérivé soufré (thiourée) sur les propriétés mécaniques du biomatériau.

correspondant à la dose normalisée de stérilisation, confère au matériau d'avantage d'élasticité en diminuant légèrement sa résistance.

L'addition de dérivés soufrés, initialement utilisés comme conservateur a modifié de manière importante l'aspect physique du produit. Ainsi il a été montré que ce changement était directement proportionnel à la concentration de dérivés soufrés car le matériau devient plus rigide et plus résistant pour un ajout de 0,05 % de dérivé. De plus, lorsque cette quantité est multipliée par 2 , le matériau tend à devenir moins résistant et plus élastique. Pour des doses plus importantes de thiourée (0,25 % et plus) ces deux paramètres se stabilisent à un niveau de résistance plus faible et une meilleure élasticité comparé à un matériau sans dérivé soufré.

VII CONCLUSION

Ce biomatériau "élastine-fibrine" peut présenter trois niveaux de qualités mécaniques :

- rigide et résistant
- élastique et fragile
- très élastique et très résistant.

Ainsi il peut être utilisé dans n'importe quelle situation puisque la quantité de dérivés soufrés permet d'obtenir des matrices artificielles très proches des tissus vivants à remplacer. Cela explique pourquoi ce matériau est déjà utilisé pour remplacer plusieurs tissus comme l'intestin, l'oesophage, la paroi artérielle, le pharynx, le larynx, le tympan, et d'autre encore dans un proche avenir.

DETERMINATION DES CONTRAINTES
RESIDUELLES DANS UN COMPOSITE METAL-CERAMIQUE

A. ETIENNE - R. BOUDET Laboratoire de Génie Mécanique de
l'UNIVERSITE PAUL SABATIER DE TOULOUSE

B. LAVELLE - F. DABOSI Ecole de Chimie de TOULOUSE

Résumé

Les revêtements de céramique sont formés ou rapportés à chaud sur des pièces massives. Les caractéristiques physiques font que lors du refroidissement un état de contraintes se développe et qui constituera l'état initial. Nous avons développé un logiciel de prédiction de ces contraintes.

CALCULATION OF RESIDUAL STRESSES IN A METALLIC COMPOSITE.

Ceramic coatings are put at high temperature. The Physics characteristics are different. So during the cooling, stresses appear. We have done computer calculation to predict them.

Les céramiques possèdent de remarquables qualités de frottement et de résistance à haute température. Si la résistance à la rupture en traction est médiocre (tableau 1), il n'en est pas de même en compression.

Corps à comportement fragile, la tenacité est très faible, d'où l'intérêt de les utiliser en superficie de pièces dont la résistance mécanique est assurée par l'âme. Le revêtement est rapporté par deux techniques :

- dépôt direct à chaud par plasma, on dira qu'il s'agit du modèle à deux corps bien qu'une zone de transition due à la diffusion existe.
- brasage de ce dernier sur la pièce métallique.

Dans ces deux situations l'opération est faite à chaud et lors du refroidissement des contraintes thermiques apparaissent constituant l'état initial pour une utilisation ultérieure, l'intensité de ces contraintes pouvant même entraîner une décohésion locale du revêtement.

Nous avons créé un logiciel apte à étudier l'évolution des contraintes dans ce composite métallique lors du refroidissement, afin de tester l'importance des différents paramètres :

- caractéristiques mécaniques et physiques des matériaux
- variation de l'épaisseur du revêtement
- vitesse de refroidissement...

Nous sommes au bilan confrontés à un ensemble à mémoire dont l'état de précontrainte dépend de l'histoire de son élaboration.

I. Modèle Mécanique

Afin de procéder à des validations de modèle par comparaison à des mesures de contraintes par diffractométrie, nous avons retenu des pièces simples correspondant à :

- des états de déformation plane
- des configurations axisymétriques.

Bien sur la méthode proposée est généralisable aux corps tridimensionnels. A la figure n°1, nous distinguons deux matériaux homogènes, où les champs doivent être cinématiquement et statiquement admissibles, à l'interface nous devons avoir :

- continuité des déplacements
- continuité du vecteur contrainte $\vec{T}(M, \vec{n})$ avec $M \in$ interface et \vec{n} vecteur normal à l'interface.

Remarque

L'égalité des déplacements en tout point de l'interface entraîne la continuité des déformations dans le plan tangent en M à l'interface.

Le problème n'ayant pas de solution analytique, nous optons pour une méthode approchée via les éléments finis.

La figure n°2, nous permet de distinguer deux sous-structures correspondant au matériau massif et à la céramique. Nous différencions pour chacune d'entre elles les noeuds internes notés symboliquement $\{\bar{u}_I\}$ des noeuds de liaison (ou interfaciaux) $\{\bar{u}_L\}$. Les déplacements des noeuds de liaison devant avoir la même valeur pour les deux sous structures, nous avons intérêt à exprimer le comportement des deux corps en fonction des inconnues $\{\bar{u}_L\}$, ceci est possible grâce à la méthode de sous structuration.

II. Cas du comportement élastique

Après avoir pris en compte les conditions cinématiques concernant la sous-structure i (il s'agit de structure mobile, nous l'immobi-

liserons préalablement conformément aux notions développées à l'annexe 1), nous obtenons la relation :

$$(1) \quad [K_T] \cdot \{\bar{u}\} = \{F_n\} + \{F_{Tn}\}$$

$[K_T]$ est la matrice de rigidité élastique de la sous-structure,

$\{F_n\}$ la matrice des forces nodales due aux actions de liaisons

et $\{F_{Tn}\} = [C_T] \{\bar{T}\}$; $\{\bar{T}\}$ est le vecteur

températures nodales et $[C_T]$ résulte de l'assemblage des matrices

$$\text{élémentaires} = \alpha \int_{\Delta} [B]^T [\epsilon] d\omega$$

avec $[B] = \begin{matrix} [D] \\ \downarrow \\ [\varphi] \end{matrix} \rightarrow$ matrice d'interpolation
matrice de dérivation

en réorganisant les déplacements sous la forme

$$\{\bar{u}\} = \begin{Bmatrix} \bar{u}_L \\ \bar{u}_I \end{Bmatrix} \quad \text{l'équation 1 s'écrit :}$$

$$(2) \quad \begin{bmatrix} K_{LL} & K_{LI} \\ K_{IL} & K_{II} \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} \bar{u}_L \\ \bar{u}_I \end{Bmatrix} = \begin{Bmatrix} F_L \\ F_I \end{Bmatrix}$$

l'on peut en déduire :

$$(3) \quad \{\bar{u}_I\} = -[K_{II}]^{-1} [K_{IL}] \{\bar{u}_L\} + [K_{II}]^{-1} \{F_I\}$$

la relation

$$[K_{LL}] \{\bar{u}_L\} + [K_{LI}] \{\bar{u}_I\} = \{F_L\} \quad \text{peut alors}$$

compte tenu de (3) s'écrire sous la forme :

$$[K_c]_i \{\bar{u}_L\} = \{F_c\}$$

avec $[K_c]_i = [K_{LL}] - [K_{IL}]^T [K_{II}]^{-1} [K_{IL}]$

$$\{F_c\} = \{F_L\} - [K_{IL}]^T [K_{II}]^{-1} \{F_I\}$$

dans le cas du modèle à deux corps nous obtenons :

$$[[K_{c_1}] + [K_{c_2}]] \{ \bar{u}_L \} = \{ F_{c_{th}} \}_1 + \{ F_{c_{th}} \}_2$$

forces condensées
d'origine thermique

dans le cas d'un modèle à trois corps nous aurons symboliquement :

$$\sum_{i=1}^3 [K_c]_i \{ \bar{u}_L \} = \sum_{i=1}^3 \{ F_{c_{th}} \}_i$$

Nous pouvons alors déterminer $\{ \bar{u}_L \}$ donc connaître les $\{ \bar{u}_i \}$

c'est.à.dire l'état approché des déformations et contraintes.

Le choix de l'élément est important, nous avons opté pour l'élément rectangulaire à 4 noeuds qui présente la propriété d'assurer la continuité des déplacements à l'interface, mais les déformations et les contraintes variant linéairement à l'intérieur de l'élément, feront l'objet d'une discontinuité aux interfaces.

Les figures 3 et 4 représentent les évolutions des contraintes normales σ_y dans les situations suivantes :

Figure 3 : température de formation 500°

	Module d'élasticité longitudinal	Coefficient de Poisson	Coefficient de dilatation
Acier	208 000 M Pa	0,3	13×10^{-6}
Céramique	$\left. \begin{array}{l} 100\ 000 \\ 200\ 000 \\ 300\ 000 \end{array} \right\} \text{ M Pa}$	0,3	8×10^{-6}

Les dimensions géométriques sont celles de la figure 1, les résultats des modèles correspondant à des contraintes uniformes dans chacun des matériaux constituants sont aussi représentés.

La figure 4, correspond à une température de formation de 800°.

	Module d'élasticité longitudinal	Coefficient de poisson	Coefficient de dilatation
Acier	208 000 M Pa	0,3	13×10^{-6}
Brasure	200 000 M Pa	0,26	17×10^{-6}
Céramique	300 000 M Pa	0,3	8×10^{-6}

Nous voyons le rôle joué par la brasure qui diminue très fortement le niveau des contraintes.

Remarque

Lors du dépôt de la céramique sur l'acier, à l'interface apparaît une zone de diffusion dont les caractéristiques mécaniques sont difficiles à prédire. Seuls des résultats expérimentaux nous permettront, en faisant intervenir différents paramètres, de nous orienter vers un modèle à 3 corps, où la zone de diffusion assurera la transition mais qu'il faudra caractériser mécaniquement.

III. Cas du comportement plastique

On adopte une description incrémentale

$$d\{\varepsilon\} = d\{\varepsilon\}^e + d\{\varepsilon\}^p$$

Le matériau est supposé de Von misés

$$F(\sigma) = \frac{\pi}{\sqrt{3}} - \frac{\gamma^2}{3} \quad \text{avec } \gamma \text{ qui est la limite élastique}$$

La loi d'écoulement est celle de Prandtl-Reuss

$$d\varepsilon_{ij}^p = \lambda_{ij} \frac{3}{2} \frac{d\bar{\varepsilon}^p}{\sigma}$$

La relation contrainte-déformation peut-être écrite sous la forme

$$\{d\sigma\} = [\Sigma^*] \{d\varepsilon\}$$

avec $[\Sigma^*] = [\Sigma] - [\Sigma] \left[\frac{\partial F}{\partial \sigma} \right] \left[\frac{\partial F}{\partial \sigma} \right]^T [\Sigma] \left(M + \left[\frac{\partial F}{\partial \sigma} \right]^T [\Sigma] \left[\frac{\partial F}{\partial \sigma} \right] \right)^{-1}$

avec M qui est le module d'écroutissage

tel que $d\{\varepsilon\}^p = \left[\frac{\partial F}{\partial \sigma} \right] \frac{d\kappa F}{M}$

l'algorithme non linéaire est basé sur la méthode de la contrainte initiale :

$$d\sigma' = d\sigma^e + d\sigma''$$

élément de
contrainte réelle

élément de contrainte
associé au domaine plastique

$$[\Sigma]^x = [\Sigma] - [\tilde{\Sigma}^*]$$

le principe énergétique s'écrit :

$$\{du'^*\}^T \{dx_e\} = \int_{\Delta e} \left([B] \{du'^*\} \right)^T [\Sigma] [B] \{du'\} dw$$

$$- \int_{\Delta e} \left([B] \{du'^*\} \right)^T [\tilde{\Sigma}^*] [B] \{du'\} dw - \int_{\Delta e} [N] \{du'^*\}^T \{F\} da$$

$$- \int_{\Gamma \Delta e} [N] \{du'^*\}^T \{dF\} da$$

d'où : $\{dx_e\} = [K_e] \{du'\} - \{dR''(du')\} - \{dF_{oe}\}$

avec $\{dR''\} = \int_{\Delta e} [B]^T [\tilde{\Sigma}^*] [B] \{du'\} dw = \int_{\Delta e} [B]^T \{d\sigma''\} dw$

$\{dR''\}$ représente les forces nodales que l'on applique pour équilibrer "la contrainte initiale" $\{d\sigma''\}$, le processus de calcul est le suivant :

* lors du refroidissement, calcul élastique par voie de condensation :

- $[Kc]_1$ pour le matériau massif

- $[Kc]_2$ pour la brasure

- $[Kc]_3$ pour le revêtement de céramique

Après l'opération d'assemblage on obtient $\{\mu_0\}$, $\{\varepsilon_0\}$, $\{\sigma_0\}$.

Quand lors du déroulement, la plastification est atteinte, le processus de description incrémental est adopté car la matrice de rigidité de l'élément devient une fonction de la déformation locale, l'organigramme simplifié est représenté figure 5 .

Les résultats nous montrent une diminution des contraintes par écoulement plastique dans la brasure.

Bibliographie

- [1] J.F. IMBERT : Analyse des structures par éléments finis
(Cepadues édition)
- [2] J. BARBE : Inélasticité (éditions SUP-AERO)
- [3] SABONNADIÈRE - COULOMB : La méthode des éléments finis
Du modèle à la CAO (HERMES éditions)
- [4] LEON : Traitement d'algorithmes par ordinateur
(Cepadues édition).

ANNEXE

Soit un corps S libre de tout mouvement soumis à un système de forces en équilibre et dont nous voulons connaître l'état des contraintes.

Les logiciels éléments finis sont basés sur une méthode de déplacement. Si on souhaite connaître l'état des déplacements il faut imposer au solide déformable des liaisons en nombre

strictement suffisant de sorte que le mouvement de solide rigide soit annulé et que les déplacements calculés soient ceux associés à la déformabilité du matériau.

On va exploiter le théorème suivant :

"Soient deux corps en contact en p points, si r désigne le rang des normales le mouvement de ces deux corps est à $(6-r)$ degrés de liberté", rappelons que le rang des normales est l'ordre du déterminant non nul de rang le plus élevé possible formé à partir des coordonnées plukériennes des normales de contact. Donc ici il faut supprimer 6 degrés de liberté par l'intermédiaire de 6 contacts par pige dont les directions des actions de contact conduiront à un rang égal à 6. Il est à noter que la mise en place de ces liaisons s'accompagne d'efforts nuls au contact des pige, en effet en isolant le solide ainsi immobilisé on a :

$$\sum_{i=1}^{L=6} F_i \begin{Bmatrix} u_i \\ v_i \\ w_i \\ l_i \\ m_i \\ n_i \end{Bmatrix} + \begin{Bmatrix} F_{ex} \\ \\ \\ \\ \\ \end{Bmatrix} = \begin{Bmatrix} 0 \\ \\ \\ \\ \\ \end{Bmatrix}$$

$\Rightarrow = \begin{Bmatrix} 0 \\ \\ \\ \\ \\ \end{Bmatrix}$

relation où $(u_i, v_i, w_i, l_i, m_i, n_i)$

désignent les coordonnées plukériennes de la normale de contact. Le rang des normales étant égal à 6, le système linéaire homogène impose donc des valeurs nulles aux 6 actions de liaisons (F_1, \dots, F_6) .

Matériaux	Unités	Carbure de silicium	Nitride de silicium	Titanate d'aluminium	Mullite	Cordiérite	Zircone-Mullite
Couleur		Noir	Gris	Blanc	Blanc	Crème	Jaune clair
Densité apparente	10^3 Kg m^{-3}	3,10 à 3,15	> 3,18	3 à 3,25	> 3,07	2,50	3,23
Densité théorique	10^3 Kg m^{-3}	3,21	3,28	3,55	3,15	2,54	3,80
Porosité ouverte	% vol	0	0	8 à 15	0	0	15
Coefficient de dilatation linéaire							
20/500 °C	10^{-6} °C^{-1}	4	2,4	0,2 à 0,1	4,8	1,5	5,8
20/1000 °C	10^{-6} °C^{-1}	4,6	3	0,8 à 1,3	4,9	1,7	6
20/1400 °C	10^{-6} °C^{-1}	4,9	3	2 à 2,4	5	2	6
Conductivité thermique à							
20 °C	$\text{Wm}^{-1} \text{ °C}^{-1}$	170	20	3,4	4,4	2,5	3,5
500 °C	$\text{Wm}^{-1} \text{ °C}^{-1}$	65	20	1,75	4,6	2,6	3,6
1000 °C	$\text{Wm}^{-1} \text{ °C}^{-1}$	35	20	1,1	5	2,8	3,8
Chaleur spécifique à							
100 °C	$\text{J Kg}^{-1} \text{ °C}^{-1}$	900	720	880	900	880	730
500 °C		1230					
1000 °C		1285					
Dureté Vickers (charge 50 g)	Kg mm^{-2}	2400	1600		1200	900	
Résistance mécanique à	MPa	450	550 *	50	230	200	
(flexion 3 points) 20 °C							
1000 °C	MPa	430	450	50	200	170	
1200 °C	MPa	430	300	50	200	170	
Résistance en compression	MPa	2100	1900	200	700	350	
Module de Weibull	-	12	19				
Module d'Young à 20 °C	GPa	420	290	70	220	120	210
Module de cisaillement à 20 °C	GPa	180	118		85		
Module de Poisson à 20 °C	-	0,16	0,26	0,24	0,28	0,24	0,25
Ténacité K_{Ic} à 20 °C	$\text{MN m}^{-3/2}$	4,1	5,4		3,8		
Résistivité électrique	$\Omega \text{ m}$	550	> 10^{13}	10^{13}	10^{13}	10^{13}	-
Pertes diélectriques $\text{tg } \delta$ 5 à 100 kHz	10^{-4}	-	50	530	30	-	-
Température limite d'utilisation							
sous air	°C	1450	1200	1500	1450	1200	1450
sous atmosphère neutre	°C	1800	1500	1500	1450	1200	1450

Tableau 1

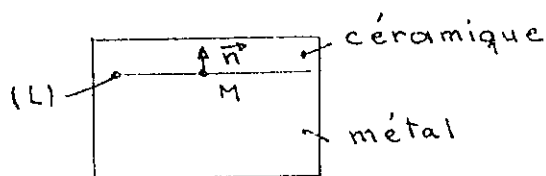


Figure 1

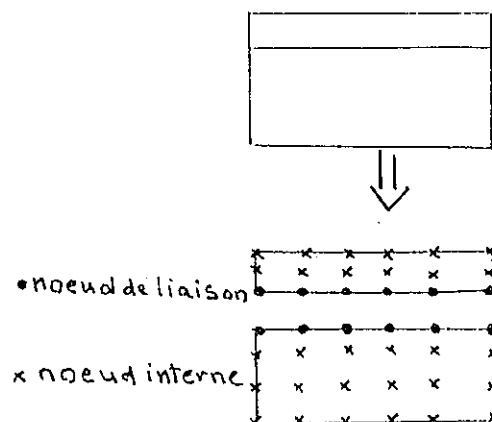


Figure 2

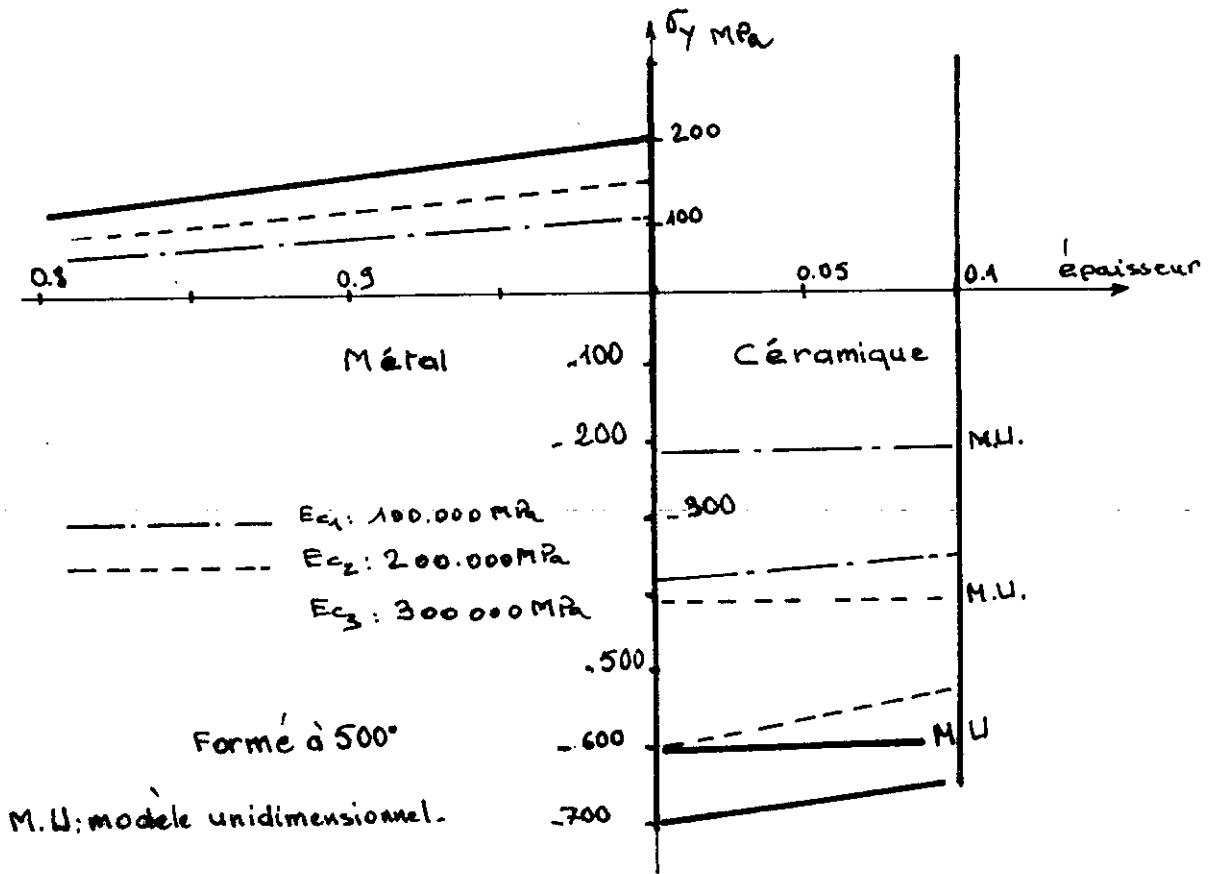


Figure 3: bimatériaux (cf. Fig 1)

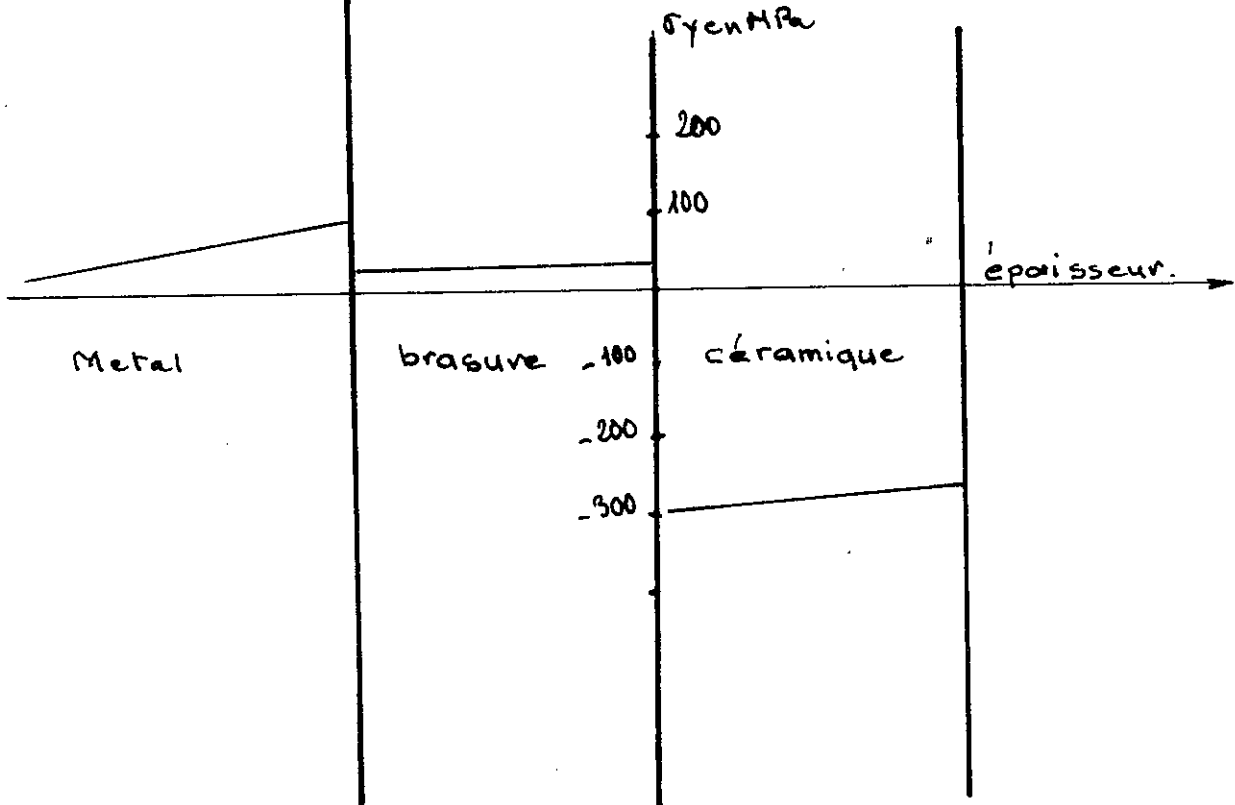


Figure 4: présence d'une brasure Formé à 800°

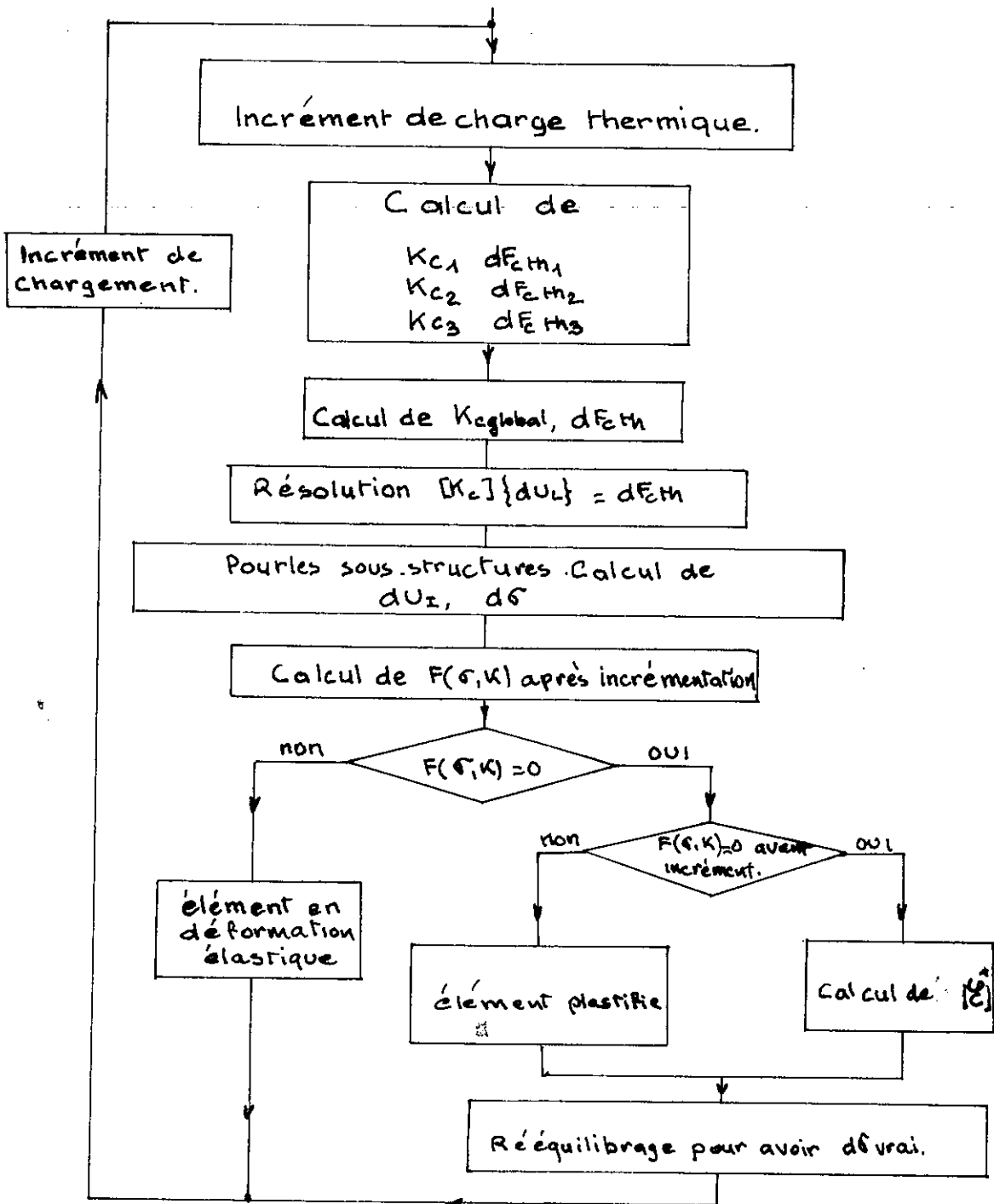


Figure 3

23 ème G. F. R. de BORDEAUX 88

PROPRIETES MECANIQUES DYNAMIQUES DE COMPOSITES

UNIDIRECTIONNELS PA 66/FIBRES DE VERRE

CHAUCHARD Jacques, CINQUIN Jacques et CHABERT Bernard

Laboratoire des Matériaux Plastiques et Biomatériaux

CNRS UA N° 507 - UNIVERSITE CLAUDE BERNARD

43 Bd du 11 Nov. 1918 - 69622 VILLEURBANNE

RESUME

Dans le but d'optimiser les caractéristiques mécaniques de composites unidirectionnels PA 66/fibres de verre, différents systèmes ont été préparés et testés au laboratoire grâce à des techniques mécaniques dynamiques.

Les influences respectives de la dimension des fibres, du type d'ensimage, de la présence d'additifs dans la matrice, ont été précisées.

DYNAMIC MECHANICAL PROPERTIES OF UNIDIRECTIONAL

PA 66/GLASS FIBRES COMPOSITES

ABSTRACT

The purpose of this work is to obtain an unidirectional PA 66/glass fibres composite with the best mechanical properties. Different kinds of composites were prepared and tested by dynamic mechanical analysis.

We point out the particular influences of fibres size, coating agents on fibres and nucleating and lubricants agents in the polyamide matrix.

INTRODUCTION

Les caractéristiques rhéologiques d'un composite dépendent non seulement de celles des deux composants du matériau final (la matrice et les fibres de renfort) mais également de l'interface fibre/matrice qui constitue souvent la zone de grande fragilité du matériau. Afin d'optimiser les caractéristiques mécaniques de composites unidirectionnels PA 66/fibres de verre, nous avons préparé et testé des éprouvettes de composites grâce à des techniques mécaniques dynamiques sollicitant de préférence les zones interfaciales.

MATERIAUX ETUDIES

- MATRICES

Les matrices polyamide 66 ont été fournies par la Société RHONE-POULENC. Ces matrices peuvent contenir des charges minérales qui ont en particulier comme finalité, un rôle de nucléation (cristallisation) ou de protection (dégradations thermiques).

Nous avons retenu trois types de polyamide 66 :

- A : polyamide 66 avec des agents nucléants et des agents lubrifiants.
- B : polyamide 66 avec des agents stabilisants et un agent lubrifiant.
- C : polyamide 66 avec des agents nucléants puissants, de type organométallique et des agents lubrifiants.

- FIBRES

Les fibres de verre fournies par la Société VETROTEX SAINT GOBAIN, sont constituées de verre E.

Trois présentations différentes ont été utilisées :

Diamètre d'un monofilament	Nombre de monofilaments par mèche	Titre
14 μm	800	320 Tex
17 μm	2000	1200 Tex
24 μm	2000	2400 Tex

Les fibres de verre nues ne peuvent être utilisées directement pour la réalisation de composites (non manipulables lors de la mise en oeuvre, sensibilité à l'eau, manque d'affinité avec la matrice ...). Il est donc indispensable de leur faire subir un traitement de surface qui consiste généralement en un dépôt d'un produit de recouvrement ou "produits d'ensimage".

L'ensimage doit assurer deux rôles importants :

- un rôle d'agent collant en réalisant une certaine cohésion de l'ensemble de la mèche lors de diverses manipulations.
- un rôle d'agent de pontage en établissant des liaisons chimiques entre la fibre de verre et la matrice polymère utilisée dans le composite.

Les caractéristiques des différents traitements d'ensimage sont reprises dans le tableau suivant :

Nomenclature des traitements d'ensimage	Composition du bain d'ensimage
a	Composition standard ; agent collant + agent pontant
b	Composition a avec taux d'agent pontant multiplié par deux
c	Composition a sans l'agent de pontage

L'agent collant à base de polyuréthane et l'agent pontant γ aminopropyl-

triéthoxysilane (A 1100) sont déposés en sortie de filière.

COMPOSITES

Les rubans de composites unidirectionnels verre/polyamide 66 ont été préparés par une technique de pultrusion mise au point et breveté à l'Institut de Recherche de Chimie Appliquée IRCHA (1-2).

Les semi produits sont obtenus par imprégnation des fibres de verre continues par la matrice polyamide à l'état solide sous forme de poudre mise en suspension dans un liquide inerte. Après évacuation du liquide et assemblage des monofilaments, les mèches imprégnées passent dans un four assurant la fusion du polyamide puis dans un poste de formage (pultrusion).

Les rubans obtenus peuvent constituer des pièces finales par compression et moulage.

L'IRCHA nous a ainsi fourni des rubans soit de 0,5 x 4 mm soit de 0,3 x 43 mm. Les plaques unidirectionnelles ont été réalisées par moulage et compression à chaud de rubans, l'épaisseur finale obtenue a été de 2 mm.

TECHNIQUES UTILISEES

Deux types de mesures ont été réalisées sur des éprouvettes de composite:

- mesures des caractéristiques rhéologiques isochrones à températures variables effectuées grâce à un viscoélasticimètre DMTA de POLYMER LABORATORIES travaillant en flexion trois points, déjà utilisé pour ce genre d'étude (3-4).
- mesures de module de cisaillement dynamique isotherme à fréquences variables (de 7,8 à 250 Hz) effectuées après adaptation et mise au point d'une tête de mesure compatible avec un ensemble METRAVIB (5).

MESURES ISOCHRONES AU PL DMTA

Le dispositif de sollicitation est présenté figures 1 et 2.

Pour nos essais, nous avons choisi une fréquence de 3 Hz, une amplitude maximale de déformation de 16 μ m pour une distance entre mors fixe et mors vibrant de 8 mm. Le domaine de température utilisé a été de - 150° à 220°C.

Pour les composites, les éprouvettes ont été découpées dans des plaques d'épaisseur 2 mm, de façon à ce que les fibres de verre fassent un angle de 30° par rapport au grand axe de l'éprouvette. Les essais ont été réalisés en simple cantilever afin de s'affranchir des problèmes liés aux dilatations thermiques.

Le choix de l'angle de 30° a été dicté de façon à ce qu'aucune fibre ne soit fixée simultanément dans les deux mors. Dans ces conditions, les fibres ont plus un rôle de charge que de renfort, tandis que les zones interfaciales

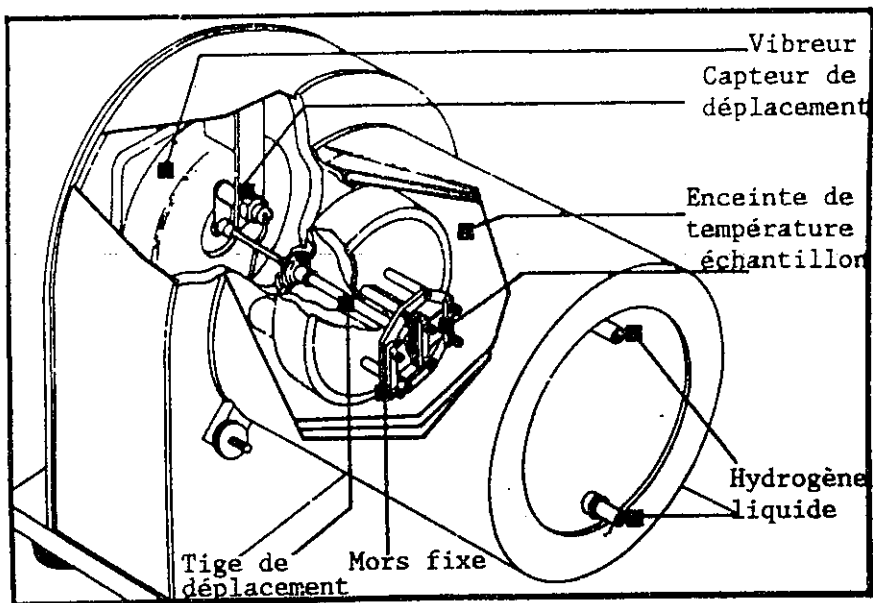


FIGURE 1 : Vue d'ensemble de la tête de sollicitation du viscoélasticimètre PLDMTA.

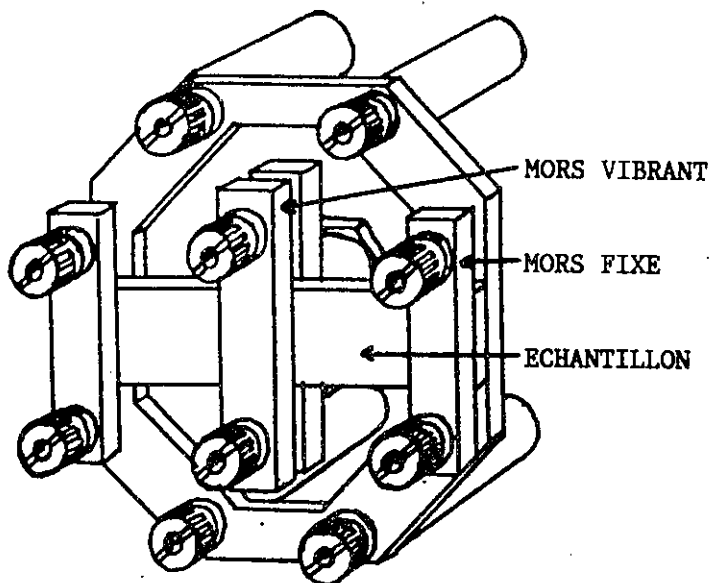


FIGURE 2 : Schéma détaillé de la tête de mesure en mode "double cantilever" sur le viscoélasticimètre PLDMTA.

sont préférentiellement sollicitées.

Que ce soit avec la matrice seule, ou avec le composite, il est possible de mettre en évidence les différentes relaxations connues dans le polyamide 66

- la première, observée vers -130°C , appelée aussi transition γ , correspondrait à la mise en mouvement des groupements amides liés par liaison hydrogène, et à la mise en mouvement de groupements méthylènes dans les parties hydrocarbonées de la chaîne.
- la deuxième, observée vers -60°C , appelée aussi transition β , correspondrait à la mise en mouvement des groupements amides non liés par liaison hydrogène.
- la troisième, observée vers 78°C , pour un polymère très sec, appelée transition α , est associée à la transition vitreuse et correspond à la mise en mouvement de segments de chaînes macromoléculaires de la phase amorphe.

Les températures de transition γ , β et α ne sont pas modifiées par la présence de fibres de verre.

Si les modules vitreux et caoutchoutiques lors d'une sollicitation "dans l'axe des fibres" sont indépendants du type d'ensimage et ne dépendent que du taux de fibres ; il n'en est pas de même pour les sollicitations "hors axes" (figure 3) :

- pour les composites secs, la présence de l'agent de pontage aminosilane sur les fibres de verre, ne modifie pas le comportement à l'état vitreux.
- dans le domaine caoutchoutique, par contre, la présence de cet agent entraîne une forte augmentation du module caoutchoutique.
- dans le domaine de la relaxation vitreuse, l'amplitude du pic de déphasage associée aux capacités d'amortissement du matériau dans ce domaine, est fortement diminuée lors de la présence de l'agent de pontage. Pour exemple, à 30°C la valeur de tangente δ chute d'environ 45 % lorsque l'aminosilane A 1100 est présent.

De telles évolutions sont pour nous caractéristiques de la création de liaisons chimiques entre l'ensimage et la fibre d'une part, et l'ensimage et la matrice d'autre part (3-6), liaison entraînant une rigidification de l'interface.

MESURES ISOTHERMES EN CISAILLEMENT DYNAMIQUE

Pour cette étude, l'échantillon unidirectionnel est fixé verticalement par deux mors latéraux dans la cellule de mesure comme indiqué figure 4.

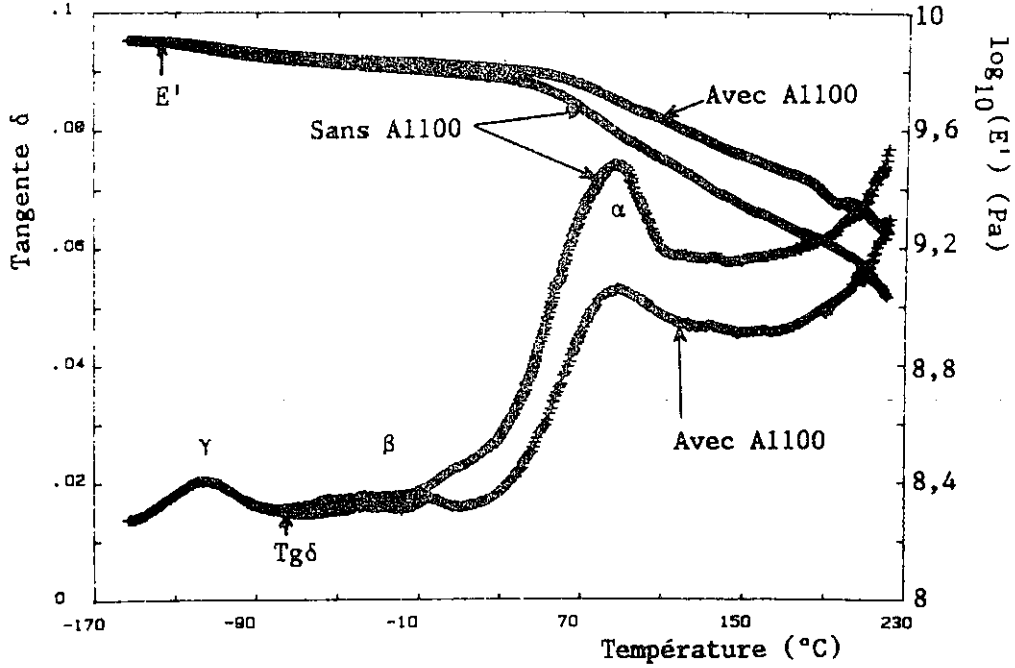


Figure 3 : Evolution du module E' et de la valeur de tangente δ en fonction de la température pour une vitesse de montée en température de $3^\circ\text{C}/\text{mn}$ et une fréquence de sollicitation de 3 Hz sur des éprouvettes avec ou sans agent pontant A1100.

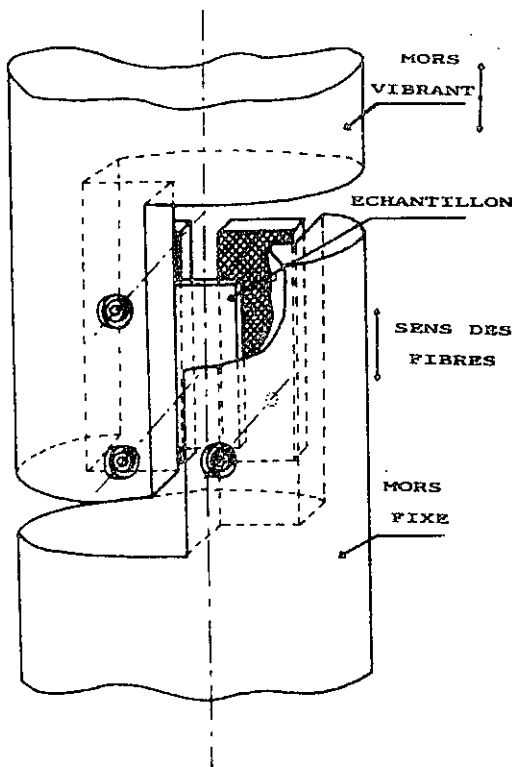


FIGURE 4 : Schéma de la tête de cisaillement utilisée sur un visco-élasticimètre "Métravib".

Nous avons comme indiqué précédemment adapté cette cellule de mesure sur un viscoanalyseur METRAVIB où le mors inférieur reste fixe alors que le mors supérieur est soumis à un déplacement dynamique d'amplitude variable. Le viscoélasticimètre nous fournit la norme de la raideur nécessaire pour imposer le déplacement choisi et l'angle de déphasage $\text{tg}\delta$ entre le signal imposé à l'échantillon et le signal transmis par celui-ci.

Par cette technique nous avons mis en évidence l'influence de trois paramètres :

- le diamètre des monofilaments constituant les fibres de renfort, ce paramètre mesurant la quantité d'interface fibre/matrice sollicitée pour un même taux de fibres.
- la présence d'additifs dans la matrice polyamide : A, B ou C.
- le type d'ensimage des fibres de verre : a, b ou c.

Les essais ont été réalisés sur des éprouvettes de composite unidirectionnels découpés dans des plaques moulées par compression à partir des rubans pultrudés par l'IRCHA. Le taux de verre est de 60% environ.

Les dimensions de ces éprouvettes sont de 25 mm (hauteur parallèle aux fibres) par 15 mm de large et 2 mm d'épaisseur.

Les échantillons sont soumis à un cisaillement dynamique alterné, avec une sollicitation parallèle à l'axe des fibres. Les fréquences varient de 7,8 à 250 Hz.

Deux types d'essais ont été réalisés :

- un premier non destructif, pendant lequel l'amplitude de déformation est de quatre micromètres, ce qui compte tenu de la géométrie d'éprouvette utilisée correspond à un taux de déformation de 10^{-3} .
- un deuxième, destructif, pendant lequel on augmente progressivement l'amplitude de déformation jusqu'à rupture de l'échantillon.

Les essais sont effectués à température ambiante sur des éprouvettes conditionnées à 50 % d'humidité relative.

Chaque point des courbes présentées résulte d'une moyenne de dix mesures réalisées sur des éprouvettes différentes. Sur toutes les courbes expérimentales obtenues, on note évidemment une augmentation du module G' avec la fréquence de sollicitation.

INFLUENCE DU DIAMETRE DES MONOFILAMENTS

Pour cette étude, nous avons retenu comme constituant du composite la matrice A et comme traitement de surface des fibres, l'ensimage standard a. Les résultats obtenus sont présentés figure 5.

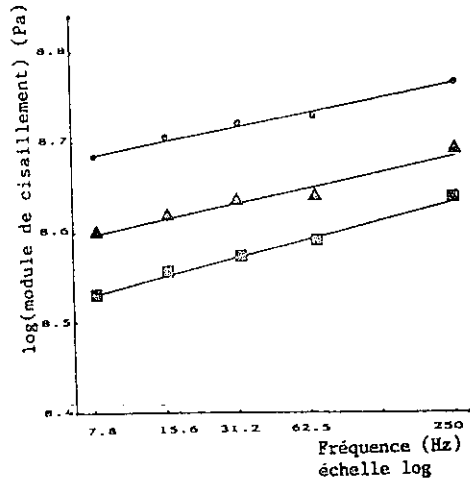


Figure 5 : Evolution du module de cisaillement en fonction de la fréquence de sollicitation pour différents diamètres de monofilaments

○ 14 µm, △ 17 µm, ■ 24 µm.

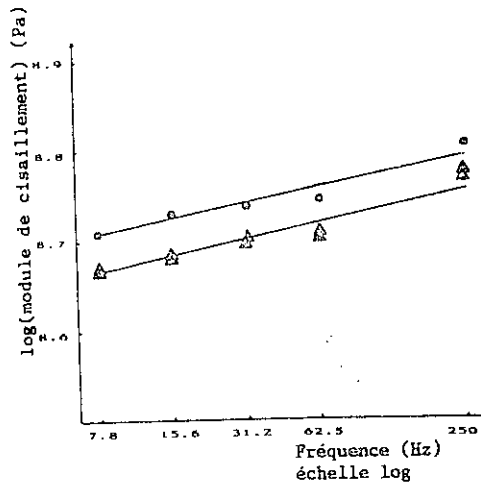


Figure 6 : Evolution du module de cisaillement en fonction de la fréquence de sollicitation pour des matrices différemment nucléées et différemment lubrifiées

△ : A ○ : B △ : C

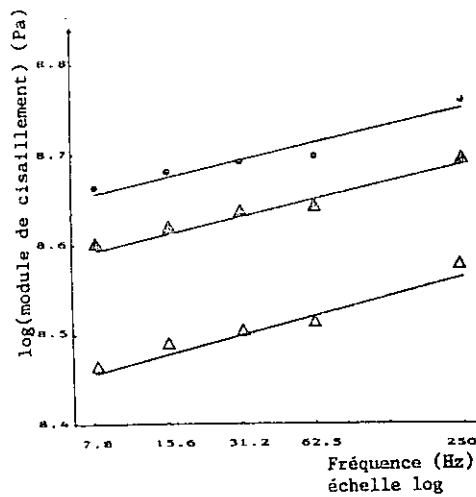


Figure 7 : Evolution du module de cisaillement en fonction de la fréquence de sollicitation pour différents traitements d'ensimage

△ : C △ : a ○ : b

On constate une augmentation du module de cisaillement quand le diamètre des monofilaments diminue. Les résultats logiquement attendus, compte tenu de l'augmentation de la quantité d'interface avec la diminution du diamètre des monofilaments, nous ont permis de tester la validité du dispositif développé au laboratoire et d'apprécier sa sensibilité.

INFLUENCE DES ADDITIFS PRESENTS DANS LA MATRICE

Pour cette étude, nous avons retenu comme constituant du composite, des fibres de 14 μm recouvertes de l'ensimage standard a. Les résultats obtenus sont présentés figure 6. Il apparaît que ce sont les matrices contenant des agents nucléants et lubrifiants qui possèdent le moins bon comportement. Nous avons vérifié que les différences observées ne pouvaient pas être attribuées aux différences de cristallinité entre les matrices : en effet, si la cinétique de cristallisation est fortement influencée par la présence des agents nucléants, le taux final de cristallinité des différentes matrices est très semblable en fin du processus d'élaboration. Les différences observées ne peuvent s'expliquer que par l'absence de dégradations de la matrice lors de l'élaboration du composite (soit pendant la pultrusion soit pendant le moulage des plaques). Nous avons effectivement vérifié ce fait en mesurant l'indice de viscosité à l'état fondu des différentes matrices.

INFLUENCE DE L'ENSIMAGE DES FIBRES

Pour cette étude, nous avons retenu comme constituants du composite la matrice A et les fibres de 17 μm de diamètre. Les résultats obtenus sont présentés figure 7. Nous constatons une augmentation du module de cisaillement avec le taux A1100. Ces résultats sont tout à fait compatibles avec ceux obtenus lors des études isochrones et que nous avons associé à la rigidification de l'interface par l'agent de pontage.

Si on augmente progressivement l'amplitude de déformation à laquelle est soumis l'échantillon et ce jusqu'à la rupture, on peut obtenir des classements tout à fait différents. En effet un excès de rigidification de l'interface constitue un frein aux grandes déformations réversibles. Ce fait a été vérifié par des études de tenue en fatigue effectuées dans le laboratoire de Messieurs VERDU et TROTIGNON à l'Ecole Nationale Supérieure des Arts et Métiers de Paris (ENSAM) (7).

En définitive le composite possédant les meilleures propriétés mécaniques devrait être réalisé en utilisant une matrice ne comportant ni agent de nucléation, ni agent lubrifiant mais un stabilisant thermique évitant les ruptures de chaînes macromoléculaires lors de la mise en forme.

En ce qui concerne les fibres, le plus faible diamètre est préférable. L'ensimage devrait comporter outre l'agent collant polyuréthane l'agent pontant aminosilane, une augmentation du taux d'aminosilane ne semblant favorable que pour la tenue aux faibles déformations.

BIBLIOGRAPHIE RESTREINTE

- (1) E. MUREL et G. MAVEL (IRCHA), Brevet n°7401975
- (2) IRCHA (Institut de Recherche en Chimie Appliquée) Brevet n°8303938
- (3) J. CHAUCHARD, B. CHABERT, P. JEANNE et G. NEMOZ
Die Angew. Makromol. Chem., 154, pp 23-41, n°2478 (1987)
- (4) J. CHAUCHARD, B. CHABERT, G. NEMOZ et P. JEANNE
Europ. Polym. J., 23, n°5, 353 (1987).
- (5) G. NEMOZ, B. CHABERT, J. CHAUCHARD et J. CINQUIN
C.R. Acad. Sci. PARIS, 303, série II, n°20, 1787 (1986).
- (6) J. CHAUCHARD, B. CHABERT, P. JEANNE et G. NEMOZ
J. Chim. Phys., 84, n°2, 239 (1987).
- (7) J. CINQUIN, Thèse LYON 1988.

MECANISMES D'ENDOMMAGEMENT EN FATIGUE DES MATERIAUX COMPOSITES A RENFORT UNIDIRECTIONNEL

L. FIORE, P. FOURNIER, L. VINCENT

ECOLE CENTRALE DE LYON

Laboratoire de Mécanique des Solides - Equipe "Matériaux"

BP 163 - 69131 ECULLY Cedex

Résumé: Le comportement en fatigue des matériaux composites unidirectionnels à renfort verre est analysé en prenant en compte les mécanismes de dégradation. Un schéma général en trois stades est proposé à partir duquel est explicitée l'influence de différents paramètres. Notre démarche se situe dans un contexte nouveau de "tolérance aux premières ruptures" de type fibres ou matrice.

FATIGUE DAMAGE MECHANISMS OF UNIDIRECTIONAL GFRP

Abstract: The fatigue behaviour of unidirectional GFRP is analysed from several damage mechanisms. A three steps sheme is proposed from which many parameters are discussed. Our original approach is based from the earlier breaking of fibers or matrix.

I- INTRODUCTION

La connaissance du comportement en fatigue des matériaux composites à renfort "verre" unidirectionnel et matrice de type époxyde est en grande partie tributaire du rôle des interfaces et des mécanismes liés à leurs comportements. Le comportement de l'interface doit être décrit à partir des défauts qui apparaissent dès la toute première mise en charge [1] : il est nécessaire en effet de définir ce comportement en tant que résistance de l'interface à la fissuration. L'approche développée ici est discutée à partir de l'influence de paramètres liés à la sollicitation, au matériau, et à l'environnement notamment en présence d'humidité. Notre but est de fournir des éléments de réflexion permettant d'appréhender le rôle des différentes interfaces sur la tenue globale du matériau.

II- ENDOMMAGEMENT PAR FATIGUE EN FLEXION DES COMPOSITES UD VERRE

A partir des travaux menés ces dernières années [2] sur le comportement en fatigue par flexion pure de matériaux composites, à matrice époxyde et renfort unidirectionnel verre, sollicités à amplitude de flèche constante, nous pouvons souligner que :

- 1 - l'endommagement résulte d'une évolution progressive des propriétés de volume dont un des traceurs significatifs est la perte de rigidité.

- 2 - le matériau possède des défauts qui sont autant de points faibles sur lesquels peuvent s'amorcer la dégradation.

Il existe une compétition permanente entre l'évolution des propriétés de volume et le comportement propre des points faibles au cours de la sollicitation. En particulier, il est très difficile de définir une phase d'amorçage et de propagation d'une fissure. L'évolution du dommage est une succession d'amorçages continus et de propagations localisées tout au long de la durée de vie du matériau. Rappelons que ce processus est un des atouts majeurs des structures composites à renfort verre puisqu'un défaut peut s'amorcer, se propager, sans conduire à une rupture globale.

Ainsi la fatigue des composites à renfort unidirectionnel verre se résume à :

- 1 - la caractérisation des points faibles conduisant à des ruptures localisées dans les tout premiers cycles. La statistique des ruptures, notamment vis à vis d'un matériau fragile comme le verre, et le volume de matière sollicitée sont des facteurs essentiels.
- 2 - la mesure de l'évolution des propriétés de l'ensemble "matrice-interfaces". Cette connaissance est indispensable à chaque instant pour prévoir les transferts de charge locaux et la résistance à la propagation des endommagements.

Le couplage permanent entre ces deux concepts montre le rôle essentiel joué par les interfaces. Contrairement à une idée trop classique, ce rôle ne doit pas conduire à définir la nature et la qualité de l'interface dans la seule optique du transfert de charge. En particulier un "bonne" interface vis à vis de la fatigue est assurément un compromis entre les deux fonctions : transfert de charge et résistance à la propagation localisée. Nous précisons par la suite, qu'une troisième fonction doit être prise en compte : la protection physicochimique de la fibre de verre dans le cas banal où l'humidité intervient.

En considérant le cas général où les dégradations apparaissent, en fatigue par flexion pure, préférentiellement sur la face tendue, on définit trois stades :

Stade 1 : les premières ruptures

Nous avons identifié deux mécanismes initiaux de rupture :

- a - fissuration de la matrice dans le sens transverse aux fibres, souvent sur une longueur de quelques dixièmes de millimètres. Ces ruptures sont la plupart du temps associées à un surplus de matrice en surface ou à des défauts débouchant (bulles...).
- b - rupture de fibres plus ou moins éparses sur la face tendue, ces ruptures ne concernent en général que le diamètre du filament, soit une à deux dizaines de micromètres.

Stade 2 : multiplication des premières ruptures et propagation localisée.

Dans le cas du mode matrice, il est clair que cette première rupture a tendance à localiser l'effet de l'environnement. La propagation de l'endommagement dépendra entre autres de la protection des fibres (composante physicochimique de l'interface) et des possibilités de plastification locale de la matrice.

Le schéma de la propagation à partir des fibres rompues en surface met particulièrement en évidence le rôle prépondérant des interfaces. Toute rupture entraîne en effet une redistribution du transfert de charge autour de la fibre rompue (liée aux propriétés viscoélastiques de la matrice et de l'interface [3], [4]) et un effet d'entaille localisé. Le défibrage apparaît alors comme une possibilité d'accommodation de la déformation, bénéfique sur la durée de vie.

Ainsi si l'interface est très résistante (résistance au cisaillement élevée), aucune accommodation n'est possible exceptée la fissuration de la matrice jusqu'à la fibre suivante et ainsi de suite. Les fibres les plus faibles imposent le comportement global du matériau. Si la résistance au défibrage est faible, la première rupture peut n'avoir aucune influence sur le comportement global (une fibre de plus ou de moins sur quelques centaines). La dégradation reprend sur une autre fibre moins résistante ce qui signifie que l'on va décrire une large part de la distribution statistique des ruptures : les résultats d'essai pourront apparaître dans ce cas moins dispersés.

Stade 3 : dégradation globale

Le développement de ces dégradations conduit à un affaiblissement généralisé de la face tendue. La dégradation se propage alors dans l'épaisseur et la perte de rigidité dépasse 10 à 20 %. Des phénomènes d'échauffement dus au frottement des fibres et des mèches dans leur logement rendent alors très complexe toute tentative d'interprétation. En réalité ce stade dépend en priorité des conditions d'essai et n'est souvent que très peu représentatif du matériau.

Notons que dans ce stade, des interfaces spécifiques sont alors à même de jouer un rôle bénéfique analogue à celui décrit ci-dessus pour le défibrage : il s'agit des interfaces en limite de mèche ou de plis.

III- MECANISMES DE DEGRADATION - FACTEURS D'INFLUENCE

Les trois stades de dégradation mis en évidence sur les matériaux unidirectionnels verre/époxy peuvent être modifiés par des facteurs liés au matériau lui-même, aux conditions d'essai ou enfin aux modifications locales par l'environnement. En particulier nous insistons ici sur les effets :

- du taux de verre, du procédé d'élaboration et des cinétiques de cuisson.
- de la vitesse de chargement.
- de la température et du taux d'humidité relative.

Cette analyse traite essentiellement de l'influence de ces paramètres sur l'évolution des deux premiers stades.

III-1 Paramètres influençant les mécanismes initiaux.

L'apparition des toutes premières dégradations consécutives à la première mise en charge peut être tributaire:

a) du taux de verre (figure 1)

Nous avons montré qu'un accroissement de la quantité en verre dans le composite, dans la plage 50 à 60 % en volume (v/o), avait pour conséquence :

- un nombre de premières ruptures de fibre en surface plus important (quelques dizaines (50 % v/o) à plusieurs centaines (60 % v/o)).
- un seuil d'apparition de ces ruptures beaucoup plus bas (60 % de la contrainte à rupture statique (σ_{rs}) pour 50 % v/o et 20 % σ_{rs} pour 60 % v/o)

b) du procédé d'élaboration

En opposant deux des procédés classiques de réalisation des structures composites unidirectionnels, nous pouvons souligner :

- pour le procédé pultrusion, qui utilisent en général des taux de verre élevés, les désalignements de mèches de fibre en surface par rapport à l'axe principal de renforcement qui conduisent à des ruptures prématurées. De plus, une tension des mèches plus ou moins grande, contribue par un effet de surcharge locale, à modifier sensiblement le transfert de charge dans le matériau. On se doute que c'est la "déformation potentielle admissible" de la mèche ou de la fibre qui est l'élément essentiel dans l'évolution de la dégradation.
- dans la technique d'enroulement et de moulage, les inhomogénéités de répartition de résine sur la face tendue sont la source de fissurations de matrice préférentielles.

III-2 Paramètres influençant la fissuration localisée et la multiplication des défauts

a) Facteurs influençant préférentiellement la fissuration localisée.

- la cinétique de cuisson, essentielle sur la morphologie du réseau polymère, influe fortement sur la distribution locale du gradient de cisaillement à l'interface. Ainsi des

cinétiques de cuisson rapides (température et/ou vitesse élevées) conduisent à la formation de réseaux très "rigides", bloquant les mouvements relatifs des chaînes moléculaires. Ce processus modifie l'état des contraintes internes et favorise la dégradation localisée par un mécanisme de fragilisation de la matrice : ce phénomène est caractéristique de vitesses de dégradation plus rapides et donc de durées de vie plus courtes [2].

- l'humidité, en front de fissure, peut intervenir selon deux mécanismes :

- *) Une plastification liée à la sorption d'eau ayant pu diffuser directement dans la matrice ou par capillarité aux interfaces. Ce dernier phénomène est particulièrement important puisque d'une façon générale il peut contrôler la vitesse globale de diffusion de l'eau dans un matériau composite à renfort verre [5]. Une des hypothèses retenues est que les molécules d'eau sorbées aux interfaces tendent à diminuer le gradient de contrainte issue de la cuisson jusqu'à même l'annuler. Cette diminution, comme on peut le penser conduit à privilégier la fissuration par les interfaces et la matrice.
- *) Un processus de rupture différée, conséquence cette fois d'une interaction directe de l'eau et de la fibre de verre. Ce mécanisme est particulièrement actif dans une sollicitation de type maintien sous flèche ($R = 1$). En effet, dans une fissure ouverte soumise à l'agression de l'environnement, on peut imaginer un processus de diffusion et de transport des molécules d'eau en front de fissure. Ces phénomènes, bien identifiés au niveau des céramiques massives [6], sont attribués à une croissance sous critique des défauts dans le verre dont les cinétiques se modifient en présence de l'eau. En particulier il a été mis en évidence que l'accroissement du taux d'humidité relative a pour effet d'augmenter la vitesse de propagation et d'abaisser sensiblement la valeur seuil de croissance de ces défauts [7].

b) Facteurs influençant préférentiellement la multiplication des premières ruptures

- *) La température imposée pendant l'essai modifie les transferts de charge locaux et conduit à un changement des faciès de dégradation : grandes longueurs de défibrage dans le cas des basses températures ($- 60^{\circ}\text{C}$) et rupture franche avec peu de décohésions à plus haute température ($+ 60^{\circ}\text{C}$).
- *) La vitesse de chargement, sur le même type d'essai, amène aux mêmes évolutions : mécanismes par défibrage à vitesse de mise en charge élevée ($0,6 \text{ mm/s}$) et rupture "franche" aux vitesses plus faibles ($0,03 \text{ mm/s}$).

Il est clair, que les résultats ci-dessus sont en liaison avec les principes de superposition "temps-température", caractéristiques des matériaux à comportement viscoélastique pour lesquels :

- l'augmentation de la température ou la diminution de la vitesse de mise en charge autorisent plus aisément la relaxation du réseau polymère et des interfaces, et, accentuent ainsi une localisation de la dégradation sur les premiers défauts créés.
- à l'inverse, la diminution de la température pendant l'essai ou l'accroissement de la vitesse contribuent à augmenter localement le gradient de cisaillement et privilégient un chemin de fissuration par le défibrage.

III-3 Les paramètres influençant les résultats globaux

D'un point de vue plus quantitatif, nous soulignons que :

- 1 - la diminution de la température ou l'augmentation de la vitesse de mise en charge se traduit par un accroissement des caractéristiques à rupture (contrainte, flèche,...) en flexion statique trois points sans modification apparente du module d'élasticité (figures 2 et 3).
- 2 - un taux de renfort plus élevé conduit dans certains cas à chute plus rapide de la rigidité du matériau composite sollicité en fatigue par flexion ondulée trois points (figure 4).
- 3 - l'élévation du taux d'humidité relative dans un essai de maintien sous flèche ($R = 1$) est caractéristique d'une perte de rigidité plus rapide (figure 5).

Parmi les paramètres cités, on peut rechercher un effet bénéfique dans :

- Une valeur du taux de verre à la fois suffisante pour assurer le renforcement (50 %) et à une limite supérieure de 60 %, un procédé et/ou une cinétique de cuisson qui ne tendent pas à former un réseau polymère trop rigide "pénalisant" alors les liaisons fibres-interfaces et mèches de fibre-matrice.
- Une protection de la fibre de verre efficace vis à vis de l'environnement qui diminue le phénomène de plastification de la matrice et protège la fibre de verre vis à vis du mécanisme de rupture différée.

L'analyse précédente sur les premiers mécanismes et le rôle des interfaces (transfert de charge, accommodation de la déformation, et, protection face à l'environnement) permettent d'explicitier un grand nombre de résultats expérimentaux. Cependant, il est indéniable que l'influence des paramètres doit être corrélée aux modifications des propriétés de volume dans les tout premier cycles de sollicitation. Cette étape, est indispensable à la compréhension et la prévision des dégradations. A cette fin nous avons développé un nouvel outil expérimental (le rhéomètre cyclique) capable d'intégrer simultanément les grandeurs temps -ou fréquence- et environnement (- 60 à + 60 °C).

L'originalité de cette méthodologie réside dans la complémentarité de plusieurs mesures :

- acquisition et analyse du cycle charge-déplacement qui permettent de remonter aussi bien à l'évolution de rigidité (pente) qu'à celle de l'amortissement (aire).
- suivi optique des mécanismes de dégradation.
- le couplage avec la mesure d'émission acoustique au cours de la sollicitation qui décele l'apparition des premières dégradations (stade 1).

Nous montrons en particulier [2] que le suivi de l'énergie dissipée couplé à l'émission acoustique permet de rendre compte des premières évolutions (volumiques et ponctuelles) en fatigue par flexion ondulée (figure 6). L'étude approfondie des cycles de chargement indique que le comportement rhéologique de la matrice et des interfaces joue un rôle prépondérant sur l'accommodation du matériau sur les premiers cycles. En particulier, avant l'avènement des premières fissures macroscopiques décelables sur la perte de rigidité, nous observons une diminution sensible de l'aire du cycle.

Ce résultat tend à montrer que lorsque la matrice et les interfaces se dégradent, la réponse du matériau reflète le comportement des seules fibres non détériorées.

Il est évident qu'ici aussi, le mécanisme initial, la propagation des défauts (évolution globale ou localisée) et les paramètres "essai" ou "matériau" conditionnent la réponse au chargement cyclique.

Ce qui nous paraît important vis à vis de ces évolutions c'est de "favoriser" la réponse rhéologique de la matrice ou des interfaces au cours de la sollicitation. Nous devons rechercher entre autres à privilégier :

- dans le mécanisme initial, une plus large part de la distribution statistique des monofilaments
- une évolution des défauts par défibrage plutôt que localisée.

CONCLUSION

Dans ce travail, nous avons mis l'accent sur l'analyse des mécanismes de dégradation, à partir d'une synthèse de résultats expérimentaux relatif à un grand nombre de paramètres. Cette analyse nous a conduit à identifier trois stades prépondérants :

stade 1 : apparition des ruptures.

stade 2 : multiplication des premières ruptures et fissuration localisée.

stade 3 : dégradation globale.

Nous avons montré par ailleurs, l'incidence des facteurs "matériaux", "essai" et "environnement" qui conduisent à modifier les deux premiers stades. Ces résultats corrélés au suivi en continu des propriétés rhéologiques du matériau doivent permettre à terme la mise en place d'une méthodologie de caractérisation orientée dans un esprit type "tolérance aux premiers défauts". Le travail présenté constitue une première étape dans cette nouvelle démarche, indispensable pour la prévision de la durabilité de ces matériaux en service.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] P. PUGET - L. FIORE - L. VINCENT - Endommagement des matériaux en fatigue statique et dynamique, JNC5, Pluralis, PARIS, p 715-728, 9-11 Septembre, 1986
- [2] L. FIORE - L. VINCENT- Couplage de traceurs d'endommagement pour la prévision du comportement en fatigue de matériaux composites, JNC6, Pluralis, PARIS, à paraître, 9-11 Octobre, 1988
- [3] B. W-ROSEN - Tensile failure of fibrous composite - AIAA, Journals 2, pp 1968-1991, 1964
- [4] L. LIFSHITZ - A. ROTEM - Time dependant longitudinal strength of unidirectionnal fibrous composites, Fibre Science and Technology, 3, pp 1-20, 1970
- [5] J.P. SOULIER - R. BERRUET - A. CHATEAUMINOIS - B. CHABERT - R. GAUTHIER - Interactions of fiber reinforced epoxy composites with different salt water solutions including isotonic liquid, European Symposium on polymeric materials, GPI, LYON, 14-18 Septembre, 1987
- [6] A. G-EVANS - Ceramics for high performance applications- Ed JJ Burke-AE Gorum-RN Katz-Brook Hill Publishing Company, Massachusetts, 373, 1974
- [7] S.M. WIEDERHORN - Fracture mechanics of ceramics, vol2, 613, 1974

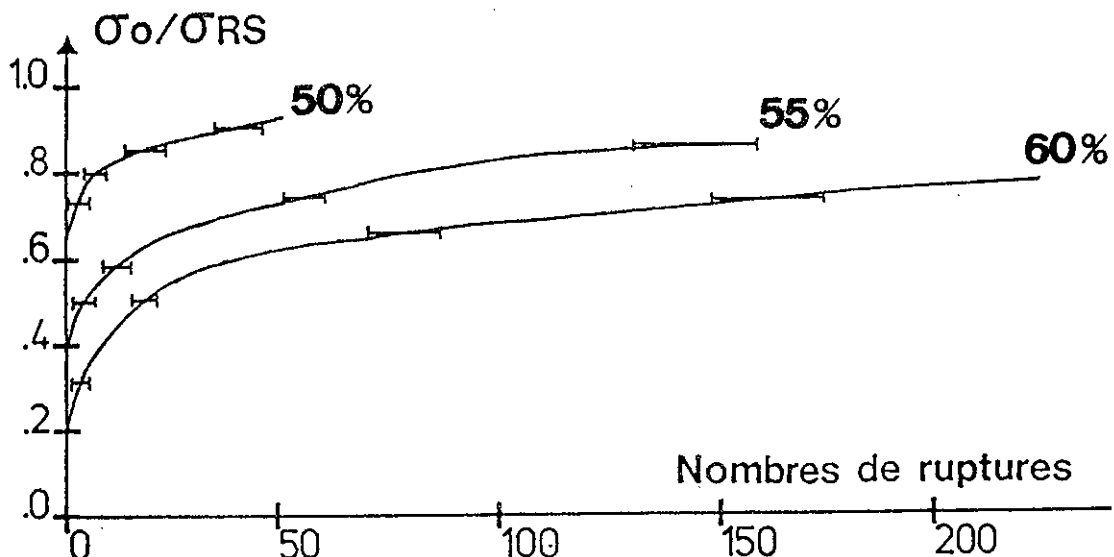


Fig. 1 : Evolution du nombre de fibres rompues à la première mise en charge en fonction du niveau de chargement pour trois taux de renfort, 50, 55 et 60 en volume.

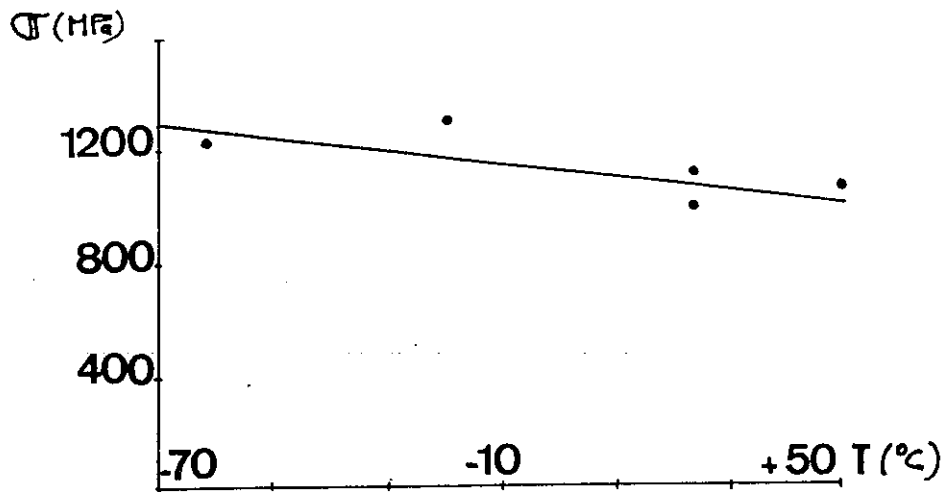


Fig. 2 : Evolution de la contrainte à rupture en fonction de la température pendant l'essai de flexion 3 points ($v = 2 \text{ mm/mn}$; $L/h = 20$).

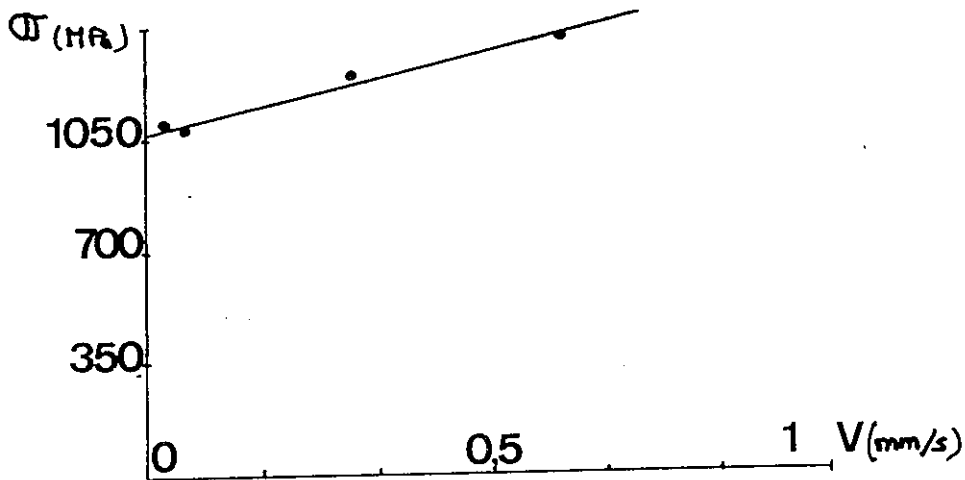


Fig. 3 : Evolution de la contrainte à rupture en fonction de la vitesse d'essai ($T = 23^\circ\text{C}$; $L/h = 20$).

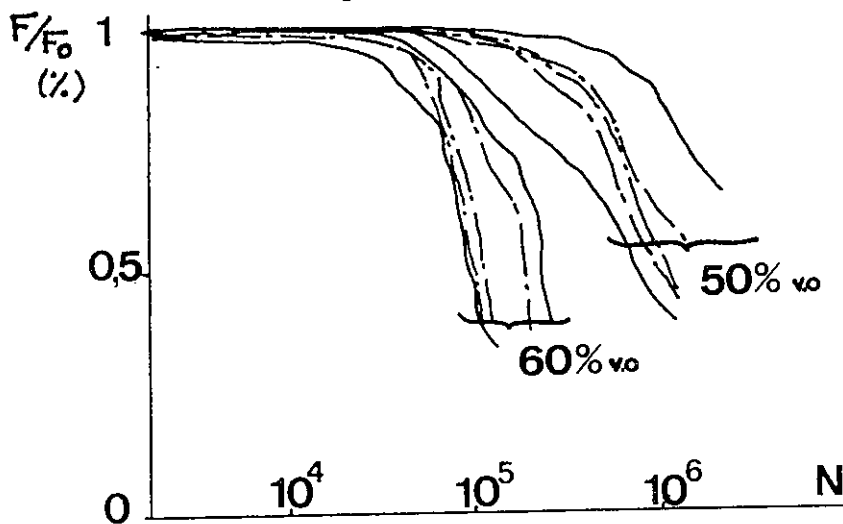


Fig. 4 : Influence du taux de renfort en fatigue par flexion ondulée (25 Hz ; $R = 0,1$; $L/H = 20$; $\sigma = 910 \text{ MPa}$).

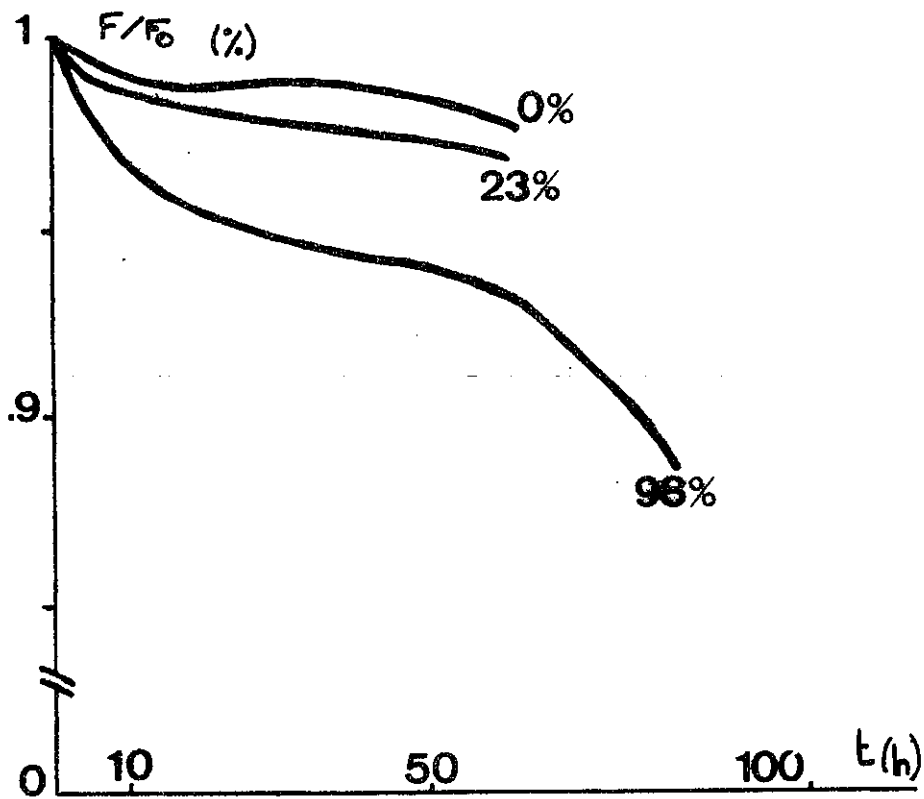


Fig. 5 : Influence du taux d'humidité relative (% HR) pendant l'essai de maintien sans flèche ($R = 1$; $L/h = 20$; $\sigma = 850$ MPa ; $T = 23^\circ\text{C}$)

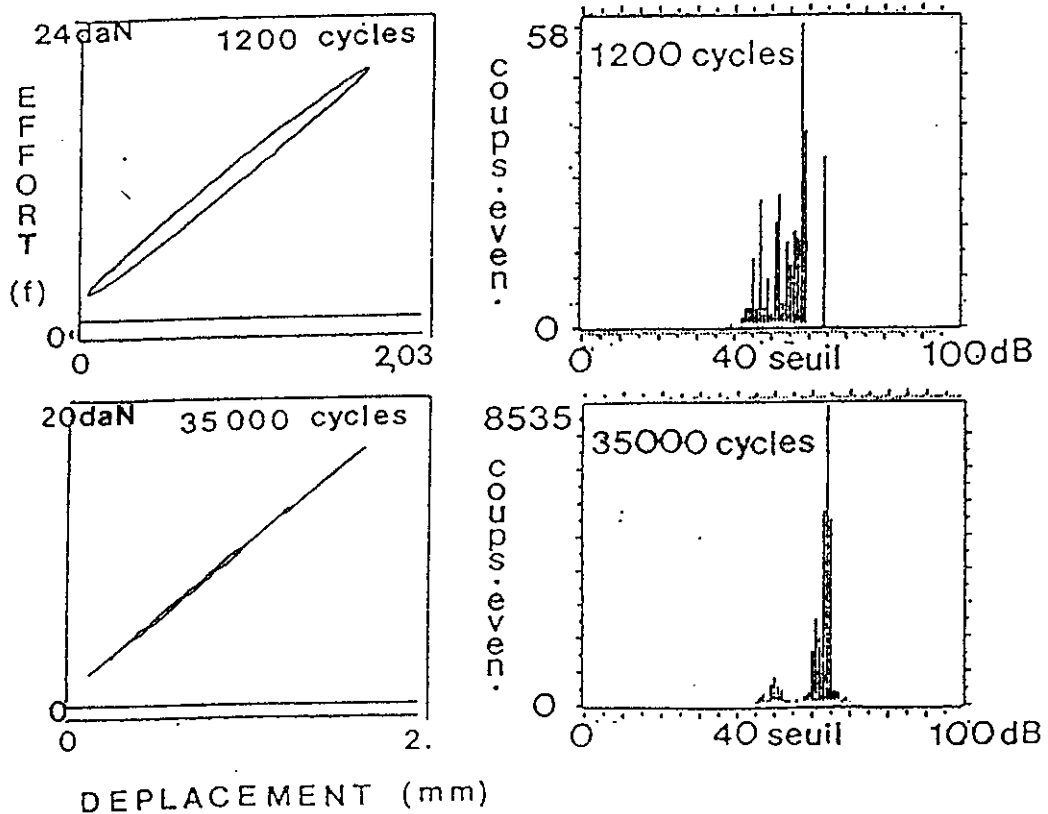
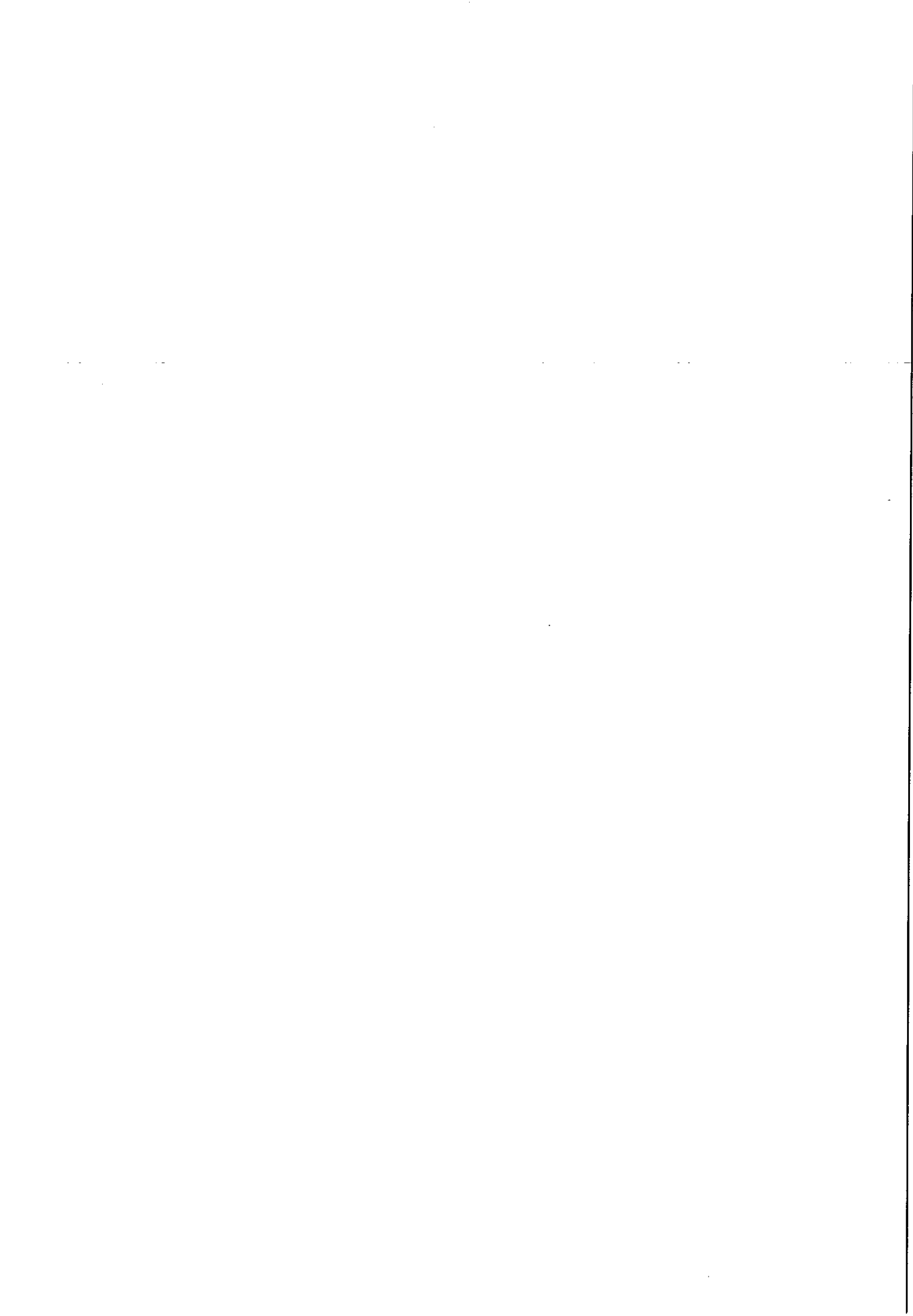


Fig. 6 : Evolution du cycle de chargement et de l'émission acoustique en fonction du nombre de cycles en flexion ondulée 4 points (25 Hz ; $R = 0,1$; $L/h = 30$; $l/L = 1/3$; $\sigma = 270$ MPa ; $T = 23^\circ\text{C}$)

23e Colloque G.F.R. Bordeaux 1988

CONFERENCE ANNULEE

GIRARDOT V., BATHIAS C.



INFLUENCE DES CHARGES MINÉRALES SUR LE COMPORTEMENTMECANIQUE D'UN JOINT COLLE CISAILLE EN TRACTION

W. LUHOWIAK, C. COLLOT*
R. CABRILLAC, R. DUVAL**

* Laboratoire "Science des Matériaux", Université de Reims.

** I.U.T. Génie Civil de Cergy, Université de Paris X.

Résumé

Le comportement mécanique d'un joint collé cisailé en traction dépend de nombreux facteurs tant mécaniques que géométriques. Parmi ces paramètres, nous avons étudié tout particulièrement l'influence des charges sur la tenue d'un collage ainsi que leur rôle sur la microfissuration d'un joint.

Après avoir caractérisé la nature minéralogique des charges ordinaires et renforçantes, nous déterminons les contraintes radiales et tangentielles dans la matrice organique et dans l'inclusion aux points les plus sollicités mécaniquement. Ces résultats permettent de classer les particules minérales en trois catégories ; en particulier, les charges minérales ordinaires se rompent bien avant la matrice pour des efforts environ trois fois plus faibles.

THE EFFECT OF MINERAL PARTICLES ON THE MECHANICAL BEHAVIOUR
OF A BONDED LAP JOINT TESTED BY TENSILE SHEARINGAbstract

The mechanical behaviour of a bonded double lap joint tested by tensile shearing depends on several parameters. We have specially studied the effect of the mineral particles, which are contained in the adhesive, on the strength of the joint.

First, the constitution of the common and stiffening inclusions is determined, then we calculate the different stresses in the polymer and in the circular particle at the most loaded points of the joint. Finally, the mineral inclusions are divided into three kinds ; the common ones break prior to the resin for weaker applied stresses.

1. INTRODUCTION

Les charges sont des substances inertes, minérales, animales ou végétales que l'on ajoute à un polymère de base entrant dans l'élaboration d'un adhésif. Les fonctions de ces inclusions sont très variées. Ainsi les charges "bon marché", telles que la craie, la calcite, le talc et le kaolin abaissent le prix de la résine, tout en améliorant fréquemment certaines propriétés physico-chimiques du produit de base. En effet, la viscosité se trouve généralement augmentée, alors que le retrait est diminué. Par contre, les fillers (alumine, oxyde de titane, carbure de silicium...) ont pour fonction principale de renforcer mécaniquement la résine. Ce type de charges améliore généralement la résistance à la rupture de la résine tout en augmentant son module d'élasticité et sa résistance à la compression. La résine époxyde "Eponal 317" que nous avons testée lors d'essais de cisaillement par traction d'assemblages collés contient 40 % en masse de charges minérales. Nous les avons identifiées par des méthodes d'analyse spectroscopique ; leur dimension moyenne a été déterminée grâce à des examens effectués au microscope électronique à balayage.

Les principales charges étant alors caractérisées, nous calculons les contraintes radiales et tangentielles dans la matrice et dans l'inclusion aux points

du joint de colle les plus sollicités mécaniquement, c'est-à-dire dans la demi-épaisseur du film d'adhésif près de l'interface âme/colle au voisinage de l'extrémité A (figure 1) :

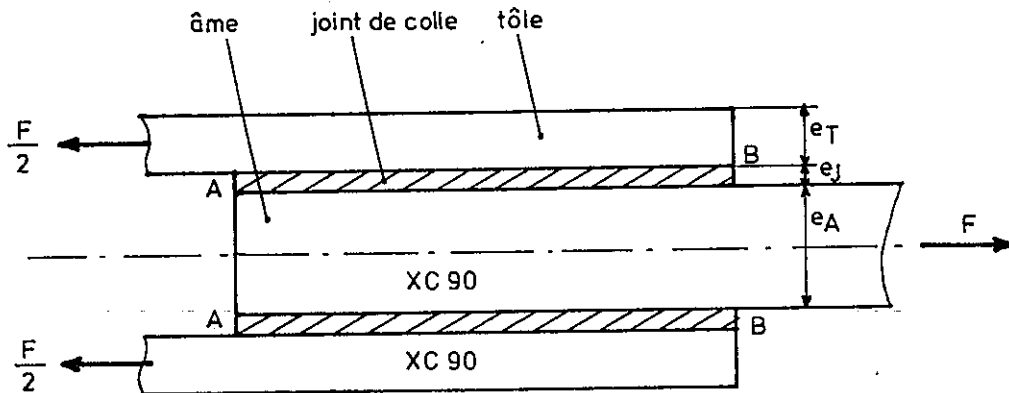


Figure 1 : modèle expérimental

La comparaison avec l'état des contraintes autour d'un trou circulaire, nous conduit à déterminer un diamètre limite en deçà duquel les charges ne jouent plus aucun rôle dans le mécanisme de la microfissuration du joint.

Enfin, en prenant en compte le module élastique et la résistance à la compression de l'inclusion, nous montrons que les charges ordinaires se rompent bien avant que n'apparaissent les premières microfissures dans la matrice. Lorsque ces charges ne présentent plus aucune tenue mécanique, elles se comportent alors comme des trous circulaires. En revanche, les singularités rigides assurent pleinement leur fonction de renfort.

2. MODELE EXPERIMENTAL

Il s'agit d'un modèle classique d'assemblage à double recouvrement cisailé par traction simultanée des subjectiles (fig. 1). Les âmes et les tôles sont en acier XC 90.

2.1. Résine époxyde

La colle utilisée, Eponal 317, est une résine époxyde bi-composant s'appliquant à la température ordinaire. Ses constantes élastiques ont été déterminées par extensométrie :

- module d'élasticité longitudinal: $E_j = 5\ 800$ MPa
- coefficient de Poisson : $\nu_j = 0,33$
- limite élastique en traction : $R_T = 30$ MPa
- limite élastique en compression $R_C = 100$ MPa.

En traction, la rupture se produit de manière brutale, elle est du type parfaitement fragile.

Le diamètre des bulles, tout à fait sphériques, varie de quelques μm à une vingtaine de μm [1], alors que la taille moyenne des charges est de l'ordre de 5 μm . Ces inclusions peuvent toutefois atteindre une dimension maximale de 15 μm .

2.2. Composants métalliques

Les constantes élastiques de l'acier XC90 sont les suivantes :

- module d'élasticité longitudinal $E_T = E_A = 228\ 000\ \text{MPa}$
- coefficient de Poisson : $\nu_T = \nu_A = 0,28$
- limite élastique en traction : $R'_T = 450\ \text{MPa}$.

3. ANALYSES CHIMIQUES DE LA COLLE EPONAL 317

La partie minérale de la résine contient une grande quantité de magnésium et de fer. Le durcisseur renferme beaucoup de calcium, un peu de fer et des traces d'aluminium.

Des analyses complémentaires ont été effectuées sur des échantillons de colle durcie, par spectrométrie X à dispersion en énergie. Elles révèlent au niveau des charges les raies caractéristiques du calcium, du silicium, du cuivre et du titane.

4. LES DEUX TYPES DE CHARGES INCORPORÉES DANS LA MATRICE

4.1. Les charges ordinaires : kaolin, calcaire et sulfate de calcium (craie). Leurs caractéristiques mécaniques sont inférieures à celles de la matrice.

4.2. Les charges renforçantes : l'alumine, les oxydes de fer, de titane et de cuivre améliorent le comportement mécanique de l'adhésif.

5. DISTRIBUTION DES CONTRAINTES

5.1. Distribution des contraintes autour d'un trou circulaire

On suppose une plaque infinie percée d'un trou circulaire. Lorsque la plaque est soumise à une sollicitation monoaxiale, les composantes du tenseur des contraintes en tout point de la matrice (fig. 2) s'expriment par les relations ci-après selon Timoshenko et Goodier [2] :

$$\sigma_r (M) = \frac{p}{2} \left(1 - \frac{R^2}{r^2}\right) - \frac{p}{2} \left(1 - \frac{4R^2}{r^2} + \frac{3R^4}{r^4}\right) \cos 2\theta$$

$$\sigma_\theta (M) = \frac{p}{2} \left(1 + \frac{R^2}{r^2}\right) + \frac{p}{2} \left(1 + \frac{3R^4}{r^4}\right) \cos 2\theta$$

$$\tau_{r\theta} (M) = \frac{p}{2} \left(1 + \frac{2R^2}{r^2} - \frac{3R^4}{r^4}\right) \sin \theta$$

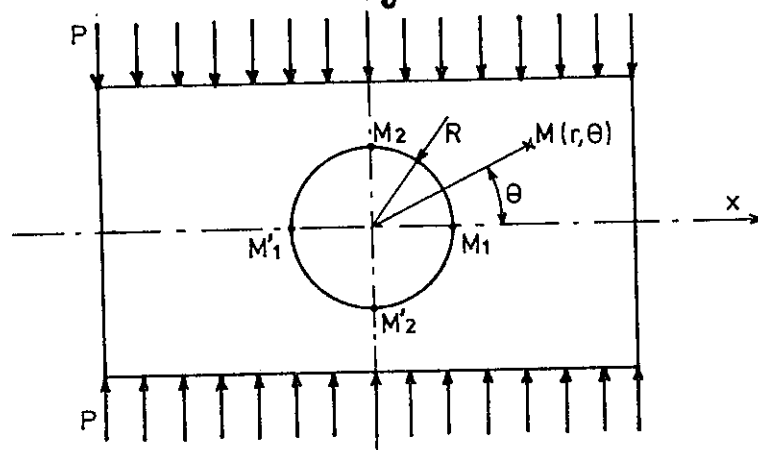


Figure 2 : Distribution des contraintes autour d'un trou circulaire

Les points les plus sollicités lorsque la plaque est soumise à une compression uniaxiale de densité p , sont :

- les points M_1 et M'_1 où la valeur absolue de la contrainte de compression vaut trois fois p : $\sigma_\theta (M_1) = \sigma_\theta (M'_1) = 3 p$; (les contraintes σ_r et $\tau_{r\theta}$ sont nulles).
- les points M_2 et M'_2 où la contrainte de traction a pour valeur absolue la densité de charge p : $|\sigma_\theta| = p$; (les contraintes σ_r et $\tau_{r\theta}$ sont nulles).

5.2. Distribution des contraintes autour d'une inclusion circulaire

Les composantes du tenseur des contraintes en tout point de la matrice plane de dimension infinie et de l'inclusion sont données par les formules suivantes dues à Muskhelishvili [3]. L'inclusion est supposée adhérente lorsque la plaque est soumise à une sollicitation monoaxiale :

$$\sigma_r(M) = \frac{p}{2} \left(1 - \gamma \frac{R^2}{r^2} \right) - \frac{p}{2} \left(1 - 2\beta \frac{R^2}{r^2} - 3\delta \frac{R^4}{r^4} \right) \cos 2\theta$$

$$\sigma_\theta(M) = \frac{p}{2} \left(1 + \gamma \frac{R^2}{r^2} \right) + \frac{p}{2} \left(1 - 3\delta \frac{R^4}{r^4} \right) \cos 2\theta$$

$$\tau_{r\theta}(M) = \frac{p}{2} \left(1 + \beta \frac{R^2}{r^2} + 3\delta \frac{R^4}{r^4} \right) \sin 2\theta$$

β , γ et δ étant des coefficients dépendant des caractéristiques de la singularité et de la matrice ; affectés de l'indice "o", ils sont relatifs à l'inclusion.

La plaque étant toujours sollicitée par une compression uniaxiale de densité p (fig. 2), les tenseurs des contraintes s'écrivent :

- en M_1 et M'_1 :

$$\sigma_r(M_1) = \frac{p}{2} (2\beta - \gamma + 3\delta)$$

$$\sigma_\theta(M_1) = \frac{p}{2} (2 + \gamma - 3\delta)$$

$$\tau_{r\theta}(M_1) = 0$$

- en M_2 et M'_2 :

$$\sigma_r(M_2) = \frac{p}{2} (2 - 2\beta - \gamma - 3\delta)$$

$$\sigma_\theta(M_2) = \frac{p}{2} (\gamma + 3\delta)$$

$$\tau_{r\theta}(M_2) = 0$$

5.3. Etat des contraintes dans l'inclusion circulaire

Dans le cas où il y a adhérence entre la matrice et l'inclusion circulaire, le tenseur des contraintes à l'intérieur de l'inclusion s'exprime de la façon suivante :

$$\sigma_{or}(M) = \frac{p}{2} \beta_o - \frac{p}{2} \delta_o \cos 2\theta$$

$$\sigma_{o\theta}(M) = \frac{P}{2} \beta_o + \frac{P}{2} \delta_o \cos 2\theta$$

$$\tau_{or\theta}(M) = \frac{P}{2} \delta_o \sin \theta$$

$$\text{avec : } \beta_o = \frac{\mu_o (k + 1)}{2\mu_o + \mu (k-1)} \quad \text{et} \quad \delta_o = \frac{\mu_o (k + 1)}{\mu + \mu_o k}$$

- μ_o : module de cisaillement de l'inclusion
- μ : module de cisaillement de la matrice
- $k = \frac{3-\nu}{1+\nu}$, avec ν : coefficient de Poisson de la matrice

• en M_1 et M'_1 :

$$\sigma_{or}(M_1) = \frac{P}{2} (\beta_o - \delta_o)$$

$$\sigma_{o\theta}(M_1) = \frac{P}{2} (\beta_o + \delta_o)$$

$$\tau_{or\theta}(M_1) = 0$$

• en M_2 et M'_2 :

$$\sigma_{or}(M_2) = \frac{P}{2} (\beta_o + \delta_o)$$

$$\tau_{o\theta}(M_2) = \frac{P}{2} (\beta_o - \delta_o)$$

$$\tau_{or\theta}(M_2) = 0$$

5.4 Conditions aux limites dans le cas de l'adhérence

Les conditions de continuité en contraintes s'écrivent [4]

$$\sigma_r(M) = \sigma_{or}(M)$$

$$\tau_{r\theta}(M) = \tau_{or\theta}(M)$$

6. APPLICATIONS DU CALCUL DES CONTRAINTES AU JONT DE COLLE

Nous avons démontré [1] qu'il règne un champ de contraintes de compression uniforme dans la demi-épaisseur du joint de colle près de l'interface colle/âme, au voisinage de l'extrémité A (fig. 1).

En effet, dans un domaine rectangulaire de hauteur $h = 200 \mu\text{m}$ et de base $b = 250 \mu\text{m}$, la contrainte principale de compression est pratiquement uniforme et maximale : elle a pour valeur 36 MPa (pour $F = 1\,000 \text{ daN}$). Par contre, la contrainte principale de traction est négligeable puisque son intensité n'est que de 4 MPa (pour $F = 1\,000 \text{ daN}$). Nous supposons donc que les charges granulaires, de forme grossièrement sphérique, sont soumises à un champ de contraintes monoaxial plan et uniforme près de l'extrémité A du joint. La matrice a un comportement linéaire élastique en traction et sa rupture se produit de manière brutale, elle est du type fragile. Ce comportement nous permet de ne prendre en compte que l'influence du tenseur des contraintes sur la résistance à la rupture.

La détermination des contraintes radiales σ_r et tangentielles σ_θ nous conduit à distinguer trois types de charges possédant des caractéristiques mécaniques différentes :

- les charges minérales rigides (Fe, Ti sous forme métallique et d'oxydes, Al_2O_3) : module élastique, résistances à la rupture en traction et en compression supérieurs à ceux de la résine.

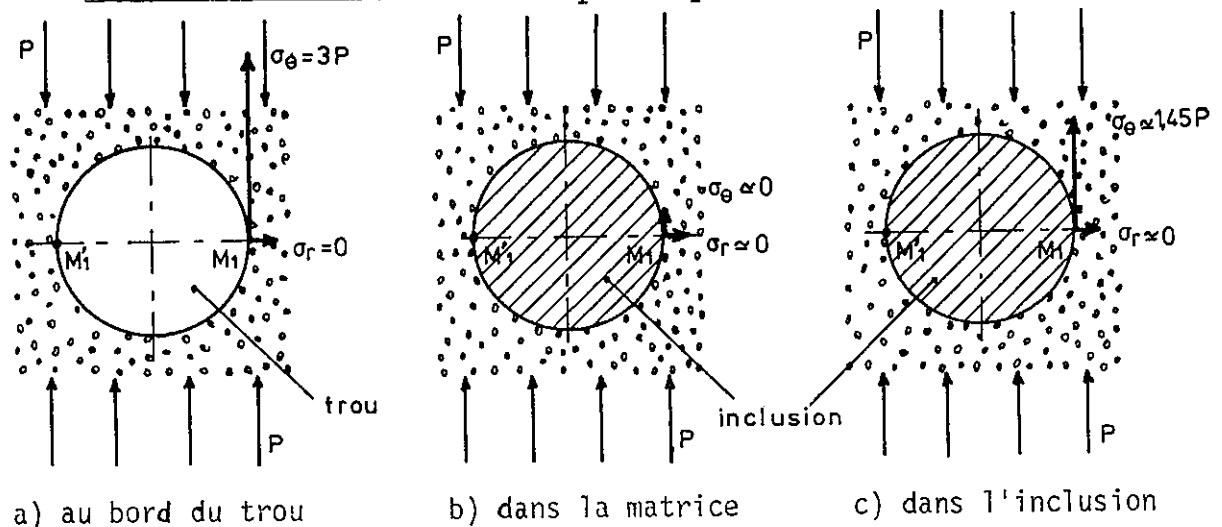
- les charges minérales davantage plastiques (cuivre pur ou oxyde de cuivre) : module élastique et résistance à la rupture en compression supérieurs à ceux de la colle ; limite élastique du même ordre de grandeur dans le cas du cuivre pur.

- les charges ordinaires ($CaCO_3$ sous forme de craie, SiO_2 sous forme de kaolin) : résistance en traction surtout et résistance en compression inférieures à celles de la résine.

6.1. Valeurs des contraintes radiales et tangentielles σ_r et σ_θ aux points M_1 et M_2 dans la matrice.

Après l'estimation des caractéristiques mécaniques des différents types de charges, les contraintes radiales et tangentielles sont pratiquement nulles en M_1 dans la matrice (figure 3). Par contre, le tenseur des contraintes en M_2 se compose d'une contrainte de compression $\sigma_r(M_2)$ de module $1,45 p$ et d'une contrainte de traction $\sigma_\theta(M_2)$ d'intensité $0,45 p$, et cela quelle que soit la nature de la charge.

I. - ETATS DES CONTRAINTES EN M_1 ou M'_1 :



II. - ETATS DES CONTRAINTES EN M_2 ou M'_2 :

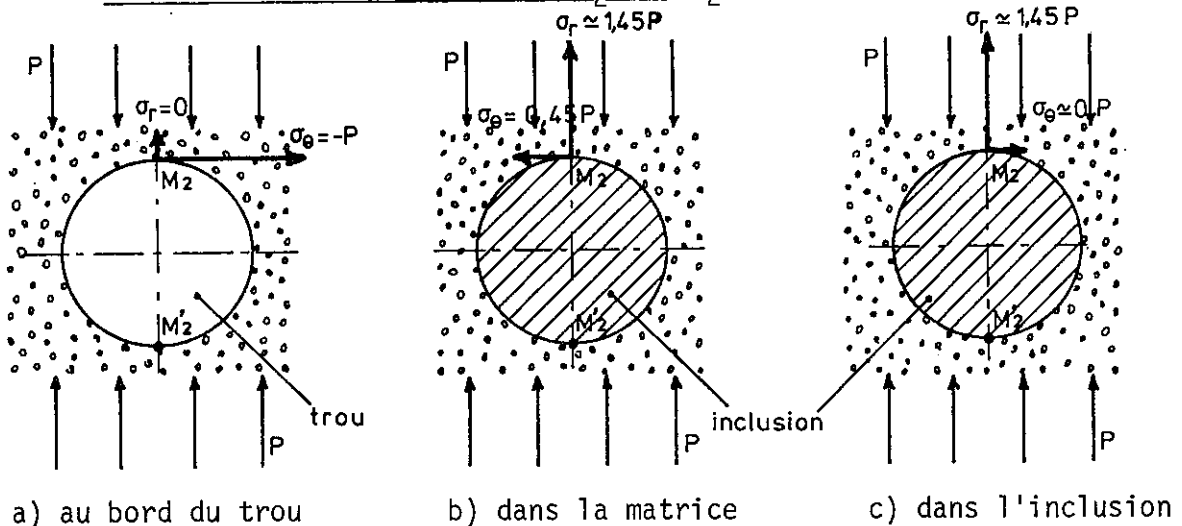


Figure 3 : Etat des contraintes aux points M_1 et M_2 dans le cas d'une compression monoaxiale.

Les valeurs des contraintes s'exerçant dans la matrice au bord d'une inclusion circulaire montrent d'une part que le point M_1 n'est pratiquement pas sollicité, alors qu'au bord du trou circulaire s'exerce une contrainte de compression égale à $3p$. En outre, le remplacement d'un trou par une charge minérale adhérente modifie le champ de contrainte en M_2 ; la valeur de la contrainte de traction $|\sigma_\theta|$ passe de p à $0,45 p$, alors qu'apparaît conjointement une contrainte de compression d'intensité égale à $1,45 p$: c'est le point le plus contraint.

6.2. Valeurs des contraintes radiales et tangentielles σ_r et σ_θ aux points M_1 et M_2 dans l'inclusion circulaire.

L'analyse des résultats fait ressortir une contrainte de compression pratiquement constante en M_1 et cela quelle que soit la nature de la charge ($\sigma_\theta = 1,45 p$). La valeur de la contrainte de traction en ce même point est pratiquement nulle.

Au point M_2 , le champ de contrainte se réduit cette fois encore à une contrainte de compression unique, d'intensité égale à $1,45 p$.

6.3. Continuité des contraintes

Les conditions de continuité en contraintes sont bien respectées d'une part en M_1 et M_2 , les contraintes radiales dans la matrice et la singularité sont égales à :

$$\begin{aligned} \text{en } M_1 \quad \sigma_r (M_1) &= \sigma_{or} (M_1) \approx 0 \\ \text{en } M_2 \quad \sigma_r (M_2) &= \sigma_{or} (M_2) \approx 1,45 p ; \end{aligned}$$

d'autre part, les contraintes de cisaillement sont elles aussi égales puisque nulles :

$$\tau_{r\theta} (M_1) = \tau_{or\theta} (M_1) = \tau_{r\theta} (M_2) = \tau_{or\theta} (M_2) = 0.$$

7. CALCUL DU SEUIL DE MICROFISSURATION DE LA MATRICE AUX POINTS M_2 ET M'_2

7.1. Cas d'une inclusion

Les points M_2 et M'_2 de la résine sont les points les plus sollicités mécaniquement. En effet, lorsqu'on insère une inclusion dans la matrice, il s'exerce en ces points une contrainte de compression $\sigma_r = 1,45 p$ et une contrainte de traction $\sigma_\theta = 0,45 p$, indépendamment de la nature minéralogique des trois types de charges étudiés. Partout ailleurs, les deux valeurs de ce tenseur de contraintes sont inférieures. Il est logique de penser que le début de la rupture se produit en M_2 et M'_2 .

Considérons le critère d'Ishai [5] en M_2 et M'_2 , qui prend en compte les résistances à la rupture en traction et en compression de la colle ainsi que les contraintes principales σ_1 et σ_2 . l'application de ce critère avec $\sigma_1 = 0,45 p$ et $\sigma_2 = 1,45 p$ en ces deux points donne : $\sigma_1 = 1,50 p$; il y aura amorce de rupture de la résine époxyde quand :

$$1,50 p = \sigma_T \quad (\sigma_T : \text{contrainte de rupture en traction de l'adhésif})$$

$$\text{soit } p = \frac{\sigma_T}{1,50} \quad (1)$$

7.2. Cas d'un trou circulaire

La microfissuration pourra se produire indifféremment soit en M_1 soit en M_2 car $\lambda = \frac{\sigma_C}{\sigma_T} = 3,3$ (σ_C : contrainte de rupture en compression)

- en M_1 , la contrainte de compression a pour valeur $3p$, il y aura rupture quand : $3 p = \sigma_C = 3,3 \sigma_T$, soit $p = 1,1 \sigma_T$ (2)
- en M_2 , la valeur absolue de la contrainte est de p ; la rupture est initiée par une microfissuration d'extension quand $p = \sigma_T$ (3).

Les relations (1) (2) et (3) permettent de constater qu'il y aura amorce de rupture plutôt autour de l'inclusion qu'autour du trou.

8. CALCUL DU DIAMETRE LIMITE D'UNE INCLUSION

Dans de précédents travaux [1], nous avons déterminé la taille limite d'un trou circulaire : $d_{lim.} = 15 \mu m$. Toutes les bulles de diamètre supérieur jouent un rôle dans la microfissuration du joint . Le calcul de cette valeur s'appuie sur les travaux de Wittman et Zaitsev [6]. Un raisonnement analogue conduit à un diamètre limite de l'inclusion $d_{olim.}$ égal à 7 microns.

9. COMPORTEMENT MECANIQUE D'UNE INCLUSION

Le tenseur des contraintes en M_1 et M_2 dans l'inclusion se réduit à une contrainte de compression d'une valeur de $1,45 p$.

Il y aura amorce de rupture en ces points pour $1,45 p_{lim.} = \sigma_{oc}$, σ_{oc} représentant la résistance à la compression de l'inclusion, soit pour :

$$p_{lim.} = \frac{\sigma_{oc}}{1,45}$$

Le point le plus sollicité de la matrice est le point M_2 . Comme nous l'avons vu au paragraphe 7.1, les premières microfissures apparaîtront en M_2 pour :

$1,50 p'_{lim.} = \sigma_T = \frac{\sigma_C}{3,3}$, soit une valeur limite de p pour la matrice égale à :

$$p'_{lim.} = \frac{\sigma_C}{1,50 \times 3,3}$$

Considérons le rapport $s = \frac{p_{lim.}}{p'_{lim.}} = 3,4 \frac{\sigma_{oc}}{\sigma_C}$

et calculons ses différentes valeurs en fonction du type de particule. Pour cette détermination, nous prendrons les résistances à la rupture en compression suivantes : silice = 100 MPa - calcaire = 10 MPa - sulfate de Ca (craie) = 12 MPa - poudre d'aluminium = 320 MPa - titane = 1 000 MPa - cuivre = 200 MPa - fer = 400 MPa. Sachant que la résistance à la compression de la résine EPONAL 317 est égale à 100 MPa, nous obtenons successivement :

	silice	calcaire	CaSO ₄	poudre Al	titane	cuivre	fer
$s = \frac{P_{lim.}}{P'_{lim.}}$	3,4	0,34	0,41	10,9	34	6,8	13,6

10. CONCLUSION

L'évolution du rapport s nous permet de classer les inclusions en 3 catégories suivant leur comportement mécanique :

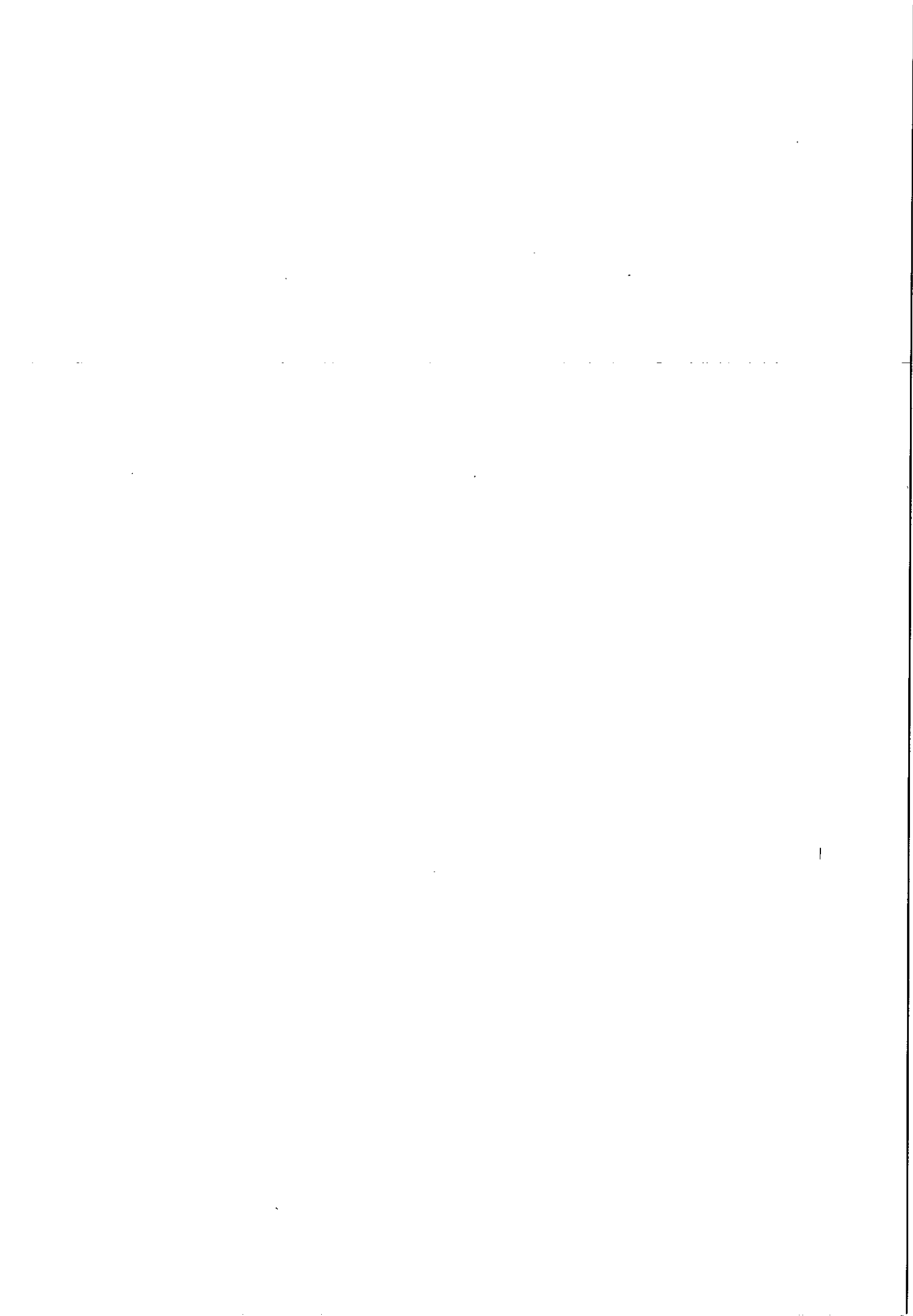
- les charges minérales ordinaires (calcaire et sulfate de calcium) qui se rompent bien avant la matrice pour des efforts sensiblement trois fois plus faibles.

- les charges moyennement renforçantes (silice et cuivre) dont le rapport s présente les valeurs suivantes : 3,4 et 6,8.

- les charges minérales renforçantes (poudre d'aluminium, de titane et de fer) pour lesquelles le rapport s varie de 10,9 à 34. Ainsi lorsque la densité de charge p croît, les inclusions ordinaires se rompent pour une valeur de $p_{lim.}$ inférieure à la charge limite $p'_{lim.}$ de la colle. Les particules détruites se comportent alors comme des trous. Puis, lorsque p atteint la valeur $p'_{lim.}$, les premières fissures apparaissent dans la matrice. Les charges parfaitement rigides ne subissent vraisemblablement aucun dommage jusqu'à la ruine totale du joint.

REFERENCES

- [1] LUHOWIAK W.- COLLOT C. "Influence du diamètre des bulles sur la microfissuration d'un joint collé". Matériaux et Constructions. RILEM. Volume 19 - n° 109 - Janvier-Février 1986, p. 27-32.
- [2] TIMOSHENKO S.- GOODIER J.N. "Théorie de l'élasticité". Edition Béranger. Paris 1961.
- [3] MUSKHELISVILI - "Some basic problems of the mathematical theory of elasticity". P. Noordhoff. Ltd. Edit.
- [4] LORRAIN M. - "Contribution à l'étude de la micromécanique des matériaux granulaires cohérents. Application aux bétons". Thèse d'Etat. Toulouse 1974.
- [5] GALI S.- DOLEV - ISHAI O. "An effective stress/strain concept in the mechanical characterization of structural adhesive bonding". Int. J. Adhesives. Janv. 1981. p. 135-140.
- [6] WITTMAN F.H. - ZAITSEV Y.V. - "Behaviour of hardened cement paste and concrete under sustained load". Proc. Inst. Symp. on Mech. Behaviour of Materials, vol. IV, p. 84-85-Kyoto 1971.



METHODE DE CARACTERISATION DE LA PROPAGATION DE FISSURE PAR CHOC
DE MATERIAUX COMPOSITES A MATRICE CERAMIQUE

Thierry MACKE et Jean Michel QUENISSET

Laboratoire de Génie Mécanique - I.U.T. "A" - 33405 TALENCE CEDEX

Résumé

Une analyse dynamique de l'essai CHARPY instrumenté permet, en complément d'informations qualitatives, d'accéder à des paramètres représentatifs de la ténacité dynamique des matériaux. Pour des matériaux dont le comportement est quasi élastique endommageable, l'extension de cette analyse permet d'accéder aux courbes de résistance à la propagation de fissure et d'en dégager des caractéristiques supplémentaires susceptibles de décrire le comportement des matériaux.

L'application de cette méthode à divers matériaux composites à matrice céramique, associée à des observations fractographiques, a permis de mettre en évidence les mécanismes de rupture par choc de ces matériaux ainsi que la contribution des divers éléments (structure, nature des constituants, interfaces, ...).

A CHARACTERIZATION METHOD OF CRACK GROWTH
UNDER IMPACT LOADING OF CERAMIC MATRIX COMPOSITES

Abstract

Making use of a procedure based on a dynamic analysis of the notched specimen responses during instrumented CHARPY testing, dynamic toughness of materials may be evaluated. For damageable elastic materials, this procedure allows the determination of dynamic crack growth resistance curves and corresponding additional characteristics of the materials behavior.

Various composite materials with ceramic matrix have been studied by using this method and fractographic examination: the impact phenomena related to these materials as well as the contribution of their various features (structure, components nature, fiber-matrix interfaces ...) have been outlined.

INTRODUCTION

Le développement des matériaux composites à matrice céramique (CMC), fondé sur leurs qualités thermomécaniques et leur fiabilité supérieures aux céramiques monolithiques, justifie d'autant plus l'intérêt porté à l'évaluation de leur ténacité que les CMC ont permis d'accroître de manière spectaculaire cette qualité mécanique généralement faible pour ces matériaux.

L'essai CHARPY instrumenté permet de faire ressortir les diversités de comportement des matériaux en combinant les ondes de choc aux sollicitations d'un essai de flexion: sa simplicité expérimentale n'est cependant pas assortie d'une égale simplicité d'interprétation des résultats et suppose une analyse fine des phénomènes correspondants.

I. METHODE DE CHARACTERISATION PAR ESSAI CHARPY INSTRUMENTE

L'essai CHARPY instrumenté a été choisi non seulement pour sa simplicité opératoire, mais aussi en raison de sa grande diffusion autorisant d'éventuelles comparaisons de matériaux entre laboratoires, et enfin parce que sa gamme de vitesse conduit à multiplier les mécanismes d'endommagement et de rupture des matériaux étudiés.

I.1. ESSAI ET PHENOMENOLOGIE

Indépendamment de toute modélisation, l'essai CHARPY instrumenté fournit la courbe expérimentale force-temps et l'énergie globale de rupture: l'aspect des courbes et les valeurs de l'énergie de rupture constituent des premières informations comparatives sur le comportement au choc des matériaux ainsi que l'illustrent les courbes de la figure 1.

Toutefois l'obtention de résultats quantitatifs, l'estimation de la ténacité dynamique par exemple, nécessitent une analyse plus précise de l'essai CHARPY. On peut schématiquement distinguer selon la nature du matériau et la vitesse d'impact trois configurations illustrées à la figure 2:

- 1) - un pic inertiel correspondant à une seule propagation d'onde de choc du point d'impact jusqu'aux appuis (a),
- 2) - un domaine du choc au cours duquel il y a combinaison d'un effort de flexion croissant et de vibrations (b),
- 3) - enfin, le cas échéant, un domaine au cours duquel l'éprouvette est apparemment sollicitée de manière régulière croissante jusqu'au début de la propagation de la rupture (c).

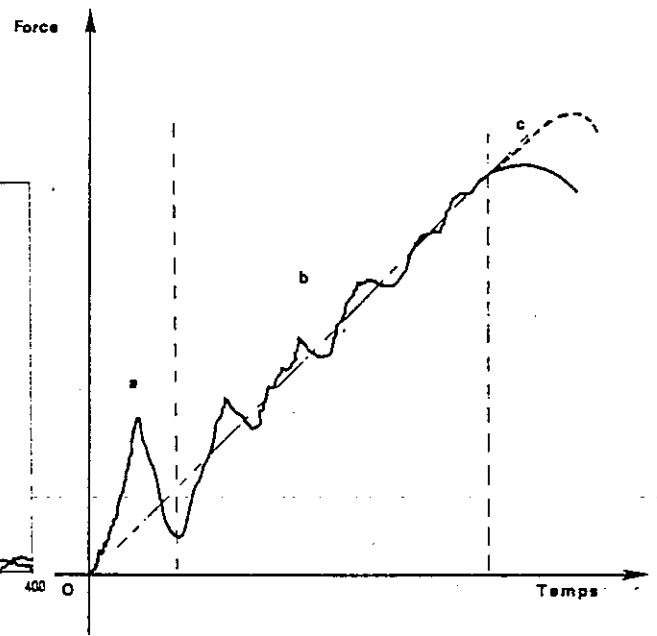
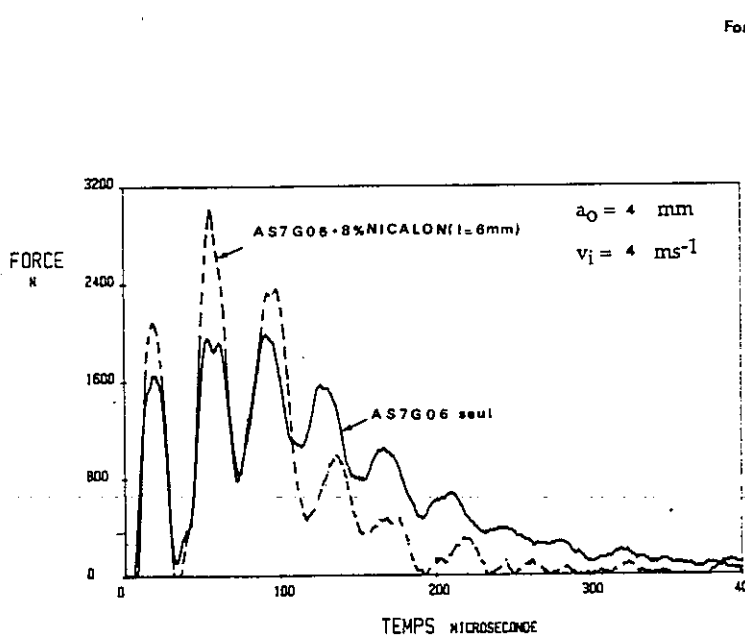


Fig. 1: Courbes expérimentales au choc de matériaux composites à matrice d'alliage léger

Fig. 2: Représentation schématique d'un essai de choc

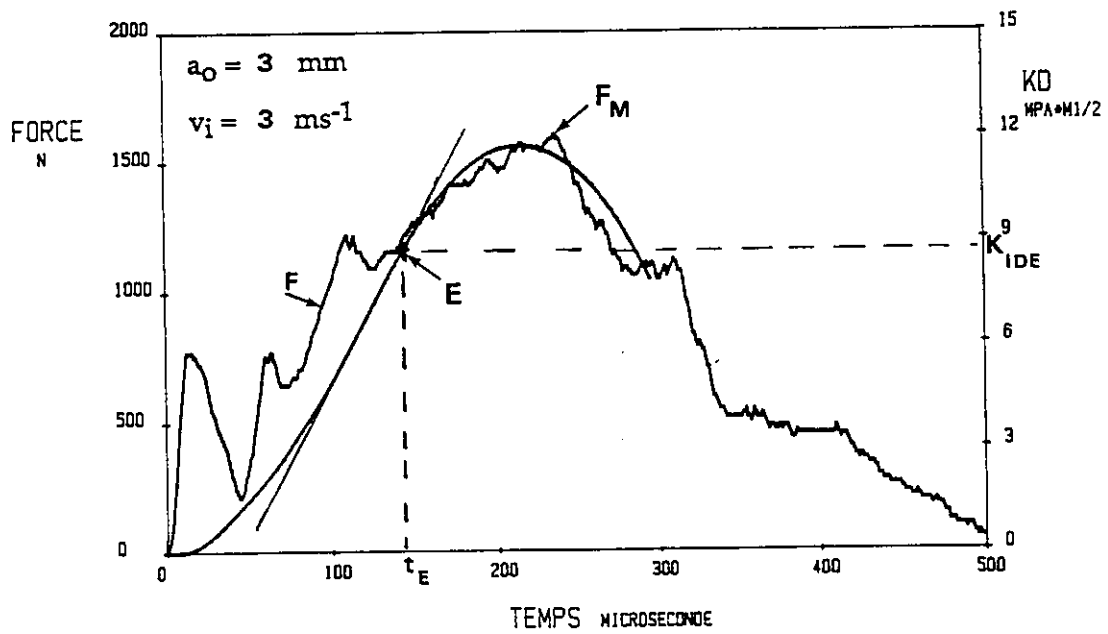


Fig. 3: Courbes Force-temps et K_{ID} - temps d'un composite carbone-carbone 3D

I.2. DETERMINATION DE LA TENACITE DYNAMIQUE:

En dehors du premier domaine inertiel, en supposant que le matériau présente un comportement élastique jusqu'au début de propagation de la rupture et en considérant que le premier mode de flexion est prépondérant, KISHIMOTO et al. ont montré que l'on peut écrire [1]:

$$\frac{K_{ID}(t)}{K_{IS}(t)} = \frac{\omega_1}{F(t)} \int_0^t F(\eta) \cdot \sin \omega_1(t-\eta) \cdot d\eta \quad (1)$$

$F(t)$ est la force appliquée à l'éprouvette, ω_1 sa pulsation propre relativement au premier mode de flexion, $K_{ID}(t)$ le facteur d'intensité de contraintes dynamique et $K_{IS}(t)$ le facteur d'intensité de contraintes statique donné par la relation classique:

$$K_I = \frac{3}{2} \cdot \frac{S}{Bw^2} \cdot a^{1/2} \cdot Y(a/w) \cdot F \quad (2)$$

où a , B , s et w sont des caractéristiques de l'éprouvette et Y un polynôme de forme. La valeur de ω_1 se déduit de la complaisance réelle de l'éprouvette dont la valeur est ajustée par une méthode itérative développée par ailleurs [2].

La courbe $K_{ID}(t)$ obtenue présente, ainsi que l'illustre la figure 3, un domaine quasilinéaire en dehors du domaine relatif au pic inertiel au cours duquel les hypothèses retenues pour la relation (1) ne sont pas respectées (premier mode de flexion incomplètement établi). La perte de linéarité peut être attribuée à une variation de la complaisance de l'éprouvette correspondant à l'initiation de l'endommagement du matériau et / ou de la propagation de la fissure: la valeur K_{IDE} au point E représente donc le facteur d'intensité de contraintes dynamique à l'initiation de la rupture qui serait noté K_Q en statique. Cette valeur peut se comparer à celle de K_{ISM} calculée à partir de la relation (2) pour la force maximale obtenue en cours d'essai (F_M).

Cette méthode de détermination de la ténacité dynamique a été discutée et validée par ailleurs [3].

I.3. EXTENSION DE LA METHODE AU DOMAINE DE LA PROPAGATION DE LA RUPTURE

La composante du signal représentant l'effort de flexion peut se déduire de la relation (1) de manière suivante:

$$F_D(t) = \omega_1 \int_0^{\tau} F(\eta) \sin \omega_1(t-\eta) d\eta \quad (3)$$

Par ailleurs, considérant pour une première approche que les matériaux CMC présentent - après le début de l'endommagement - un comportement quasi linéaire élastique endommageable, c'est à dire pour lequel l'évolution de l'endommagement provoque une succession d'états élastiques quasi linéaires de rigidité progressivement décroissante [4], il est envisageable d'étendre l'analyse dynamique proposée au-delà de l'initiation à condition de prendre en compte dans la relation (3) les variations progressives de la raideur de l'éprouvette.

La composante de flexion dynamique $F_d(t)$ est calculée à l'aide de la relation suivante:

$$F_d(t) = \int_0^t \omega(t) \cdot F(\eta) \cdot \sin [\omega(\eta) \cdot (t - \eta)] \cdot d\eta \quad (4)$$

$\omega(t)$ est déduit de la complaisance $C(t)$ déterminée par une méthode itérative.

Le taux de restitution d'énergie étant défini par:

$$G_R(a) = \frac{1}{2B} \cdot F^2 \cdot \frac{\partial C}{\partial a} \quad (5)$$

où a, B, C , sont respectivement la profondeur d'entaille, la largeur, la complaisance de l'éprouvette et F l'effort de flexion, ΔC étant déterminé par la méthode d'itération, le calcul de $(\partial C) / (\partial a)$ et de a s'effectue à partir de courbes de calibrage expérimentales ou théoriques - dont les pentes sont voisines - et l'on a donc accès aux courbes $G_R(a)$ pour les matériaux élastiques endommageables, et à condition de rester au voisinage de l'initiation (Fig. 4).

L'aspect de la courbe expérimentale, les valeurs de K_{ID} et de G ainsi que la courbe R , associés à des observations au microscope électronique à balayage, constituent un outil efficace d'étude de l'endommagement par choc des matériaux CMC.

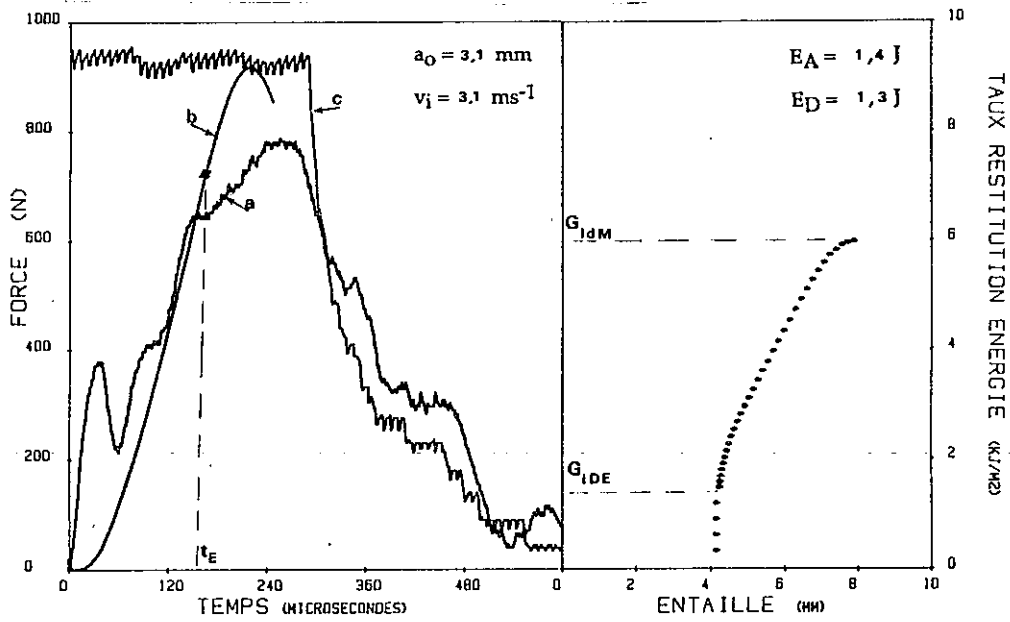


Fig. 4: Courbes de comportement à l'impact d'un matériau composite 3D carbone-carbone
 a) $F(t)$ expérimentale; b) $F_d(t)$ de flexion; c) jauge de fissuration

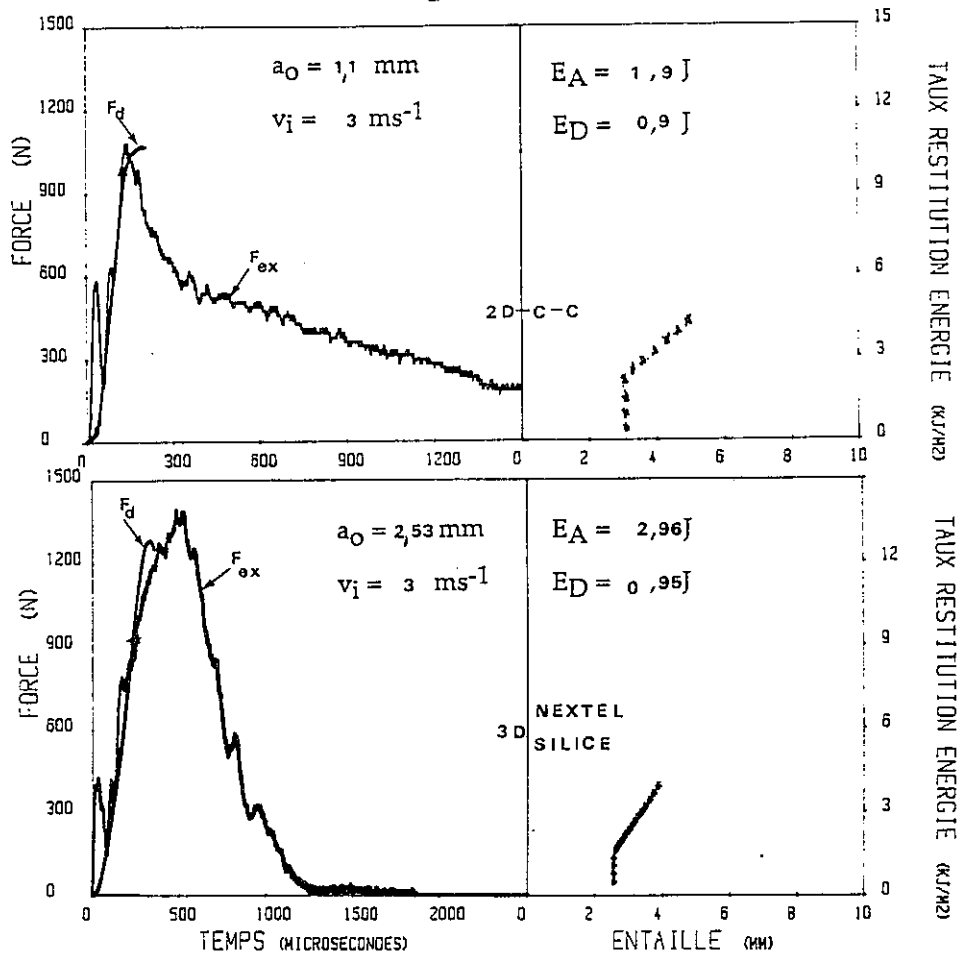


Fig. 5: Courbes de comportement à l'impact de matériaux CMC

II. PROPAGATION DE RUPTURE PAR CHOC DES CMC

II.1. INFLUENCE DE LA STRUCTURE FIBREUSE SUR LES MECANISMES DE RUPTURE

Pour illustrer la contribution de la texture fibreuse aux modes de propagation de rupture par choc des matériaux CMC, deux matériaux carbone-carbone ont été caractérisés: d'une part un matériau tridimensionnel (3D) densifié par imprégnation liquide et pyrolyse, d'autre part un matériau bidimensionnel obtenu par empilement de couches de tissu de carbone infiltré par voie gazeuse.

Les courbes représentatives du comportement au choc de ces deux matériaux illustrées à la figure 5, ainsi que les valeurs caractéristiques correspondantes reportées au tableau I, révèlent la différence des mécanismes de rupture comme suit:

1) - Pour la structure 2D sollicitée de telle sorte que la propagation de la rupture en mode I s'effectue dans un plan orthogonal aux strates et dans une des deux directions du renfort fibreux, le matériau dissipe un important travail de rupture par délaminage des strates sans que la ténacité en début de propagation ni la résistance à la fissuration ne soient particulièrement élevées. Cette efficacité de la structure 2D vis à vis des travaux de rupture est illustrée à la figure 5a par la longue traînée de la courbe force temps.

2) - Pour la structure 3D, la matrice emprisonnée dans une multitude de cellules formées par les torons de fibres est broyée à la fois par l'onde de choc et la distorsion de la structure fibreuse particulièrement souple vis à vis du cisaillement et donc la céramique constituant cette matrice peut dissiper une grande quantité d'énergie. Il en résulte que, bien avant de constater un début de propagation de l'entaille (c'est à dire l'amorçage de la rupture), le matériau a considérablement augmenté la complaisance de l'éprouvette faisant ainsi apparaître une augmentation de la longueur effective de la macrofissure. Ce type de structure conduit donc, dès le début de l'endommagement, à une augmentation significative de la résistance à la fissuration par émiettement de la matrice très probablement activée par l'onde de choc. Par contre, le travail de rupture consécutivement à la rupture des premiers torons de fibres est beaucoup plus limité comme l'illustre la chute relativement rapide de la force (Fig. 4).

Il apparaît ainsi que les deux structures fibreuses -2D et 3D - présentent des avantages complémentaires et que la structure 3D est particulièrement bien adaptée à la dissipation des énergies de choc dans la matrice.

Matériaux	E_{eff} ($a_0 = 3 \text{ mm}$) G Pa	K_{IDE}^* MPa \sqrt{m}	K_{ISM}^* MPa \sqrt{m}	K_{IDm} MPa \sqrt{m}	G_{IDE} KJ m^{-2}	G_{IDm} KJ m^{-2}	U_D KJ m^{-2}
3D - C/C	19	8,8	8,5	10,4*	3,1*	12,3*	14,3
3D - Al_2O_3/SiO_2 (NEXTEL)	18,6	5,4	6,2	6,3*	1,0*	10,3	24,8
2D - C/C	30	6,7	5,4	6,9	2,1	6,9	18,1
2D - SiC/SiC (NICALON)	165	19,1	18,1	19,9*	2,7*	7,8*	4,5

Tableau I: Caractéristiques au choc de composites à matrice céramique
(*valeurs moyennes - Dispersion moyenne $\pm 10\%$)

II.2. INFLUENCE DE LA NATURE DES FIBRES ET MATRICES

La comparaison entre deux matériaux de structure bidimensionnelle (2D carbone-carbone et 2D-SiC-SiC obtenu par CVI) d'une part, et deux matériaux de structure tridimensionnelle (3D carbone-carbone et 3D NEXTEL-silice) d'autre part, permet d'analyser l'influence de la nature des constituants sur les mécanismes de rupture pour les deux types de structure ainsi que l'illustrent les figures 4, 5 et 6:

1) - plus la souplesse des matériaux est élevée, plus les temps de rupture et énergie globale sont grands. Pour la structure 3D la faible raideur, comparativement aux fibres de carbone, de la fibre NEXTEL permet un endommagement de la matrice de silice avant la rupture bien plus important que celui qu'autorisent les fibres de carbone dans la matrice de carbone. Pour la structure 2D, la plus faible rigidité de la matrice de carbone relativement à celle de SiC favorise le phénomène de délaminage interstrates précédemment décrit,

2) - les résistances de la matrice influent très sensiblement sur les efforts que le matériau peut supporter avant le début de la propagation de la rupture (K_{IDE}). Bien que les fibres de SiC soient moins rigides que les fibres de carbone, la plus faible résistance de la matrice de carbone par rapport à celle de SiC justifie les valeurs plus élevées des tenacités dynamiques obtenues pour les composites 2D-SiC / SiC.

Pour les deux types de structure, l'amélioration des caractéristiques dynamiques des matériaux peut être envisagée en ajustant l'une par rapport à l'autre les rigidités respectives du renfort fibreux et de la matrice. L'abaissement de la rigidité des fibres contribue à accroître le mécanisme d'augmentation de la résistance à la fissuration en cours de propagation de la

rupture. L'augmentation de la résistance de la matrice retarde le début de la propagation de la rupture mais limite les possibilités d'extension de la zone d'endommagement en fond d'entaille et, par conséquent, réduit la capacité du matériau à augmenter sa résistance à la fissuration.

III.3. INFLUENCE DES INTERFACES FIBRE-MATRICE:

L'intérêt des CMC, comparativement aux céramiques monolithiques (c'est à dire un accroissement spectaculaire des fiabilité et ténacité), réside principalement dans la présence d'interfaces telle que l'interface fibre-matrice (FM). Cet effet dit "effet composite" a été délibérément exploité par exemple dans les composites 2D-SiC / SiC et étendu à l'interposition d'interphases entre fibres et matrice. Les performances statiques et dynamiques des matériaux ainsi obtenus dépendent bien évidemment des nature, qualité et épaisseur des interphases. Néanmoins, la présence d'interphases conduit aux remarques suivantes:

1) - les caractéristiques élastiques des matériaux ainsi traités ne sont que très faiblement abaissées par la présence d'interphases, bien que les caractéristiques au cisaillement chutent de près de 30% ainsi que le reporte le tableau II,

2) - toutes les valeurs significatives de la réponse au choc sur éprouvettes entaillées des matériaux révèlent - bien plus nettement que celles obtenues au cours d'essais statiques - l'efficacité du traitement interfacial (tableau II, Fig. 6). Cette grande sensibilité des caractéristiques dynamiques à la nature de l'interface FM déjà constatée par ailleurs peut être en grande partie attribuée à un effet plus important - d'amortissement des ondes de choc - de la double interface et de l'interphase des matériaux traités (comparativement aux matériaux non traités).

Il est en tout cas indiscutable que l'effet de déconcentration locale des contraintes - et donc la diminution de la sensibilité locale aux effets d'entaille dû à la présence d'interphase - est très nettement mis en évidence par des essais de choc sur éprouvettes entaillées.

	E_{11} GPa	G_{12} GPa	K_{IDE} MPa $m^{-1/2}$	E_R KJ m^{-2}	G_{IDE} KJ m^{-2}	G_{IDM} KJ m^{-2}
2D-SiC / SiC non traité	240	21	$13,5 \pm 1$	$2,3 \pm 0,5$	0,8	2,7
2D-SiC / SiC avec interphase	230	14	$22,5 \pm 1,3$	$10 \pm 1,3$	3,2	10

Tableau II : Principales caractéristiques statiques et dynamiques de matériaux composites 2D-SiC / SiC

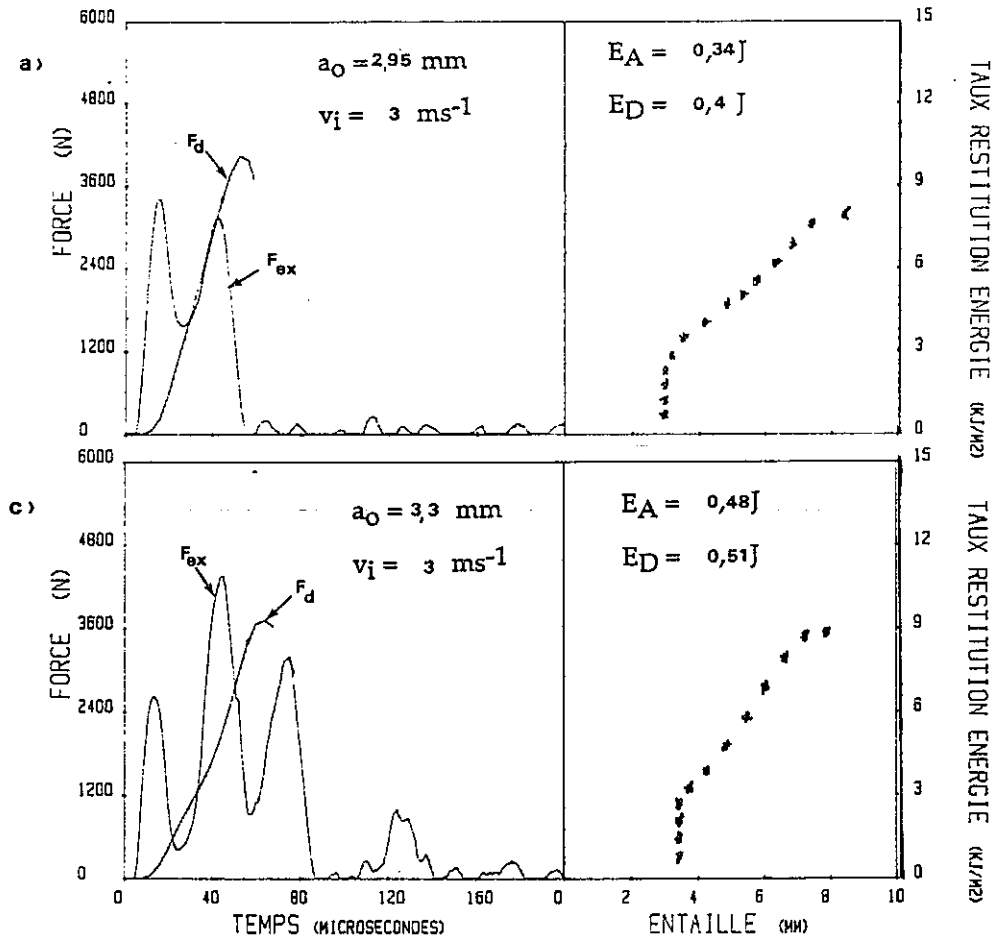


Fig. 6: Courbes de comportement à l'impact de matériaux 2D-SiC / SiC

a) sans revêtement des fibres;

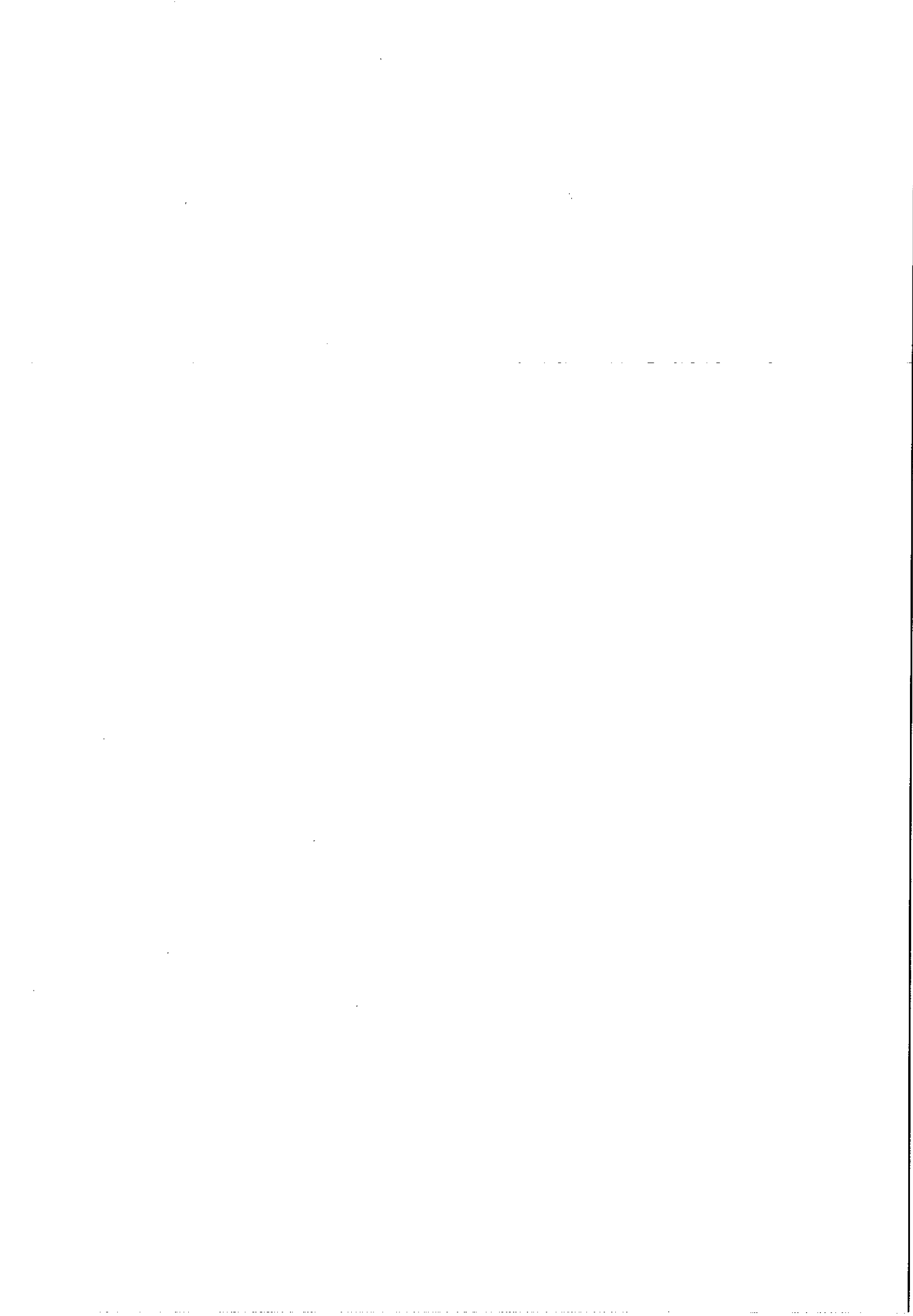
b) avec traitement interfacial

CONCLUSION

L'essai CHARPY instrumenté, très répandu, de mise en oeuvre simple si son interprétation est délicate, permet donc de décrire le comportement au choc des matériaux avec une précision suffisante pour contribuer à la compréhension de leurs mécanismes de rupture. La méthode proposée, qui permet d'interpréter les phénomènes de propagation de rupture sur éprouvette entaillée, est basée sur une analyse dynamique dont la validité a été étudiée par ailleurs [3]. Cette méthode s'est avérée particulièrement adaptée à l'étude des matériaux semi fragiles sollicités à une vitesse de déformation suffisante pour combiner les effets d'endommagement dus à la propagation d'ondes de choc à ceux liés à l'augmentation du facteur d'intensité de contraintes en fond d'entaille. L'étude a été facilitée par la détermination des résistances à la fissuration par choc rendue possible par l'assimilation des matériaux composites céramique-céramique à des matériaux linéaires élastiques endommageables. L'application de l'ensemble de la méthode aux CMC a permis de mettre en évidence les aspects remarquables de l'influence des structure fibreuse, nature des constituants et traitements interfaciaux fibre matrice sur les mécanismes d'endommagement et de rupture par choc de ces matériaux.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] KISHIMOTO K., AOKI S., SAKATA M., - Simple formula for dynamic stress intensity factor of precracked charpy specimen. Engineering Fracture Mechanics, vol. 13, 501-508, 1980.
- [2] MACKE T., BALETTE J.J., QUENISSET J.M.,- A method for evaluation of dynamic toughness and impact loading resistance. Proceedings of IMPACT 87, Deutsche Gesellschaft für Metallkunde Ev, 1987, Oberursel (en cours de publication).
- [3] MACKE T., - Développement et validation d'une méthode de caractérisation au choc.
Thèse n° 181 - Bordeaux I - 1988.
- [4] BOUQUET M., BIRBIS J.M., J.M. QUENISSET J.M., NASLAIN R., - Mechanical behavior study of ceramic matrix composites with a view to toughness characterization. Proceedings of ICCM VI, ECCM 2, Elsevier Editor, London, vol.2, 48-59, 1987.



UNE ANALYSE DES EFFETS ACOUSTOELASTIQUES

R.EL GUERJOUMA, A.BARROT, M.DESCHAMPS, B.HOSTEN,A.GERARD

Laboratoire de Mécanique Physique-UA CNRS 867

Université de Bordeaux I

351, cours de la libération-33405 Talence Cedex

Résumé : Le champ d'application du banc de caractérisation des matériaux anisotropes du Laboratoire de Mécanique Physique a été largement étendu par le couplage de ce banc à une machine de traction. Ainsi pour une éprouvette d'AU4G, les résultats d'une première campagne d'essais relatifs à la mesure de l'évolution des vitesses de propagation des ondes ultrasonores en fonction de la charge appliquée (phénomène d'acoustoélasticité), sont représentés pour les deux modes de propagation (longitudinal et transversal) et pour diverses incidences (mode longitudinal). La qualité des résultats expérimentaux acquis, par ailleurs en bon accord avec la théorie de l'acoustoélasticité, a permis de qualifier le nouveau banc de mesure ultrasonore (procédures d'acquisition, traitement informatisé des données,...) et constitue en outre, une base solide pour l'obtention de mesures fiables d'autres paramètres caractéristiques du milieu support de la propagation telles que les constantes d'élasticité du troisième ordre.

AN ACOUSTOELASTIC EFFECT ANALYSIS

Abstract: The use of the computer assisted spectro-interferometer is performed by its coupling with a loading machine. Velocity variation with load is measured for many incidences of an ultrasonic beam (acoustoelastic effect under incidence). We present these measures for a given propagation plan, for a sample of an aluminium alloy (AU4G). The experimental results agree with acoustoelasticity theory. The preliminary results permit us to envisage the estimation of some characteristic parameters of the material like the third order elastic constants.

I-INTRODUCTION

Les techniques ultrasonores sont couramment utilisées pour l'évaluation non destructive des matériaux. Ceci couvre de très nombreuses applications, parmi lesquelles :

- la détermination des propriétés intrinsèques des matériaux, c'est à dire, les différents modules de rigidité [5].

- la détection et l'identification des défauts, l'appréciation de leur taille, leur localisation,...[4].

Pour un matériau élastique, homogène, initialement isotrope, l'application d'une contrainte modifie la propagation des ondes. Ce phénomène connu sous le nom d'acoustoélasticité

dépend de l'intensité des contraintes appliquées et de la direction de propagation considérée.

La prise en compte de la contrainte nécessite le recours à la théorie de l'élasticité non linéaire d'un milieu continu. Ceci est fait en introduisant les constantes d'élasticité du troisième ordre dans la loi de comportement du matériau [3]. La présence de contrainte au sein du matériau lui confère une certaine anisotropie au sens de la propagation des ondes.

La mise en évidence expérimentale d'un tel phénomène nécessite l'étude et la réalisation d'une instrumentation de caractérisation ultrasonore adaptée.

Dans cette optique et initialement dans le but d'apprécier les possibilités d'évaluation de l'endommagement des matériaux, a été réalisé au laboratoire un banc de mesure ultrasonore à immersion couplé à une machine de traction, assistés par ordinateur.

Sur le plan théorique nous exprimons la réponse acoustoélastique (variation de vitesse) en fonction de la charge appliquée puis nous écrivons l'expression de cette réponse en fonction de la direction de propagation et des constantes d'élasticité du 2ème et du 3ème ordre.

Après une présentation sommaire du dispositif expérimental, et de la technique utilisée, nous rendons compte de mesure de vitesse de propagation d'ondes longitudinales sur une éprouvette de traction uniaxiale d'alliage d'aluminium AU4G, ceci à divers niveaux de contrainte et pour différentes directions de propagation (acoustoélasticité sous incidence)

II-ACOUSTOELASTICITE, THEORIE

Le développement de la théorie de l'acoustoélasticité est à la base un problème de superposition d'une petite perturbation (onde ultrasonore) à une déformation statique finie [1,3].

Considérons trois configurations du matériau:

- Etat (I) : état naturel de densité ρ_0 ,

- Etat (II) : état contraint de densité ρ ,

- Etat (III) : état final de densité ρ' , (superposition de la petite perturbation et de la

déformation statique). Soit \bar{H} ; \bar{x} ; \bar{x}' les vecteurs position d'une particule matérielle respectivement à l'état (I), (II) et (III). L'état (III) est décrit par : $\bar{x}' = \bar{x} + \bar{w}$, \bar{w} représente le vecteur déplacement, infinitésimale, dépendant du temps t . Le tenseur des contraintes associé à l'état (II) s'écrit :

$$(1) T_{ij} = \frac{\rho}{\rho_0} \frac{\partial \Sigma}{\partial E_{mn}} \frac{\partial x_i}{\partial x_m} \frac{\partial x_j}{\partial x_n}$$

Dans cette relation et par la suite la convention de sommation d'Einstein est utilisée, δ_{ij} désignera le symbole de Kronecker.

E_{mn} : tenseur des déformations de Lagrange associé à l'état (II),

Σ : énergie de déformation du matériau. Le tenseur des contraintes dans l'état (III) est :

$$(2) T_{kl}' = \left(1 - \frac{\partial w_m}{\partial x_r}\right) T_{kl} + T_{km} \frac{\partial w_l}{\partial x_m} + T_{ml} \frac{\partial w_k}{\partial x_m} + S_{klrs} \frac{\partial w_r}{\partial x_s},$$

où le tenseur S_{klrs} s'écrit :

$$(3) S_{klrs} = \frac{\rho}{\rho_0} \frac{\partial^2 \Sigma}{\partial E_{mn} \partial E_{pq}} \frac{\partial x_k}{\partial x_m} \frac{\partial x_l}{\partial x_n} \frac{\partial x_r}{\partial x_p} \frac{\partial x_s}{\partial x_q}.$$

En tenant compte de la relation (2), on obtient les équations de l'équilibre dynamique résultant de la superposition de la petite perturbation à la déformation finie imposée. De plus nous ne nous intéressons qu'aux constantes d'élasticité du deuxième et du troisième ordre, ainsi Σ s'écrit :

$$(4) \Sigma = \frac{1}{2!} C_{ijkl} E_{ij} E_{kl} + \frac{1}{3!} C_{ijklmn} E_{ij} E_{kl} E_{mn}.$$

Sachant que : (5) $\rho/\rho_0 = 1 - E_{jj}$, E_{jj} dilatation volumique, et en négligeant les termes d'ordre supérieur ou égale à deux, il vient :

$$(6) S_{klrs} = C_{klrs} - E_{jj} C_{klrs} + \frac{\partial U_k}{\partial X_m} C_{mlrs} + \frac{\partial U_l}{\partial X_m} C_{kmrs} + \frac{\partial U_r}{\partial X_m} C_{klms} \\ + \frac{\partial U_s}{\partial X_m} C_{klrm} + C_{klrsmn} E_{mn}.$$

\bar{U} vecteur déplacement associé à l'état (II) : $\bar{U} = \bar{x} - \bar{R}$.

Cherchons les solutions du problème sous forme d'ondes planes progressives dans la direction

\bar{n} , de vitesse V , d'amplitude W_r , de nombre d'onde k ($w_r = W_r e^{ik[V.t - n_m \cdot x_m]}$).

Il vient :

$$(7) [(T_{kl} \delta_{ij} + S_{ikjl}) n_k \cdot n_l - \rho V^2 \delta_{ij}] = 0.$$

On est alors ramené à la résolution du problème aux valeurs propres:

$$(8) \quad \det (A_{ij} - \rho V^2 \delta_{ij}) = 0, \quad \text{avec:}$$

$$(9) \quad A_{ij} = (S_{ikjl} + T_{kl} \delta_{ij}) n_k \cdot n_l, \quad A_{ij} \text{ tenseur acoustique.}$$

Les constantes d'élasticité du deuxième et du troisième ordre s'écrivent respectivement [2]:

$$(10) \quad C_{ijkl} = \lambda \delta_{ij} \delta_{kl} + \mu (\delta_{ik} \delta_{jl} + \delta_{il} \delta_{jk}),$$

$$(11) \quad C_{ijklmn} = v_1 \delta_{ij} \delta_{kl} \delta_{mn} + v_2 \left[\delta_{ij} (\delta_{km} \delta_{ln} + \delta_{kn} \delta_{lm}) \right. \\ \left. + \delta_{kl} (\delta_{im} \delta_{jn} + \delta_{in} \delta_{jm}) + \delta_{mn} (\delta_{ik} \delta_{jl} + \delta_{il} \delta_{jk}) \right] \\ + v_3 \left[\delta_{ik} (\delta_{jm} \delta_{ln} + \delta_{jn} \delta_{lm}) + \delta_{jl} (\delta_{im} \delta_{kn} + \delta_{in} \delta_{km}) \right. \\ \left. + \delta_{il} (\delta_{jm} \delta_{kn} + \delta_{jn} \delta_{km}) + \delta_{jk} (\delta_{im} \delta_{ln} + \delta_{in} \delta_{lm}) \right],$$

où λ et μ sont les constantes de Lamé, v_i ($i=1,2,3$) les constantes d'élasticité du troisième ordre telles qu'elles ont été définies par Toupin et Bernstein[1]. La loi de Hooke généralisée pour un milieu homogène et isotrope s'écrit :

$$(12) \quad T_{ij} = \lambda \epsilon_{kk} \delta_{ij} + 2\mu \epsilon_{ij}, \quad \epsilon_{ij} : \text{ tenseur des déformations linéarisées.}$$

III-EXPRESSION THEORIQUE DES VITESSES

Considérons, la configuration où la charge est appliquée dans la direction $(1,0,0)$, la propagation des ondes ultrasonores se fait dans le plan $(n_1, 0, n_3)$, $n_1 = \sin(\theta)$ et $n_3 = \cos(\theta)$. Le calcul des vitesses sous forme d'ondes planes se ramène à la résolution du problème aux valeurs propres (8). Ainsi on obtient l'expression des vitesses des ondes quasi-longitudinale et quasi-transversale soit:

$$(13) \quad 2\rho V^2 = A_{11} + A_{33} \pm [(A_{11} - A_{33})^2 + 4(A_{13})^2]^{1/2}.$$

Le signe plus correspondant à l'onde quasi-longitudinale, le signe moins à la quasi-transversale. On obtient, avec $\bar{n}(n_1, 0, n_3)$ et en explicitant les différents A_{ij} à l'aide de la formule (9), l'expression théorique des vitesses en fonction de la direction de propagation, des constantes d'élasticité d'ordre 2 et 3 et de la contrainte appliquée.

Pour la vitesse quasi-longitudinale V_l on obtient:

$$(14) \quad \Delta V_l = L(\theta) \cdot \sigma, \quad \text{avec} \quad \Delta V_l = V_l(\theta) - V_{l0}(\theta),$$

σ : contrainte appliquée, $V_{l0}(\theta)$: vitesse longitudinale dans le matériau non contraint, $L(\theta)$: réponse acoustoélastique, avec :

$$(15) \quad L(\theta) = A \cdot (1 - 2 \cdot \nu) \cdot v_1 + B(\theta) \cdot v_2 + C(\theta) \cdot v_3 + D(\theta), \quad \text{et:}$$

$$A = v_{l0} \cdot (\lambda + \mu) / 2 \cdot \mu \cdot (3\lambda + 2\mu) \cdot (\lambda + \mu),$$

$$B(\theta) = A \cdot [(2 - 4\nu) + 4(n_1 n_3)^2 \cdot (1 - \nu) + 2(n_1^2 - \nu n_3^2) + 2(n_1^2 + \nu n_3^2) \cdot (n_1^2 - n_3^2)],$$

$$C(\theta) = A \cdot [1 - \nu + 4(n_1 n_3)^2 (1 - \nu) + 4(n_1^2 - \nu n_3^2) + (n_1^2 + \nu n_3^2) \cdot (n_1^2 - n_3^2)],$$

$$D(\theta) = A \cdot [(1 - 3\nu)\mu - 4(n_1 n_3)^2 \cdot (\lambda + \mu) \cdot (1 - \nu) + 2(\lambda + 3\mu) \cdot (n_1^2 - \nu n_3^2) \cdot 2 \cdot (\lambda + \mu) \cdot (n_1^2 - \nu n_3^2) \cdot (n_1^2 - n_3^2)],$$

avec ν coefficient de Poisson. L'onde transversale ne dépendant pas de V_l , on obtient une expression de la forme suivante :

$$(16) \quad \Delta V_t = T(\theta) \cdot \sigma, \quad \Delta V_t = V_t(\theta) - V_{t0}(\theta)$$

$$\text{Avec } T(\theta) = B'(\theta) \cdot v_2 + C'(\theta) \cdot v_3 + D'(\theta).$$

$V_t(\theta)$ vitesse de l'onde transversale, $V_{t0}(\theta)$: vitesse de l'onde transversale dans le matériau non contraint.

IV-DETERMINATION EXPERIMENTALE DES VITESSES

La mesure des vitesses de propagation dans le matériau est faite par transmission sur le banc ultrasonore à immersion (figure 4). Une table goniométrique, supportant les transducteurs

émetteur et récepteur, permet de faire varier l'angle d'incidence du faisceau, un translateur solidaire du transducteur récepteur permet de compenser le décalage du faisceau à la traversée de l'échantillon. L'angle d'incidence est repéré par rapport à la normale \bar{n} relative à la face d'entrée de l'échantillon. L'éprouvette (lame à faces parallèles d'épaisseur 15 mm, de largeur 50 mm) est taillée dans une plaque laminée. Le plan d'incidence contient l'axe de laminage suivant lequel est appliqué l'effort de traction et la normale à la surface de la plaque. L'ensemble machine de traction, échantillon, transducteurs est plongé dans une cuve à eau thermostatée à 25 degré C. Un micro-calculateur assure les différentes fonctions de commande, d'acquisition et de traitement nécessaires. Le processus de mesure est entièrement automatisé. Les mesures sont effectuées en régime impulsionnel autour de la fréquence centrale de 10 MHz. Compte tenu de la géométrie du problème, il est facile d'obtenir la relation entre vitesse de propagation et temps de parcours dans l'échantillon. La détermination des vitesses revient donc à la mesure de ce temps de parcours.

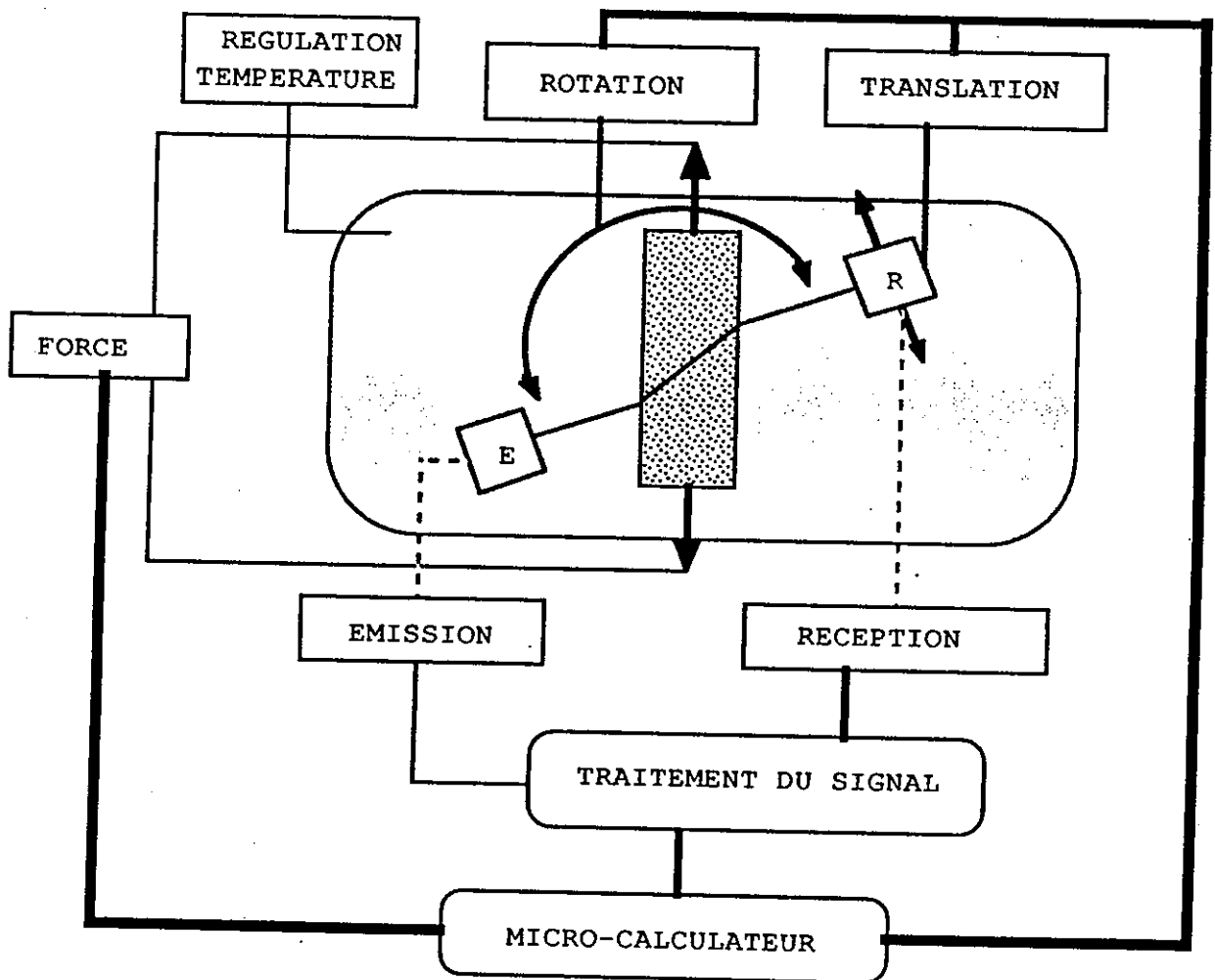


Figure 1 :Synoptique de l'interféromètre à immersion associé à une machine de traction

Les écarts de temps s'obtiennent par le calcul de la fonction d'autocorrélation entre les signaux, de référence acquis en l'absence de l'échantillon, et de mesure acquis en sa présence. Cette méthode offre une précision sur le temps calculé de ± 1 ns. La fonction d'autocorrélation ainsi que sa dérivée sont calculées par transformées de FOURIER rapides. La variation de l'épaisseur acoustique avec la charge est mesurée à incidence normale. La vitesse a été moyennée sur dix mesures, ce qui assure une précision pour chaque point de ± 2 m/s [5].

V-RESULTATS ET DISCUSSION

Les variations de vitesse longitudinale en fonction de la charge, pour différents angles de propagation sont répertoriées sur la figure 2, ceci en charge et en décharge. Les essais sont reproductibles avec une bonne précision.

Les courbes $\Delta V_1 = f(F)$ de la figure 2 sont tracées de telle manière à ce que les différences de vitesse à l'état non chargé à chaque angle n'apparaissent pas, l'anisotropie initiale étant volontairement occultée. Par ailleurs la figure 3 représente la variation de la vitesse longitudinale ΔV_1 à charge nulle en fonction de la direction de propagation (anisotropie de texture). Les figures 2 et 3 montrent la prédominance des effets de la texture, l'éprouvette étant laminée, sur ceux de la contrainte. A titre indicatif la figure 4 représente la variation de vitesse de l'onde transversale, ΔV_t en fonction de la force F à angle de propagation θ fixe. Ainsi au regard des résultats expérimentaux répertoriés sur la figure 2, "l'anisotropie induite par les contraintes" est clairement mise en évidence sur le plan expérimental. La dépendance angulaire des effets acoustoélastiques établie par le modèle théorique qui rappelle le, ne tient pas compte des effets de texture est pleinement confirmée, relation (14).

Il est par ailleurs confirmé que la réponse acoustoélastique à direction de propagation fixée est constante même pour un matériau laminé (linéarité des courbes de la figure 2). Les résultats obtenus recourent ceux d'auteurs qui se sont intéressés aux effets acoustoélastiques à direction de propagation fixe, perpendiculairement et dans l'axe de la contrainte [2] [6].

Sur la figure 4 on peut voir la réponse acoustoélastique $L(\theta)$ pour différents angles de propagation, à partir de $\theta = 0$ (incidence normale), on passe d'une pente positive à une pente négative. Il existe ainsi un angle situé entre 15 et 20 degrés pour lequel la réponse acoustoélastique est nulle. A partir de l'expression théorique (15), réponse acoustoélastique de l'onde longitudinale pour un matériau isotrope et des résultats expérimentaux nous pouvons ainsi par une méthode d'optimisation au sens des moindres carrés évaluer les constantes élastiques du troisième ordre du matériau.

VI-CONCLUSION

L'étude réalisée nous a permis de qualifier notre installation. Ainsi, outre l'évaluation des constantes d'élasticité du troisième ordre, la prise en compte de la texture, notre préoccupation actuelle est d'une part l'étude de l'influence de la plasticité sur la réponse acoustoélastique, d'autre part la mise en évidence d'indicateurs ultrasonores d'endommagement de matériaux métalliques et composites, en particulier, la caractérisation sous charge de composites bidirectionnels Sic-Sic de la S.E.P., dont les essais préliminaires semblent prometteurs.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] TOUPIN R., BERNSTEIN B. - Sound waves in deformed perfectly elastic materials, *J. Acous. Soc. Am.*, **33**, 216-225, 1961.
- [2] IWASHIMIZU Y., KUBOMURU K. - Stress-induced rotation of polarization directions of elastic waves in slightly anisotropic materials, *Int. J. Solids Structures*, **9**, 99-114, 1973.
- [3] FUKUOKA H., TODA H. - Preliminary experiment on acoustoelasticity for stress analysis, *Arch. of Mech.*, **29**, 5, 673-686, 1977.
- [4] GERARD A., Mesure de l'endommagement par des méthodes ultrasonores, *Revue française de mécanique*, **82**, 49-56, 1982.
- [5] ROUX J., HOSTEN B., CASTAGNEDE B., DESCHAMPS M. - Caractérisation mécanique des solides par spectro-interférométrie ultrasonore, *Revue Phys. Appl.*, **20**, 351-358, 1985.
- [6] CHATELIER J.Y., Simulation acousto-élastoplastique du formage des métaux : application à la détermination des contraintes résiduelles, Thèse de doctorat, E.N.S.A.M., Paris, Sept. 1987.

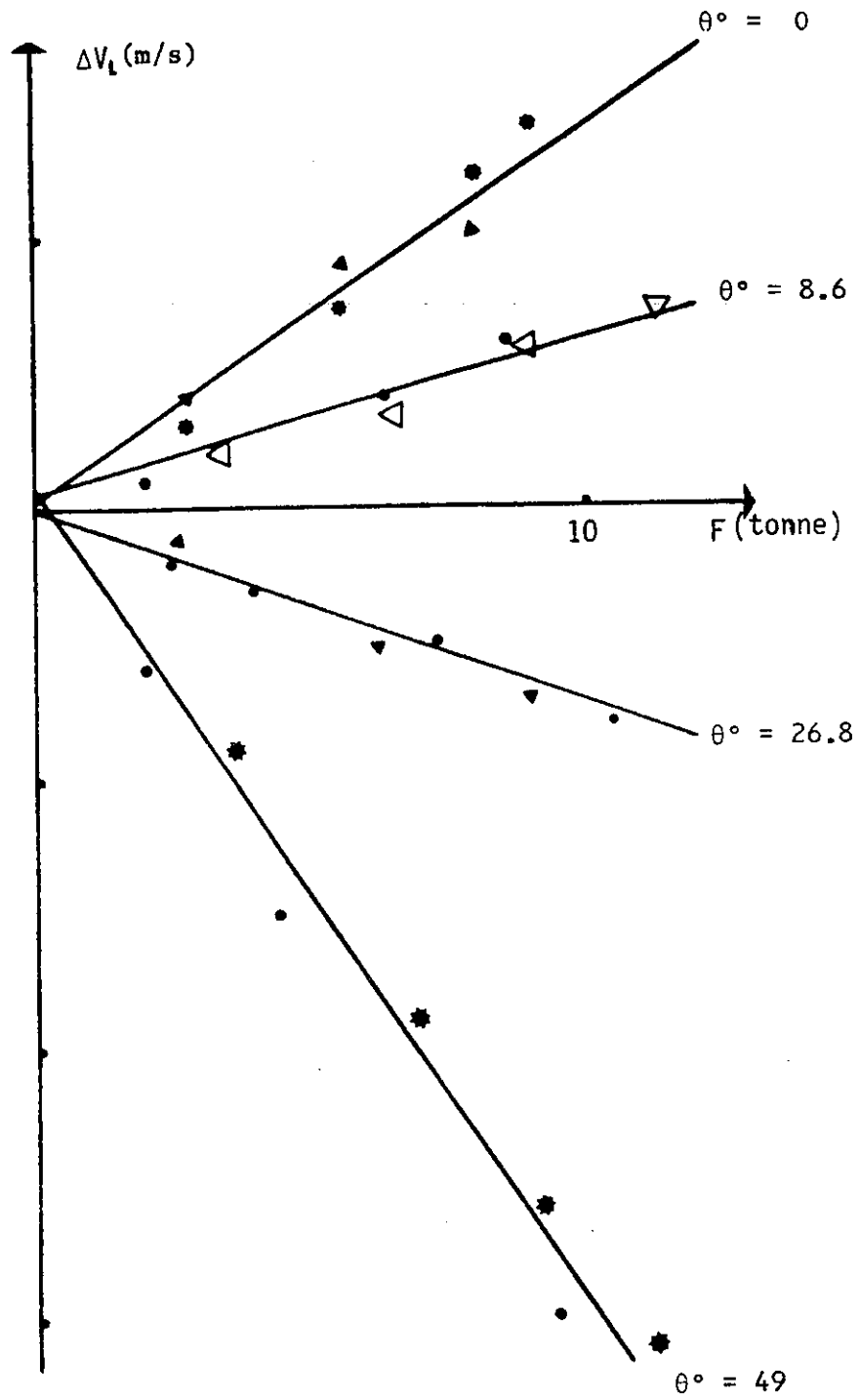


Fig. 2 : Ondes longitudinales
 Pour différentes valeurs de θ ,
 Charge et décharge.

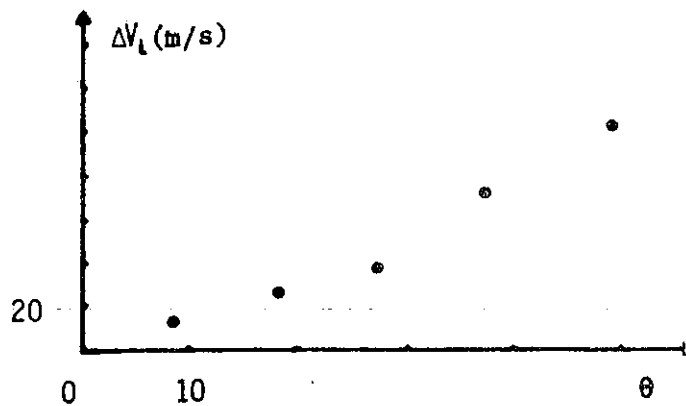


Fig. 3: Onde longitudinale; $F=0$.

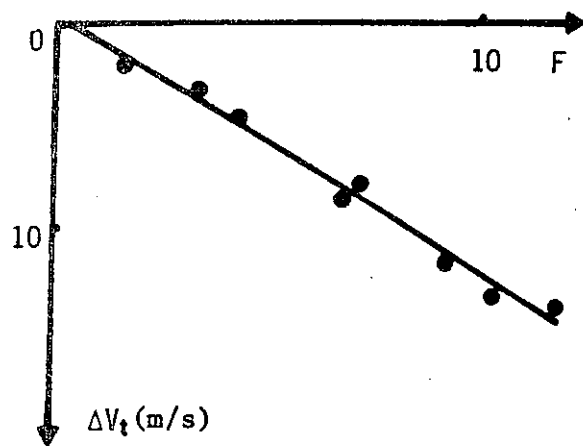


Fig. 4: Onde transverse, $\theta = 22^\circ$, Charge et décharge.

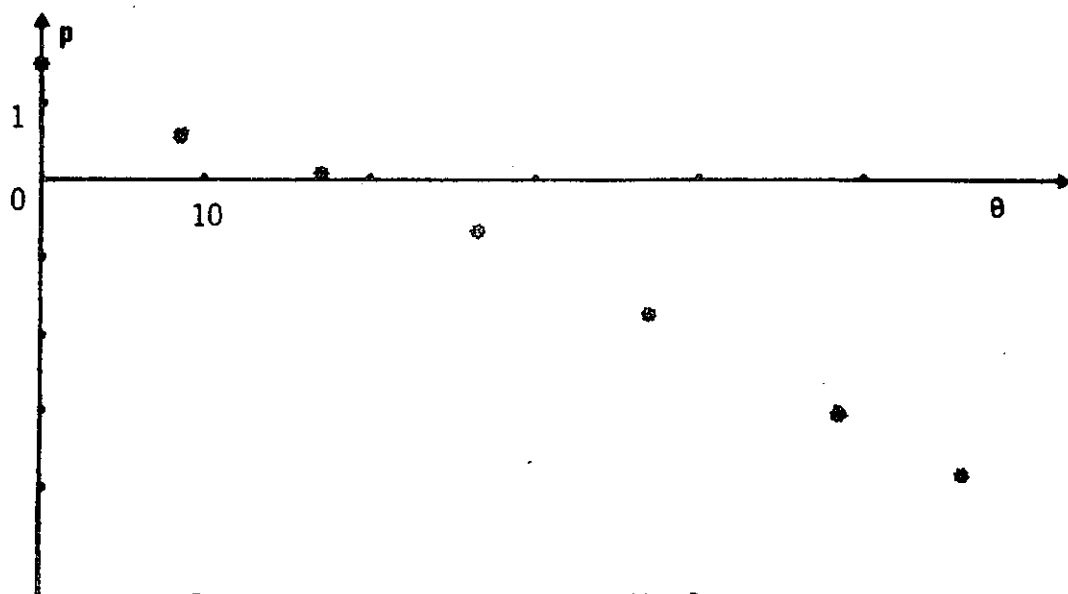


Fig. 5: $p = f(\theta)$, ondes longitudinales.

COMPORTEMENT DU BETON ENDOMMAGE MODELISATION MECANIQUE ET ACOUSTIQUE

BERTHAUD Y. et J. MAZARS

Laboratoire de Mécanique et Technologie
E.N.S. de Cachan/C.N.R.S./Université Paris VI
61 Av. du Président Wilson 94230 Cachan
G.R.E.CO. Rhéologie des Géomatériaux.

Résumé

Le béton endommagé par des sollicitations mécaniques est un matériau fortement anisotrope, dont la rigidité est conditionnée par l'ouverture ou la fermeture des microfissures. Ce comportement peut être correctement décrit dans le cadre de la mécanique des milieux continus par un modèle d'endommagement. Son identification est possible en utilisant des sollicitations simples. L'analyse simultanée de la propagation d'ondes élastiques multidirectionnelles montre que les mesures ultrasonores sont une aide à la détermination de l'anisotropie du matériau et à la mise en évidence du caractère unilatéral du comportement.

BEHAVIOUR OF DAMAGED CONCRETE MECHANICAL AND ACOUSTICAL MODELLING

Abstract

Mechanical loadings applied on concrete lead to a strongly anisotropic behaviour. The elastic properties are mainly due to the opening and the closure of microcracks. Within the framework of continuum mechanics, this behaviour can be modelled using damage concept. The analysis of the propagation of elastic waves is usefull in order to determine both the anisotropy of the material and its unilateral aspect.

I. INTRODUCTION

Le béton est un matériau qui peut être considéré comme statistiquement isotrope à l'état initial. Sa principale caractéristique est son hétérogénéité : matrice micro-poreuse, granulats de dimensions variables et interface. L'endommagement qui correspond à l'apparition et à la propagation de microfissures est lié au chargement extérieur : distribution et orientation des microfissures. La conséquence mécanique de l'évolution de l'endommagement se traduit d'une part par une anisotropie élastique induite et par l'apparition de déformations permanentes. D'autre part, les ondes élastiques sont perturbées (vitesse et amplitude) par la présence de cet état de microfissuration. Notre travail est de modéliser l'endommagement du béton en tirant profit des informations apportées à la fois par les mesures mécaniques et acoustiques.

II. ANALYSE DES PHENOMENES

II.1. STRUCTURE DU BETON

Schématiquement trois constituants principaux composent cette structure:

- la matrice de ciment hydraté, c' est un matériau à forte porosité, qui dépend de l' âge et du rapport eau-ciment ;
- les grains, qui pour un béton normal sont plus rigides que la matrice et beaucoup moins poreux ;
- l' interface grain-matrice de nature beaucoup plus "faible" que la matrice, donc la zone à l' intérieur de laquelle vont se créer et se développer les microfissures .

II.2. EVOLUTIONS LOCALES SOUS CHARGES

Sous contraintes, la structure de béton se déforme et se dégrade : le matériau s' endommage . Les mécanismes d' endommagement ont été observés par différentes techniques : rayons X [1] , microscopie [2], ultrasons [3] et émission acoustique [4] . Ces investigations ont été complétées par des études micromécaniques [5] [6] décrivant l' hétérogénéité du matériau . Il a été établi ainsi que :

- l' endommagement apparaît au delà d' un seuil et affecte principalement l' interface grain matrice ;
- différents modes d' endommagement apparaissent selon l' état de contrainte exercé .

Nous distinguerons deux modes d' endommagement [7]:

l' endommagement volumique, lié à l' effondrement de la structure microporeuse de la matrice ;

l' endommagement surfacique, qui correspond à la création de surfaces par décohésion du matériau .

Ces deux modes d' endommagement affectent à la fois les caractéristiques mécaniques (raideurs et déformations permanentes) et les caractéristiques acoustiques (vitesse et amplitude) du matériau . ce qui induit deux voies possibles de mesure . Nous allons focaliser cette présentation sur un essai simple de compression uniaxiale .

II.3.COMPRESSION

Nous résumons sur la figure 1 les résultats obtenus à partir d' un essai de compression uniaxiale (d' axe 1) sur cylindre (ϕ 16 cm, hauteur 32 cm) [8] [9]. La sollicitation est du type charge décharge avec incrémentation de la déformation longitudinale à chaque cycle . L' endommagement est dans ce cas principalement du type surfacique, il induit :

- une diminution du module d' élasticité visible sur la figure 1c;
- une augmentation de coefficient de Poisson (figure 1d) ;
- la création de déformations permanentes (figure 1a 1b) .

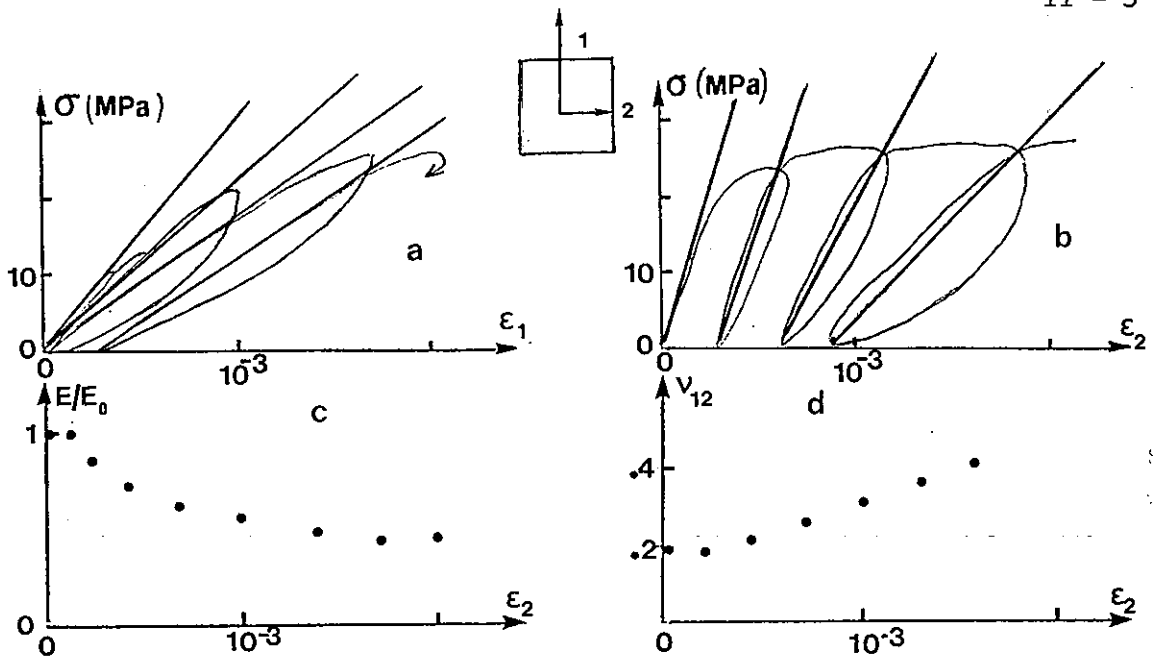


Figure 1 : Evolution des caractéristiques mécaniques en compression uniaxiale
 a-b Déformations longitudinales et transversales
 c-d Module d' élasticité et coefficient de poisson .

Des mesures sur cubes [9] ont permis de confirmer l' anisotropie du béton endommagé qui se traduit donc en résumé par :

E_1 diminue	$E_2 =$ constante (mesures réalisées au cours d' une compression d' axe 2)
ν_{12} augmente	ν_{21} augmente $\nu_{23} =$ constante

La figure 2 nous indique qu' au cours de cet essai s' est développé un réseau de microfissures de type axisymétrique d' axe 1 .

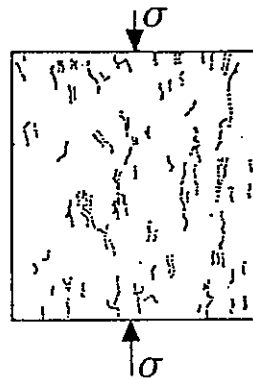


Figure 2 : Aspect géométrique de la microfissuration (Rayons X) ;
 essai de compression sur cylindre . [1] .

III. PRINCIPES DE MODELISATION

Cette modélisation s' effectue dans le cadre de la Mécanique des Milieux Continus en utilisant le concept de la Mécanique de l' Endommagement . On admet la partition des déformations :

$\boldsymbol{\varepsilon} = \boldsymbol{\varepsilon}_e + \boldsymbol{\varepsilon}_p$; dans un premier temps nous allons nous intéresser à la description du comportement élastique dans le cadre du couplage élasticité endommagement [11]:

$$\boldsymbol{\varepsilon}_e = \boldsymbol{\Lambda}_D : \boldsymbol{\sigma}_e \quad \text{avec} \quad \boldsymbol{\Lambda}_D = \boldsymbol{\Lambda}_0 (\mathbf{d}, \delta)$$

$\boldsymbol{\Lambda}_D$ et $\boldsymbol{\Lambda}_0$ représentent respectivement les matrices de souplesses du matériau endommagé et sain \mathbf{d} est le tenseur d'endommagement surfacique et δ est le scalaire d'endommagement volumique [12]. δ représente l'évolution de la compressibilité du matériau endommagé et \mathbf{d} l'évolution de la raideur dans les trois directions de l'espace. Dans le repère principal on a :

$$\mathbf{d} = \begin{pmatrix} d_1 & & \\ & d_2 & \\ & & d_3 \end{pmatrix} \quad \text{avec} \quad E_i = E_0 (1 - d_i)$$

Dans le cas particulier étudié de la compression simple on admet :

- la coïncidence du repère principal d'endommagement et de contraintes,
- l'isotropie transverse du matériau endommagé.

Comme par ailleurs les mesures (réalisées par compression) indiquent qu'il n'y a pas d'évolution du module d'élasticité transversal E_2 ou E_3 on choisit alors : $d_2 = d_3 = 1$. La figure 3 résume pour les modules d'élasticité à la fois les mesures et le résultat de l'identification (c.f. références [8][9][12] pour les détails concernant les lois d'évolution).

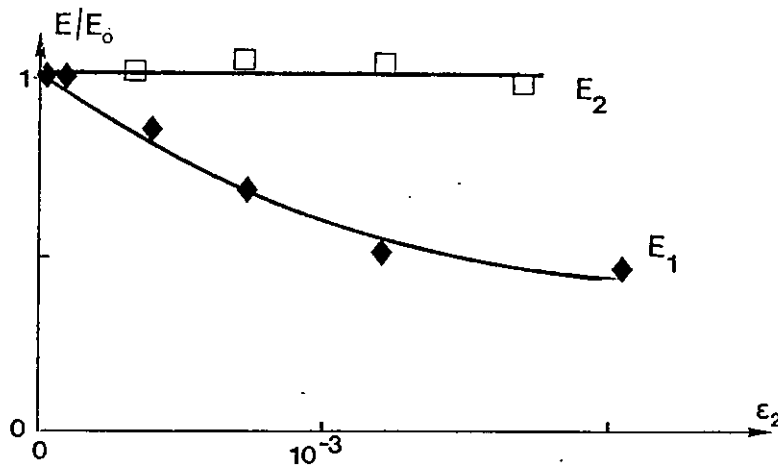


Figure 3 : Comparaison entre mesures et identification pour les modules d'élasticité E_1 et E_3 .

IV. MESURES ACOUSTIQUES

Différentes études ont déjà permis de dégager les points importants qui régissent la propagation des ondes élastiques dans un matériau tel que le béton [13] [14]. Le premier point que l'on doit souligner est l'influence de la nature microfissurée microporeuse du béton sain sur la propagation des ondes ultrasonores. Elle se manifeste sous la forme d'un couplage acousto-élastique réversible qui est à relier à l'ouverture et à la refermeture des "microfissures" du matériau sain. Comme au cours du chargement l'état de microfissuration évolue il y a alors apparition d'un autre couplage acousto-endommagement irréversible et de nature différente. Nous allons donc dans le cas de la compression simple examiner ces couplages.

IV.1. COUPLAGE ELASTICITO-ACOUSTIQUE

Mesures dans le cas de la compression simple

L'ensemble des mesures ont été réalisées à l'aide de capteurs large bande par transparence sur un échantillon de forme cubique de longueur 70 mm. La dimension maximale des granulats ϕ_M est de 4 mm ce qui assure la représentativité des mesures mécaniques (matériau homogène). D'autre part le matériau pourra être considéré comme homogène vis à vis de l'onde ultrasonore pour des fréquences inférieures à 0.8 MHz (rapport longueur d'onde ϕ_M supérieur à 2). La sollicitation imposée est une compression d'axe 1. Au cours de l'essai les vitesses d'ondes longitudinales dans les directions 1 et 2 notées V_{L1} et V_{L2} ont été calculées par une technique d'intercorrélation [9] [15]. Les figures 4 et 5 résument les variations de vitesses calculées en fonction de la contrainte appliquée et ceci sans qu'il y ait évolution de l'endommagement. Nous avons vérifié l'isotropie acoustique du matériau par de nombreuses mesures de vitesses dans différentes directions et en différents points de l'échantillon.

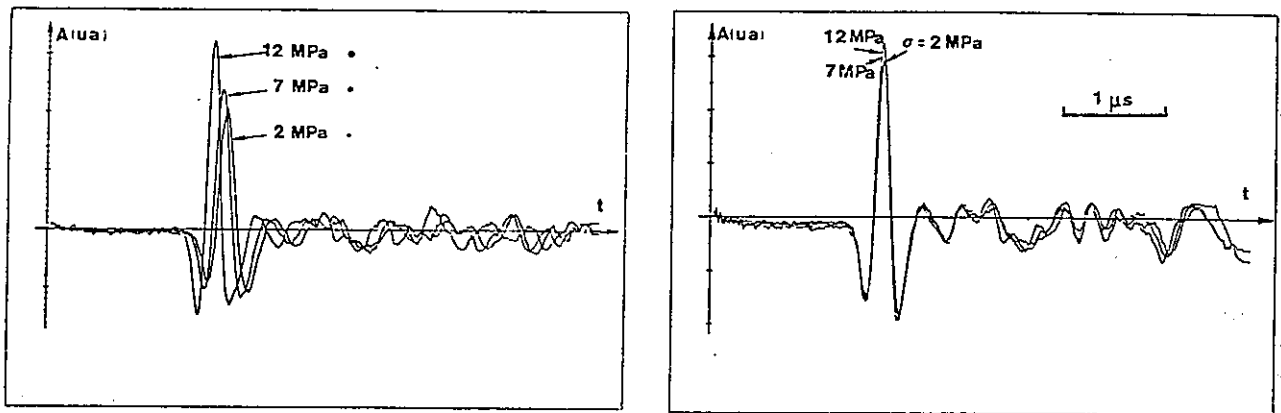


Figure 4 : Signal temporel pour différentes valeurs de la contrainte appliquée.

a - onde L_1 b - onde L_2

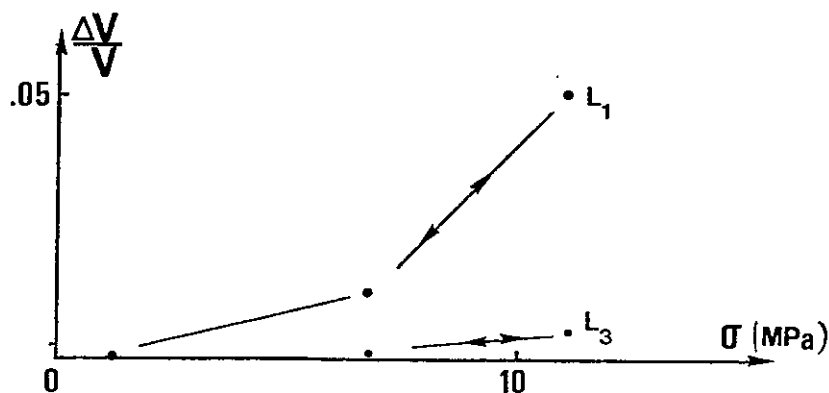


Figure 5 : Variations de vitesses en fonction de la contrainte appliquée.

Il est important de noter que ces variations sont réversibles dans le domaine d'élasticité initial et que l'on peut répéter ces mesures sans endommager le matériau. Des constatations identiques ont été faites pour des ondes transversales [15].

Interprétation au moyen d' un modèle de matériau microfissuré

Différentes approches ont permis de donner des solutions à ce problème en utilisant soit l' homogénéisation de milieux microfissurés [13] soit les équations des ondes [14] .

Considérons un matériau microfissuré isotrope. La vitesse de l' onde longitudinale est donnée par :

$$V_L = V_{L0} (1 - \frac{8}{3} n_0 \langle a^{-3} \rangle d_m (n_0))$$

avec V_{L0} vitesse dans le milieu exempt de microfissures, n_0 le nombre par unité de volume de fissures supposées circulaires de rayon a ; les fissures sont par ailleurs de faible épaisseur et l' on note e leur demi ouverture . $\langle a^3 \rangle$ correspond au moment d'ordre trois de la répartition du rayon des microfissures et d_m est une fonction du seul coefficient de Poisson . Si il existe un état de contrainte homogène σ_1 , alors certaines des microfissures orientées par l' angle ϕ_c se ferment ; on obtient donc un matériau anisotrope tel que :

$$V_{L1} = V_{L0} (1 - v_{11} (\sigma_1)) \quad \text{et} \quad V_{L3} = V_{L0} (1 - v_{33} (\sigma_1))$$

Les fonctions v_{11} et v_{33} font intervenir l' état de contrainte σ_1 par l' intermédiaire d' un critère de fermeture des microfissures (figure 6) [13] .

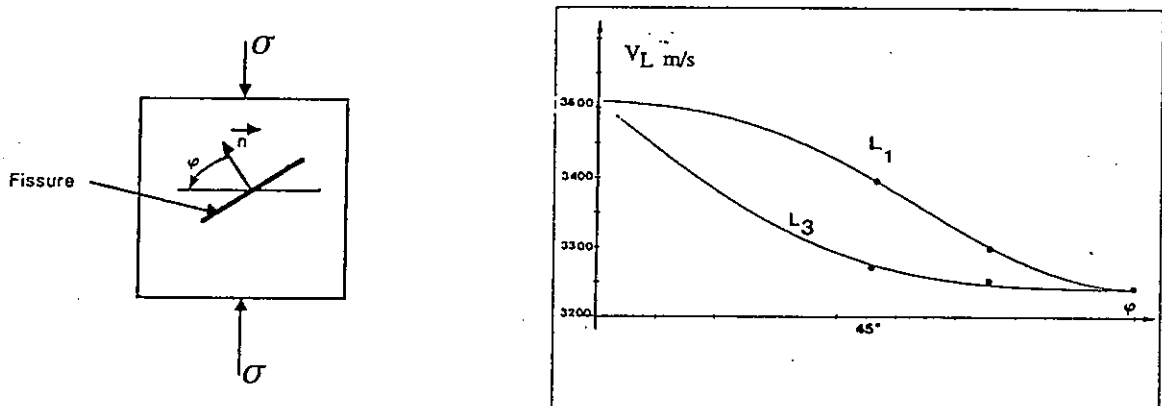


Figure 6 : Critère de fermeture . Figure 7 : Identification, expérience ondes longitudinales .

La figure 7 donne le résultat de l' identification d' un tel modèle pour les ondes longitudinales et transversales . Les paramètres du modèle sont alors :

$$V_{L0} = 3510 \text{ m/s} , \quad V_{T0} = 2150 \text{ m/s} , \quad e = 2.4 \cdot 10^{-4} * a ; \quad n_0 a^{-3} = 0.2 .$$

Ces chiffres appellent quelques commentaires . On remarque tout d' abord que l' épaisseur des microfissures est très faible comparée à leur rayon ce signifie que l' on doit avoir recréation de multiples contacts au sein du matériau lors de l' application de la contrainte . La valeur de la densité volumique apparente qui est élevée indique simplement que l' effet de microfissures aplaties est semblable à celui de sphères de même rayon .

IV.1.COUPLAGE ELASTICITO-ACOUSTIQUE

Mesures dans le cas de la compression simple

L'ensemble des mesures ont été réalisées à l'aide de capteurs large bande par transparence sur un échantillon de forme cubique de longueur 70 mm . La dimension maximale des granulats ϕ_M est de 4 mm ce qui assure la représentativité des mesures mécaniques (matériau homogène) . D'autre part le matériau pourra être considéré comme homogène vis à vis de l'onde ultrasonore pour des fréquences inférieures à 0.8 MHz (rapport longueur d'onde ϕ_M supérieur à 2) . La sollicitation imposée est une compression d'axe 1 . Au cours de l'essai les vitesses d'ondes longitudinales dans les directions 1 et 2 notées V_{L1} et V_{L2} ont été calculées par une technique d'intercorrrelation [9] [15] . Les figures 4 et 5 résument les variations de vitesses calculées en fonction de la contrainte appliquée et ceci sans qu'il y ait évolution de l'endommagement . Nous avons vérifié l'isotropie acoustique du matériau par de nombreuses mesures de vitesses dans différentes directions et en différents points de l'échantillon .

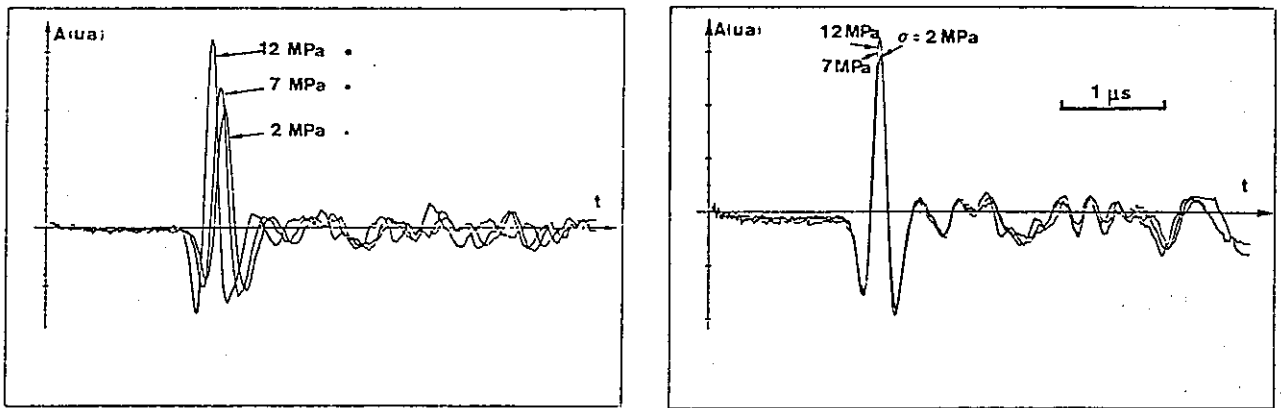


Figure 4 : Signal temporel pour différentes valeurs de la contrainte appliquée .

a - onde L_1 b - onde L_2

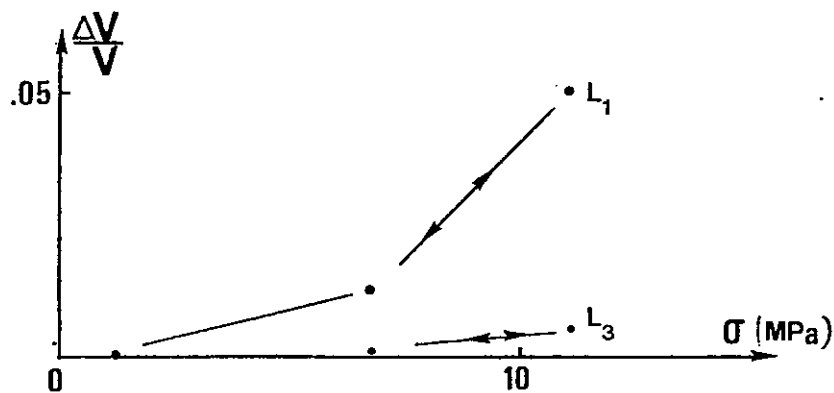


Figure 5 : Variations de vitesses en fonction de la contrainte appliquée .

Il est important de noter que ces variations sont réversibles dans le domaine d'élasticité initial et que l'on peut répéter ces mesures sans endommager le matériau . Des constatations identiques ont été faites pour des ondes transversales [15] .

IV.2.COUPLAGE ENDOMMAGEMENT-ACOUSTIQUE

Mesures dans le cas de la compression simple

Les résultats que nous indiquons sur les figures 8 et 9 correspondent à des mesures de vitesses réalisées après chaque décharge (contrainte $\sigma_1 = 0$). Une première constatation s'impose : alors que l'isotropie du matériau était restaurée dès que le chargement était interrompu, on remarque, dans ce cas, que l'anisotropie n'est plus liée au chargement mais bien à l'endommagement. Si l'on compare les résultats des figures 8-a et 8-b à ceux indiqués sur les figures 4-a et 4-b on peut de plus constater une nette anisotropie dans les évolutions.

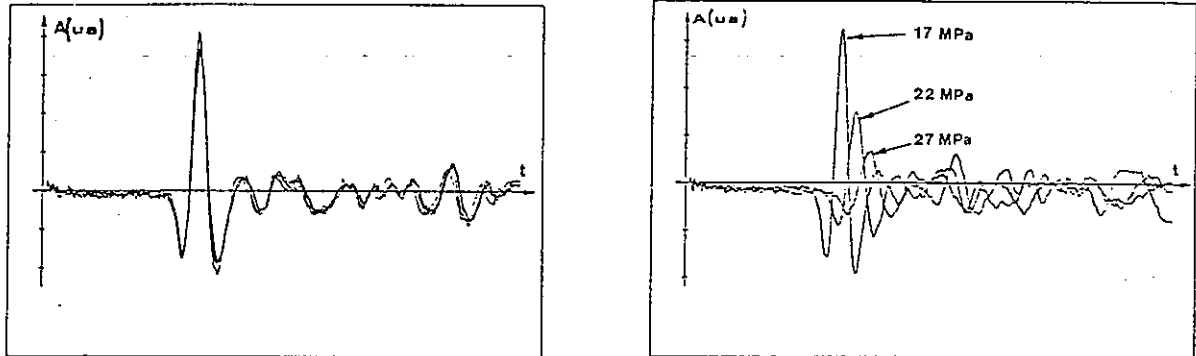


Figure 8 :Signal temporel pour différentes valeurs de la contrainte maximale appliquée .

a - onde L_1 b - onde L_2

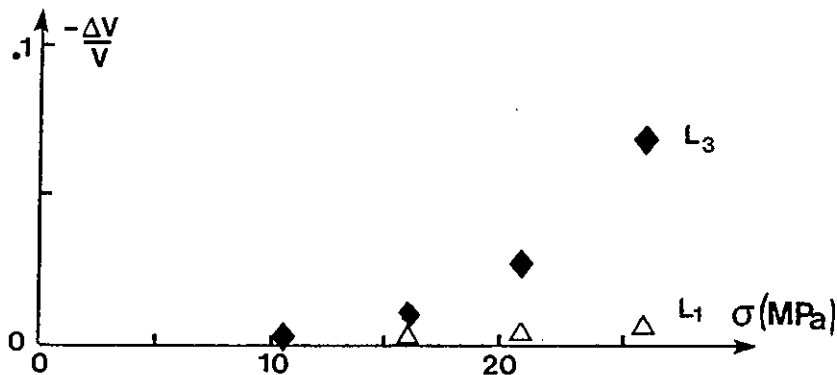


Figure 9: Variations de vitesses en fonction de la contrainte maximale appliquée .

Interprétation au moyen d'un modèle de matériau microfissuré

On a vu (figure 2) que l'endommagement se manifeste, pour ce chargement, sous la forme d'un réseau axisymétrique de fissures. Il est donc naturel d'utiliser le même type d'interprétation que pour l'effet élasto-acoustique. Nous ajouterons donc quelques hypothèses :

- H_1 : Le réseau initial de microfissures n'évolue pas ;
- H_2 : L'endommagement est modélisé par un réseau axisymétrique de nouvelles fissures ;
- H_3 : Les fissures créées sont circulaires ;
- H_4 : Les fissures sont sèches .

On peut utiliser les relations établies en [14] pour interpréter les résultats obtenus .

$$\rho V_{L1}^2 = (\lambda + 2\mu) (1 - \varepsilon a_1) \quad \rho V_{L2}^2 = (\lambda + 2\mu) \left(1 - \varepsilon \left(\frac{a_1 + a_2}{2} + A\right)\right)$$

$$\alpha_{L1} = \mathcal{A} \frac{n_0 a^6}{V^4} f^4 \quad \alpha_{L2} = \mathcal{B} \frac{n_0 a^6}{V^4} f^4$$

où A est fonction de a_2 et du coefficient de Poisson, \mathcal{A} et \mathcal{B} sont fonctions du seul coefficient de Poisson. Dans le cas du béton on a $\frac{a_1}{a_2} = 0.06$ et $\frac{\mathcal{A}}{\mathcal{B}} = 0.10$. Les relations prévoient donc que l'état de microfissuration ne perturbe que très peu la vitesse et l'amplitude des ondes dans la direction 1 ce qui correspond aux mesures réalisées (figure 8) . On a alors la possibilité d'évaluer la densité de microfissuration ainsi que l'évolution du rayon des microfissures en utilisant les équations relatives à la vitesse et à l'atténuation dans la direction 2 (figure 10) .

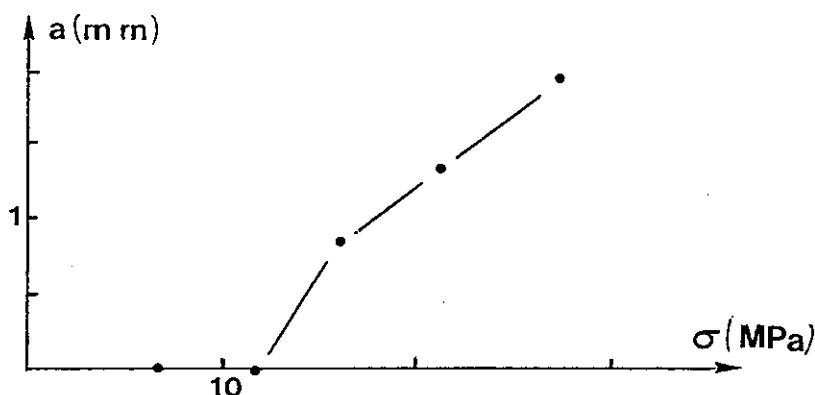


Figure 10 : Variation du rayon moyen des microfissures au cours du chargement .

V. CONFRONTATION DES APPROCHES MECANIQUES ET ACOUSTIQUES

On peut résumer l'ensemble des résultats dans le tableau suivant :

	DIRECTION 3	DIRECTION 1,2
Mesures Mécaniques	E_3 diminue	$E_{1,2} = E_0$
Mesures Acoustiques	$E_3 = E_0$	$E_{1,2}$ diminue

Deux moyens de mesures différents donnent pour un même état des résultats qui nous semblent contradictoires . En fait la contradiction n' est qu' apparente :

Direction 1 : la diminution du module d' élasticité déterminé au cours de l' essai mécanique est liée à la présence de microfissures et principalement à de fortes interactions entre elles et entre fissures et granulats . Sur le plan acoustique, les faibles déformations provoquées par le passage de l' onde ne permettent pas de solliciter ces interactions ce qui explique que la vitesse de l' onde ne soit pas affectée par la présence de l' endommagement .

Direction 2 : la mesure mécanique étant réalisée au cours d' une compression, il y a refermeture des microfissures et restauration de la raideur (caractère unilatéral) . Les mesures ultrasonores sont faites dans d' autres conditions (fissures ouvertes), leur présence est donc détectée .

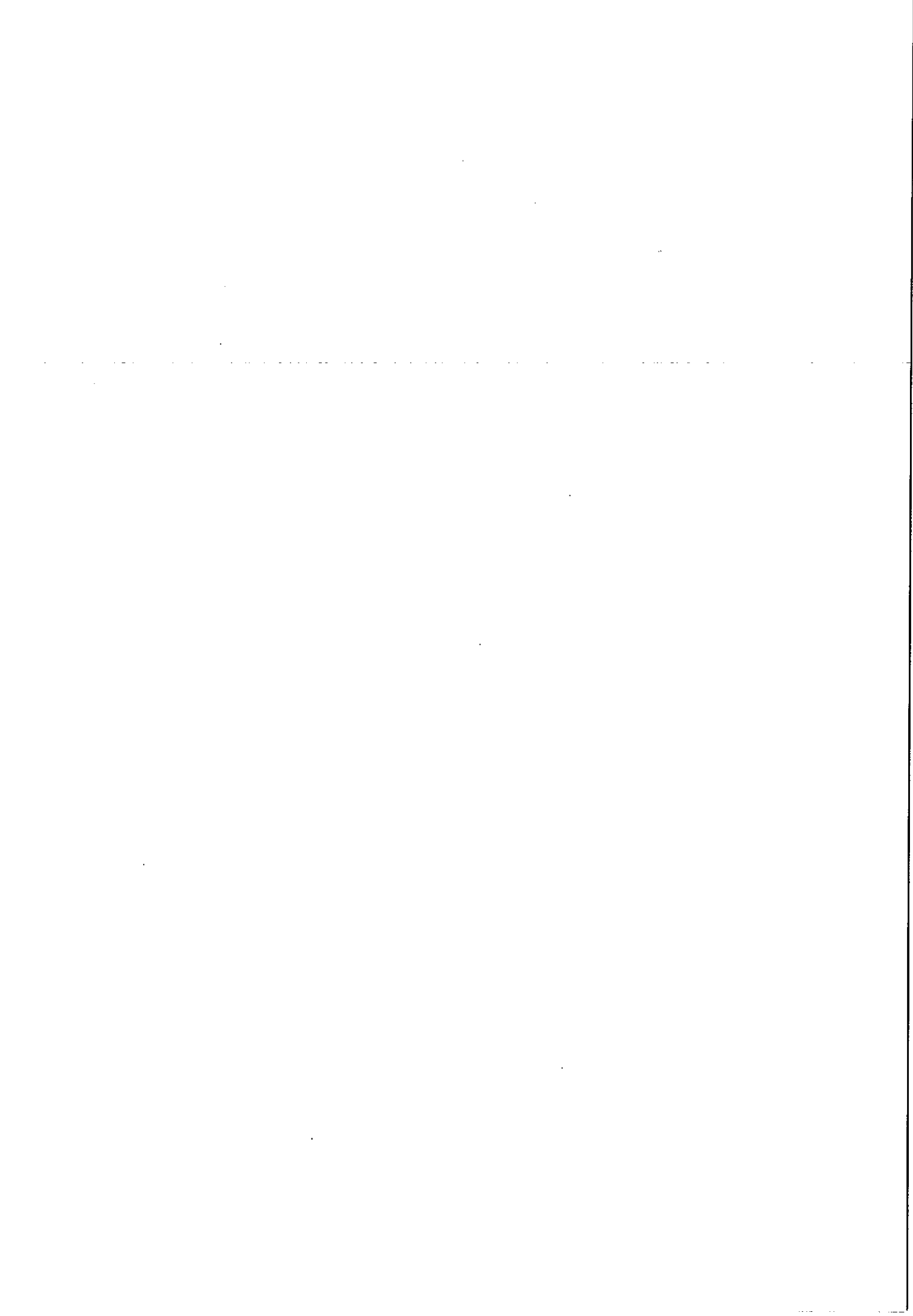
VI. CONCLUSION

L' apparente contradiction entre mesures mécanique et acoustique ne provient donc que des conditions expérimentales . Les mesures ultrasonores sont sensibles à la présence des microfissures, à leur forme, à leur distribution et à leur état ouvert ou fermé . Elles caractérisent donc à la fois l' état d' endommagement (densité de fissures) et l' influence du chargement sur l' état des fissures (ouvert ou fermé) . Les mesures mécaniques quant à elles quantifient l' effet des fissures sur la réponse du matériau . Ces résultats nous confortent dans l' idée de la nécessité d' inclure dans la modélisation le caractère unilatéral du matériau endommagé. L' état des fissures se trouvera ainsi automatiquement associé à l' état de sollicitation . Des travaux sur ce thème sont en cours de développement [16] .

VII. BIBLIOGRAPHIE

- [1] ROBINSON, S.R. - Methods of detecting the formation and propagation of microcracks in concrete., Proceedings of the Int. Conf. on the structure of concrete LONDON , 1965 .
- [2] DHIR, R.H. ET SANGHA M. - Development and propagation of microcracks in plain concrete, Matériaux et Constructions, 37, 17-23, 1974 .
- [3] BENOUNICHE S. - Modélisation de l' endommagement du béton hydraulique par microfissuration en compression, Thèse de 3ième cycle Paris 6, 1979 .
- [4] TERRIEN M. - Emission acoustique et "comportement mécanique post-critique" d' un béton sollicité en traction, Bull. de Liaison des Ponts et Chaussée, 105, 65-72, 1980.

- [5] MARIGO J.J. - Un modèle d'endommagement de matériau élastique fragile par croissance de micro-vides via l'homogénéisation, Rapport HI/4426-07 EDF, 1983 .
- [6] KRAJCIKOVIC D., FONSEKA G.U. -The Continous Damage Theory of Brittle Material, J. of App. Mechanics, 48, 809-815,n 1981.
- [7] LADEVEZE, P. - Sur une théorie de l'endommagement anisotrope., Rapport Interne L.M.T. Cachan, 34, 1983 .
- [8] COLLOMBET F. - Modélisation de l' endommagement anisotrope . Application au comportement du béton sous compression sous compression triaxiale, Thèse Paris 6, 1985
- [9] BERTHAUD, Y. -Mesure de l' endommagement mécanique de béton par une technique ultrasonore, Thèse de l' Université Paris VI, 1988 .
- [10] MAZARS, J. - Application de la mécanique de l' endommagement au comportement non linéaire et à la rupture du béton de structures., Thèse d'état Paris 6, 1984 .
- [11] LEMAITRE, J. - A continuous damage mechanic model for ductile fracture., Journal of Engineering Materials and Technology, 107, 83-89, 1985 .
- [12] PIJAUDIER-CABOT, G. - Caractérisation et modélisation au comportement du béton par un essai multiaxial automatique., Thèse 3ème cycle Paris 6, 1985 .
- [13] MARIGO, J. J. - Propagation des ondes ultrasonores et microfissuration du béton., Thèse 3ème cycle Paris 6 , 1980.
- [14] PIAU, M. - Crack-induced anisotropy and scattering in stressed rocks : effective elastic moduli and attenuation., Int. J. Eng. Sci. , 18, 549-568, 1980 .
- [15] ROUX, J. ; HOSTEN, B. ; CASTAGNEDE, B. et M. DESCHAMPS - Caractérisation mécanique des solides par spectro-interférométrie ultrasonore., Revue Phys. App., 20, 351-358, 1985 .
- [16] MAZARS J. ; RAMTANI S. et Y. BERTHAUD - The unilateral behaviour of damaged concrete , Int. Conf. on Fracture of Concrete and Rock. , Vienne , 1988 .



L'EMISSION ACOUSTIQUE POUR L'ETUDE DE LA CORROSION SOUS CONTRAINTE: INTERET DE LA TECHNIQUE.

R.P. Rothéa
Institut National des Sciences Appliquées de Lyon
Laboratoire de Physicochimie Industrielle, 69621 Villeurbanne Cedex

Résumé

Le but de cet article est d'évaluer la contribution que peut apporter l'émission acoustique (EA) à l'étude du phénomène de corrosion sous contrainte (CSC). Les conditions d'obtention d'informations significatives sur les phénomènes sources d'EA pendant la CSC sont décrites. Une revue bibliographique des travaux de recherche les plus récents prouve l'intérêt de cette technique aussi bien pour l'étude des mécanismes de CSC que pour la surveillance in situ et en continu de structures industrielles. Une discussion sur les différents mécanismes possibles des sources d'émission acoustique lors d'une fissuration par CSC, est développée à la lumière des travaux de la littérature.

ACOUSTIC EMISSION CONTRIBUTION TO THE STUDY OF STRESS CORROSION CRACKING.

Abstract

The aim of this article is to assess the contribution of acoustic emission (AE) to the study of stress corrosion cracking (SCC) phenomenon. The conditions in which meaningful information can be obtained on AE sources during SCC are described. A review of research studies published up to now in this field proves the interest of this technique for studying SCC mechanisms as well as demonstrating the possibility to perform in situ continuous monitoring of industrial structures. Based on this literature review, are discussed the different AE source mechanisms during SCC and the possibility to detect the corresponding signals.

I. INTRODUCTION

Compte tenu de l'enjeu considérable au niveau économique, sécurité et environnement résultant des problèmes de corrosion sous contrainte dans la pratique industrielle, des efforts de plus en plus importants sont consacrés depuis quelques années au développement de techniques nouvelles permettant de détecter et surveiller la fissuration par corrosion sous contrainte. La plupart des méthodes non destructives conventionnelles nécessitent une inspection longue et coûteuse, surtout si cela entraîne des arrêts de production. Il existe en particulier de nombreux moyens d'investigation ultrasonore permettant la caractérisation des matériaux par propagation d'ondes matérielles au cours de la corrosion : la reflectométrie et spectroscopie ultrasonores, la microscopie ultrasonore, la propagation d'ondes d'interfaces, et l'émission acoustique (EA). Seule l'émission acoustique est une méthode de contrôle passive, car c'est le matériau lui-même qui, sous l'effet d'une sollicitation, génère le signal à analyser. C'est pourquoi cette technique ne présente pas ces inconvénients de durée et de coût d'inspection car on peut surveiller en continu et in situ une structure de grande taille en détectant et localisant uniquement les fissures actives.

La recherche dans ce domaine est relativement récente et remonte à la fin des années 70. Elle s'est surtout développée dans les années 80. Encore aujourd'hui, même si l'intérêt est croissant dans le monde scientifique et industriel, relativement peu d'équipes de recherche, à l'échelle de la planète, ont acquis un bon savoir faire. On peut distinguer deux approches complémentaires: la première consiste à mieux comprendre les mécanismes d'EA et de les modéliser, la seconde est plus empirique et a pour but la constitution d'une base de données à partir de nombreux essais sur des structures industrielles. Dans le domaine des examens non destructifs, l'émission acoustique est maintenant pleinement acceptée aux Etats-Unis, ce qui

n'est pas encore le cas en Europe où elle est considérée trop souvent avec suspicion par méconnaissance des limites de cette technique [1]. C'est pourquoi, avant de rappeler les principaux travaux sur le sujet, il convient de préciser l'intérêt et les difficultés d'utilisation de l'émission acoustique pour étudier la corrosion sous contrainte.

II. INTERETS ET DIFFICULTES D'APPLICATION DE L'EMISSION ACOUSTIQUE A LA CORROSION SOUS CONTRAINTE

Il faut tout d'abord rappeler que l'émission acoustique est un phénomène de création d'ondes élastiques transitoires résultant de microdéplacements locaux internes à un matériau [2]. L'émission que l'on observe en tant que signal électrique par l'intermédiaire d'un capteur et d'une chaîne d'amplification et de filtrage se présente selon deux formes distinctes: l'émission par salves (ou discontinue) pour des signaux transitoires à caractères impulsionnels, et l'émission continue quand il y a superposition d'événements microscopiques peu énergétiques et très fréquents dans le temps.

Il faut ensuite préciser quelles sont les conditions d'observation d'un signal d'émission acoustique:

1. Le mécanisme de déformation doit être irréversible.
 2. Le domaine de fréquence doit être choisi en fonction du signal et de l'événement source que l'on veut observer. Cela nécessite donc une étude spectrale préalable des différentes sources potentielles en présence.
 3. Le microdéplacement local doit être supérieur au seuil de détection des capteurs.
- Si on considère le cas typique d'une fissure dans un acier, la condition de détection en laboratoire peut s'exprimer, moyennant quelques simplifications, de la façon suivante:

$$a^2.V > 5 \text{ m}^3\text{s}^{-1} \quad [3]$$

a^2 étant la surface balayée par la fissure et V la vitesse de propagation de la fissure (cf. figure 1.).

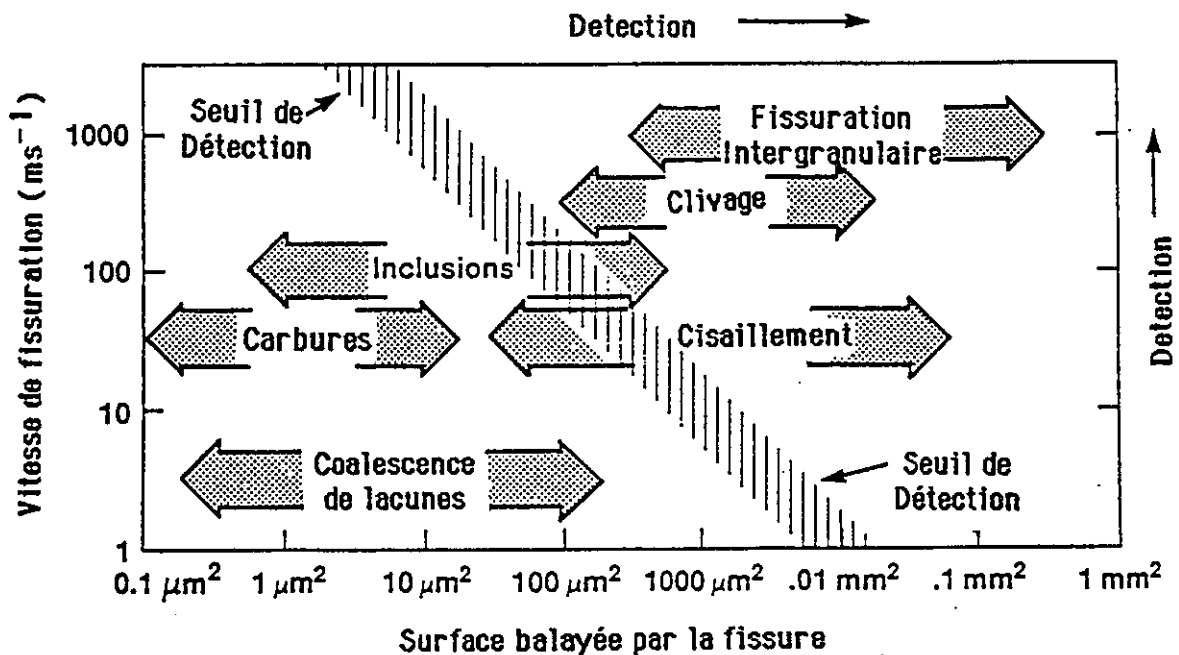


Figure 1 - Carte de détection des signaux d'émission acoustique correspondant aux différents mécanismes microscopiques de rupture des aciers (d'après Eitzen et Wadley [3]).
Figure 1 - An acoustic emission detectability map for steel fracture micromechanisms (Eitzen and Wadley [3]).

L'émission acoustique est, par rapport aux méthodes d'évaluation non destructives conventionnelles comme les ultrasons, une technique extraordinairement sensible, surtout si la vitesse de fissuration est élevée. Si le mode de fissuration est émissif, c'est la méthode d'observation passive la plus adaptée pour obtenir des informations d'ordre dynamique sur un défaut ou une fissure. La limite de détection calculée ci-dessus ne tient évidemment pas compte des bruits parasites particuliers à chaque situation qu'il faut toujours s'efforcer d'éliminer ou de filtrer (spatialement ou fréquentiellement).

Une mise en garde est cependant nécessaire pour éviter tout danger d'utilisation abusive de l'émission acoustique conduisant à des interprétations erronées comme ce fut le cas dans les années 70 faute d'une connaissance suffisante du phénomène physique et aussi à cause de la nature essentiellement qualitative des résultats ne permettant aucune comparaison. En effet, l'essor technologique de l'émission acoustique avait commencé dans les années 60 après en particulier le contrôle des carters de fusées par la N.A.S.A. qui fut couronné de succès. La désillusion des années 70 fut d'autant plus grande que les perspectives envisagées étaient optimistes, voire même démagogiques. Il est apparu que certains types d'acier peu alliés ou aciers doux utilisés pour des capacités à pression pouvaient se fissurer sans qu'aucune émission acoustique ne soit détectée, surtout dans les conditions de bruits rencontrées dans l'industrie [4,5,6]. En l'absence de toute explication théorique, cela a jeté le doute et entamé fortement la crédibilité de l'émission acoustique. En effet, sous des pressions d'ordre commercial, l'application de cette technique sur des structures de grande dimension est passée avant la recherche fondamentale (cf. figure 2.). De plus, les moyens d'acquisition large bande des signaux d'EA, qui sont nécessaires pour faire des mesures quantitatives, n'étaient pas disponibles. Car, seule la numérisation des signaux et leur traitement par une informatique puissante permet une étude complète du phénomène. Depuis les années 80, ont été établies les bases correctes permettant une analyse quantitative des signaux d'émission acoustique. Il faut tout d'abord rappeler que, selon le matériau utilisé, sa microstructure et ses modes de déformation (cf. Tableau 1.), mais aussi la géométrie des échantillons et leur configuration pendant l'essai, chaque système a sa propre réponse en EA. Un travail de caractérisation des différentes sources d'EA possibles est donc nécessaire dans chaque système étudié avant de pouvoir tirer des conclusions significatives.

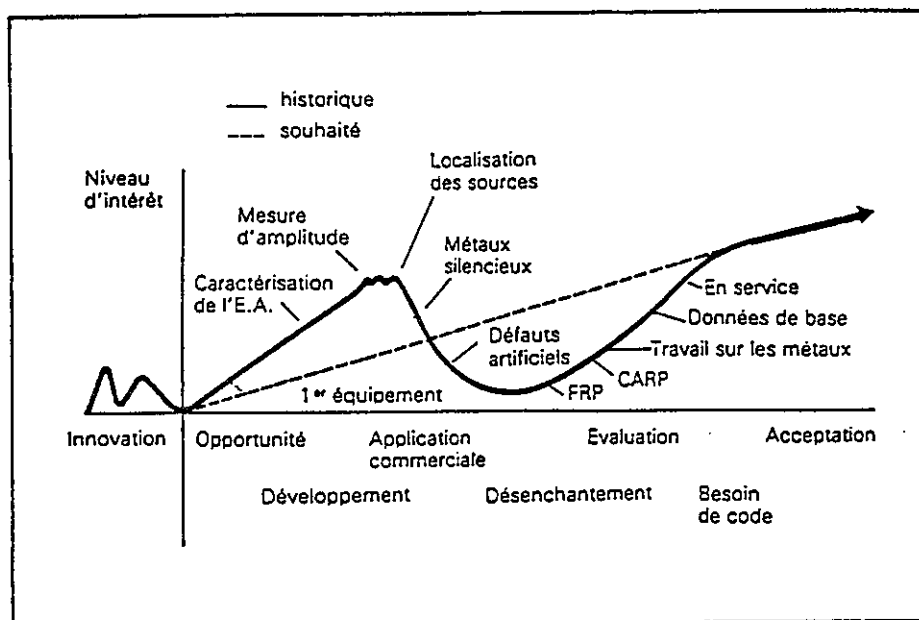


Figure 2 - Processus général de développement d'une technique de contrôle non destructif (d'après Rawlings [7]).

Figure 2 - General development process of a non destructive evaluation technique (Rawlings [7]).

Facteurs favorisant des signaux de grande amplitude	Facteurs entraînant des signaux de faible amplitude
<ul style="list-style-type: none"> - Résistance élevée - Vitesse de déformation élevée - Anisotropie - Hétérogénéité - Epaisseur importante - Tendance à former des macles - Rupture par clivage - Températures basses - Présence de défauts - Transformation martensitique possible - Propagation de fissure - Structure brute de coulée - Structure brute de soudage - Taille de grain élevée 	<ul style="list-style-type: none"> - Résistance faible - Vitesse de déformation faible - Isotropie - Homogénéité - Epaisseur faible - Maclage très difficile - Déformation par cisaillement - Températures élevées - Matériau sans défauts - Transformation de phase contrôlées par un phénomène de diffusion - Déformation plastique uniforme - Structure forgée - Structure détensionnée - Structure a grains fins

Tableau 1 - Principaux facteurs influençant l'émission acoustique d'un matériau (d'après Dunegan et Green [8]).

Table 1 - Factors affecting acoustic emission response from materials (Dunegan and Green [8]).

Le cas de la fissuration ductile, qui a beaucoup freiné l'application de cette technique dans l'industrie, est caractéristique de l'influence considérable du matériau sur l'activité acoustique. On constate en règle générale, une augmentation de l'activité relative avec la limite élastique et une diminution avec la ductilité. Pour les aciers à hautes caractéristiques mécaniques, la plupart des signaux émis sont de grande amplitude et concentrés peu avant la rupture, alors que pour les aciers doux, la propagation des fissures est relativement silencieuse, l'EA survenant essentiellement lors de l'extension de la zone plastique. Cependant, la probabilité d'apparition d'une fissure ductile dans une structure industrielle est actuellement faible grâce d'une part aux progrès importants au niveau de la conception, mais surtout au contrôle de l'absence de défauts (au delà d'une taille critique) par les méthodes non destructives traditionnelles avant la mise en service.

Une liste non exhaustive de sources d'EA possibles peut être dressée: dégagement d'hydrogène, amorçage et/ou propagation de fissures (intergranulaire ou par clivage), transformation de phase sans diffusion (e.g. transformation martensitique, y compris dans la zone plastique par cisaillement ou maclage), rupture du film d'oxyde, décohésion des précipités ou inclusion, piquuration, friction des flans de fissures.

Les informations que peut donner l'émission acoustique sur le phénomène de corrosion sous contrainte sont les suivantes:

1. Détection d'une fissure dans la phase d'amorçage dans certains cas, et/ou de propagation dans d'autres cas.
2. Localisation de la source d'émission acoustique par triangulation entre trois capteurs ou plus.
3. Suivi de l'énergie des signaux en fonction du temps pendant la fissuration pour évaluer l'endommagement.
4. Identification de la source par analyse spectrale ou distribution d'amplitude ou d'énergie des signaux d'EA.

Dans les cas les plus favorables et les plus simples (géométrie, matériau,...), on peut obtenir, par déconvolution, la forme temporelle du signal source [9], donnant en particulier la vitesse de propagation instantanée d'un défaut. Si on dispose de plusieurs capteurs, on peut déterminer l'orientation des dipôles de forces par lesquels la source, supposée ponctuelle, peut être modélisée [3]. Par conséquent, contrairement aux autres techniques de contrôle non destructif, l'émission acoustique ne décrit en aucun cas la géométrie d'un défaut, mais réalise la détection, la localisation et l'évaluation de la gravité des défauts actifs. C'est donc une technique d'évaluation non destructive essentiellement complémentaire et non concurrentielle.

III. REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

Ce paragraphe concerne essentiellement les travaux de recherche en laboratoire sur les différents systèmes alliage-environnement spécifiques de la CSC, auxquels il convient de rajouter les références [10-19] relatives à la corrosion générale ou localisée (piqûres ou crevasse) qui sont intéressantes pour la reconnaissance de signaux provenant de différentes sources possibles. Cette étude a été divisée en plusieurs parties correspondant à différentes classes de matériaux métalliques pour mieux mettre en évidence la spécificité des résultats d'EA en fonction des systèmes étudiés, et ainsi tirer les conclusions adaptées à chaque situation.

III.1. LES ACIERS

Considérons tout d'abord les aciers inoxydables austénitiques AISI 304 ou 316 dont l'utilisation dans les industries chimique et nucléaire posent de graves problèmes de CSC.

Okada, Yukawa et Tamura [20] ont réalisé des essais de corrosion sous contrainte sur des aciers austénitiques (AISI 304) dans une solution 5N H_2SO_4 +5M NaCl à 25°C et des aciers inoxydables ferritiques et martensitiques dans une solution bouillante de $MgCl_2$ (143°C). La fragilisation par l'hydrogène responsable de la CSC pour l'acier inoxydable martensitique donne une activité en EA très élevée par rapport aux autres mécanismes.

Yuyama, Kishi et Hisamatsu [16,17,18] ont étudié par EA la corrosion par crevasse et la CSC des aciers 304 dans une solution 3% NaCl sous différents potentiels électrochimiques et contraintes imposées.

Brihmadesan et McCormic [21] ont montré qu'il était possible de détecter la croissance de fissures par CSC dans un acier inoxydable 304 en atmosphère marine (solution à 3,5% NaCl) quand il est soumis à des sollicitations cycliques.

L'auteur, Mazille et Fleischmann en collaboration avec Pugh et Wadley [22] travaillent sur l'analyse quantitative des signaux d'EA lors de la fissuration transgranulaire par CSC d'aciers inoxydables 304 dans une solution aqueuse de $MgCl_2$ à 145°C sous traction lente ou pulsée, afin d'éclairer le mécanisme et d'envisager une application industrielle de contrôle non destructif sur site.

En ce qui concerne la fissuration par fragilisation par l'hydrogène des aciers à hautes caractéristiques mécaniques, on peut noter un nombre plus important de travaux:

Reuter et Hartbower [23] ont analysé l'EA lors de fissures subcritiques par CSC d'un acier maraging à 18% de nickel dans de l'eau à 21 et 74°C. Soumis à une charge constante, l'échantillon émet périodiquement après un certain temps d'incubation.

Okada, Yukawa et Tamura [24] ont montré que l'on pouvait distinguer par EA, deux mécanismes de CSC: la fragilisation par l'hydrogène et la dissolution anodique le long de chemins préférentiels.

Nakamura, Hagemeyer et Veach [25] ont démontré l'existence de relations entre l'état de contrainte ou la quantité d'hydrogène absorbé et le taux de comptage d'EA dans un acier martensitique (D6aC).

Monden, Murata et Nagumo [26] ont étudié les caractéristiques de l'EA dans les aciers doux et les aciers à hautes caractéristiques mécaniques en fonction du mécanisme de fissuration.

Dunegan et Tetelman [27] ont déterminé par EA l'endommagement par fragilisation par l'hydrogène des aciers 4340 permettant ainsi de prédire et prévenir des ruptures catastrophiques.

Nozue et Kishi [28] ont établi que dans le même système que précédemment, l'énergie cumulée des signaux d'EA était proportionnelle à la surface intergranulaire fissurée.

Chaskelis, Cullen et Krafft [29] ont étudié la propagation des fissures de CSC dans l'acier 4340 en milieu aqueux, établissant une relation entre la vitesse de propagation, le facteur d'intensité de contrainte et le taux de comptage d'événements d'EA.

McIntyre et Green [30] ont travaillé sur divers aciers (817M40, 897M39 et AISI 4340) dans une solution à 3,5% NaCl ou sous atmosphère d'hydrogène à 190-760 torr. L'influence du mode de fissuration et de la taille des grains sur l'activité d'EA a été étudiée. L'EA détectait dans ce cas l'amorçage et la propagation des fissures avec une sensibilité dépassant toutes les autres méthodes.

III.2. LE CUIVRE ET SES ALLIAGES

Susuki et al [31] ont étudié la fissuration transgranulaire sous vitesse d'élongation constante du cuivre pur dans une solution 0,05M NH_4OH à 70°C. Les signaux d'EA sont corrélés avec les variations du potentiel de corrosion ou du courant et sont attribués à la rupture fragile de l'épais film superficiel qui recouvre la surface de rupture jusqu'en fond de fissure.

Sieradski et Newman [32,33] ont démontré qu'il existe une bonne corrélation entre les courants transitoires (à potentiel imposé) et les signaux d'EA lors d'essais de fissuration à allongement constant d'échantillons de laiton alpha ou sur des monocristaux de cuivre pur dans une solution 1M de nitrite de sodium, ce qui prouve l'aspect discontinu de la fissuration par clivage.

Pugh et al [34,35] ont étudié par EA la fissuration transgranulaire du laiton amirauté Cu-30Zn dans une solution "ternissante" 15N d'ammoniaque lors d'un test de flexion à flèche constante. Ils observent une succession d'événements discrets d'EA en accord avec un mécanisme discontinu de propagation des fissures par clivage suivant les plans {110}. Les marques d'arrêt de fissures observées, au microscope électronique à balayage ou par des observations directes au microscope optique, de la propagation des fissures en surface, confirment ce mécanisme discontinu.

III.3. LES ALLIAGES D'ALUMINIUM ET DE MAGNESIUM

Dickson, Blain, Martin et Baïlon [36,37,38] ont étudié la CSC des alliages d'aluminium 2024 et 7075 dans une solution aqueuse à 3,5% NaCl. Le taux d'EA présente une relation de proportionnalité avec la vitesse de propagation des fissures dans le stade II des courbes $\ln V=f(K)$ (K =facteur d'intensité de contrainte). Le même type de source d'EA semble être excité dans les stades I et II, correspondant à des petits sauts périodiques de la fissure.

Bukulin et Malyshev [39] ont pu détecter des fissures bien avant de les observer dans des alliages AlZnMg dans une solution 0,5M NaCl contenant des additions de H_2O_2 et HNO_3 . L'apparition des signaux d'EA semble être corrélée avec les sauts élémentaires de la fissure.

Sugimoto et Sakai [40] ont montré que le comptage d'événements cumulés d'EA permet de détecter l'amorçage de la CSC plus rapidement que le suivi des variations d'allongement de l'échantillon ou de courant pour un alliage AlZnMg dans une solution 1M NaCl.

Pollock et al [41] ont comparé avec des systèmes d'EA identiques, plusieurs couples alliage-environnement sensibles à la CSC ou à la fragilisation par l'hydrogène (alliages base Al ou Mg, laitons, aciers doux), dans le but d'évaluer la possibilité de surveiller par EA la croissance des fissures dans la pratique industrielle.

Chakrapani et Pugh [42,43] ont étudié par EA la propagation de fissures de CSC transgranulaires dans un alliage Mg-7,5%(pds)Al immergé dans une solution aqueuse de NaCl- K_2CrO_4 . Les signaux d'EA discrets traduisent bien la propagation discontinue des fissures par clivage rapide dans des zones préalablement fragilisées par l'hydrogène.

III.4. LES ALLIAGES DE TITANE ET DE ZIRCONIUM

Yuyama, Hisamatsu, Kishi et Kakimi [44,45] ont testé des éprouvettes CT préfissurées en alliage Ti-6Al-4V sous charge constante dans un milieu $\text{CH}_3\text{OH}+0,5\%\text{I}_2$. Il existe une bonne corrélation entre le taux de comptage et la vitesse de fissuration car on retrouve les trois stades des courbes $\ln V=f(K)$. L'EA confirme le caractère discontinu de la fissuration.

Koch et al [46] ont étudié la fissuration par CSC de l'alliage Ti-8Al-1Mo-1V dans une solution de NaCl et dans une atmosphère d'hydrogène. L'EA prouve que la fissuration est discontinue, ce qui suggère un mécanisme de formation et rupture successives de phase hydrure.

Cox [47] a étudié l'EA d'échantillons de Zircaloy* dans divers milieux: solution $\text{CH}_3\text{OH}-1\%\text{HCl}$, solution $\text{CH}_3\text{OH}-1\%\text{I}_2$, solution 5% NaCl à 25°C et un mélange de sels (I^- , NO_3^-) à 300°C. Deux types d'EA ont été détectés. L'émission continue peut provenir du processus de dissolution électrochimique ou des mouvements de dislocations, alors que l'émission par salves résulte soit de la propagation discontinue d'une fissure fragile, soit du maclage du métal hexagonal, soit enfin de la rupture de l'oxyde superficiel.

* Nom commercial

III.5. LES ALLIAGES D'URANIUM

Magnani [48] a suivi par EA la propagation de la fissuration de l'alliage U-4,5%(pds)Nb dans l'air, l'oxygène et la vapeur d'eau. Une excellente corrélation a été trouvée entre la vitesse de fissuration et le taux de comptage d'EA.

Mah et al [49] ont confirmé ces résultats en utilisant le même alliage dans une solution aqueuse saturée en oxygène et contenant des ions chlorures lors d'un test de flexion quatre points.

Bedere et Miannay [50] ont détecté de l'EA provenant de la fissuration par CSC ainsi que la déformation plastique de l'alliage U-10%(pds)Mo placé dans l'air ambiant. Contrairement aux tests précédents l'EA ne semble pas dépendre uniquement du facteur d'intensité de contrainte.

IV. DISCUSSION SUR LES SOURCES D'EA EN CSC

La détection et la caractérisation des sources d'EA sont capitales pour comprendre et analyser un phénomène aussi complexe que la CSC, mais, dans ce domaine, toute comparaison quantitative entre les différents travaux publiés est impossible étant donné la diversité des systèmes utilisés. On peut cependant qualitativement tirer quelques conclusions basées en particulier sur l'amplitude maximum des signaux d'EA obtenus sur des échantillons en laboratoire avec des capteurs PZT conventionnels.

Le dégagement d'hydrogène apparaît comme l'une des sources d'EA les plus importantes pendant la CSC. La réaction cathodique prédominante est souvent la réduction de l'hydrogène. Le mécanisme source n'est pas encore très clair, mais les phénomènes suivants peuvent produire, selon les alliages, un signal d'énergie suffisante: formation de bulles d'hydrogène, absorption et désorption d'hydrogène, cloque d'hydrogène gazeux précurseur de piquuration, formation d'hydrure.

Par contre, l'expérience montre que la dissolution anodique d'un métal ne donne pas d'EA assez énergétique pour être détectée.

La rupture mécanique d'un film passif ne donne des signaux de relativement haute amplitude que si l'épaisseur du film est de l'ordre d'un micromètre. Si au contraire elle est de l'ordre de quelques nanomètres, les signaux d'EA ne sont pas détectables.

Dans la zone plastique en fond de fissure, plusieurs phénomènes sources sont détectables. Les mouvements coopératifs de dislocations donnent de l'EA continue mais de faible amplitude. Par contre la déformation par maillage produit des salves d'EA dont l'amplitude est plus importante. Dans les aciers inoxydables austénitiques métastables, comme les nuances 304 et 316, la pénétration d'hydrogène ou l'écrouissage peuvent provoquer une transformation martensitique qui est une source d'EA détectable. La rupture ou la décohésion d'inclusions, en particulier en fond de fissure, est une source d'EA importante mais l'amplitude des signaux dépend beaucoup de la taille, l'orientation et la géométrie de ces inclusions.

La microfissuration dans une zone plastique, observée au stade d'amorçage d'une fissure, est une source d'EA détectable dans certains systèmes.

La propagation d'une fissure de CSC est une source importante d'EA, mais l'énergie des signaux dépend beaucoup de la microstructure du matériau, de la triaxialité des contraintes, etc.. De plus, une relation quantitative existe entre l'EA et la surface fissurée correspondant à l'événement source. Par conséquent, selon le matériau et le mode de fissuration, la fissuration sera une source d'EA de grande énergie ou d'énergie relativement faible. En effet, le cas des aciers est caractéristique de la diversité des émissivités pendant la propagation d'une fissure. Pour ce qui est des aciers inoxydables austénitiques ou des aciers peu alliés, les salves d'EA sont de relativement faible amplitude. Il faut donc une grande sensibilité de la chaîne d'acquisition d'EA et/ou des sollicitations dynamiques rapides pour bien caractériser l'endommagement du matériau. Par contre, la fissuration des aciers à hautes caractéristiques mécaniques, notamment quand le mécanisme de fragilisation par l'hydrogène est actif, donne des signaux de grande énergie. Entre ces deux extrêmes, on peut tenter de classer d'autres alliages à base Cu, U, Al, Zn, Zr et Ti par émissivité croissante, mais ce classement dépend énormément de la microstructure, des éléments d'alliage, etc..

Certains travaux de recherche montrent que l'EA correspondant à la propagation des fissures autorise l'identification du mécanisme de fissuration. Par exemple, la fragilisation par l'hydrogène est un mécanisme beaucoup plus émissif que la plupart des autres mécanismes de CSC. D'autre part, certains résultats laissent penser qu'une distinction entre la CSC transgranulaire et la CSC intergranulaire est possible. En ce qui concerne la fissuration par

CSC transgranulaire, l'EA a permis d'établir que le processus de propagation était discontinu, en corrélation avec d'autres paramètres comme le potentiel de corrosion ou les courants transitoires à potentiel imposé. De plus, l'existence de relations entre la vitesse de propagation, le facteur d'intensité de contrainte et certains paramètres d'EA a été mise en évidence à plusieurs reprises. Enfin, des critères d'endommagement d'un matériau par CSC peuvent être calculés à partir de l'analyse et du traitement des signaux d'EA.

V. CONCLUSION

L'émission acoustique est donc potentiellement un outil très puissant. Elle permet, en recherche, d'éclairer sous un jour nouveau le mécanisme d'amorçage ou de propagation des fissures de corrosion sous contrainte. Dans la pratique industrielle, elle autorise la surveillance in situ et en continu de structures stratégiques. Il est à noter que la plupart des travaux de recherche sont effectués par des équipes japonaises et américaines qui ont compris rapidement l'importance et les possibilités de l'EA. Mais certains travaux au niveau européen et en particulier en France ont été lancés récemment pour combler le retard.

Néanmoins ce potentiel séduisant ne doit pas cacher les difficultés dues aux limites de la technique et aux dangers d'interprétations trop hâtives. Il faut tout d'abord réduire et discerner les bruits extérieurs des signaux d'EA détectables. Ceci se fait couramment par filtrage spatial en rejetant tout ce qui ne provient pas de la zone d'intérêt. Cela peut aussi se faire en analysant les caractéristiques des signaux: forme de l'onde, spectre en fréquence, etc. L'avantage de cette dernière démarche est aussi de discriminer les sources d'EA excitées, si une étude préalable a permis de caractériser chacune des sources en présence. Ce n'est que dans de telles conditions que l'analyse des données d'EA permet une interprétation qualitative, voire quantitative, correcte du phénomène de CSC, ouvrant alors des horizons prometteurs aussi bien pour la recherche que pour l'industrie.

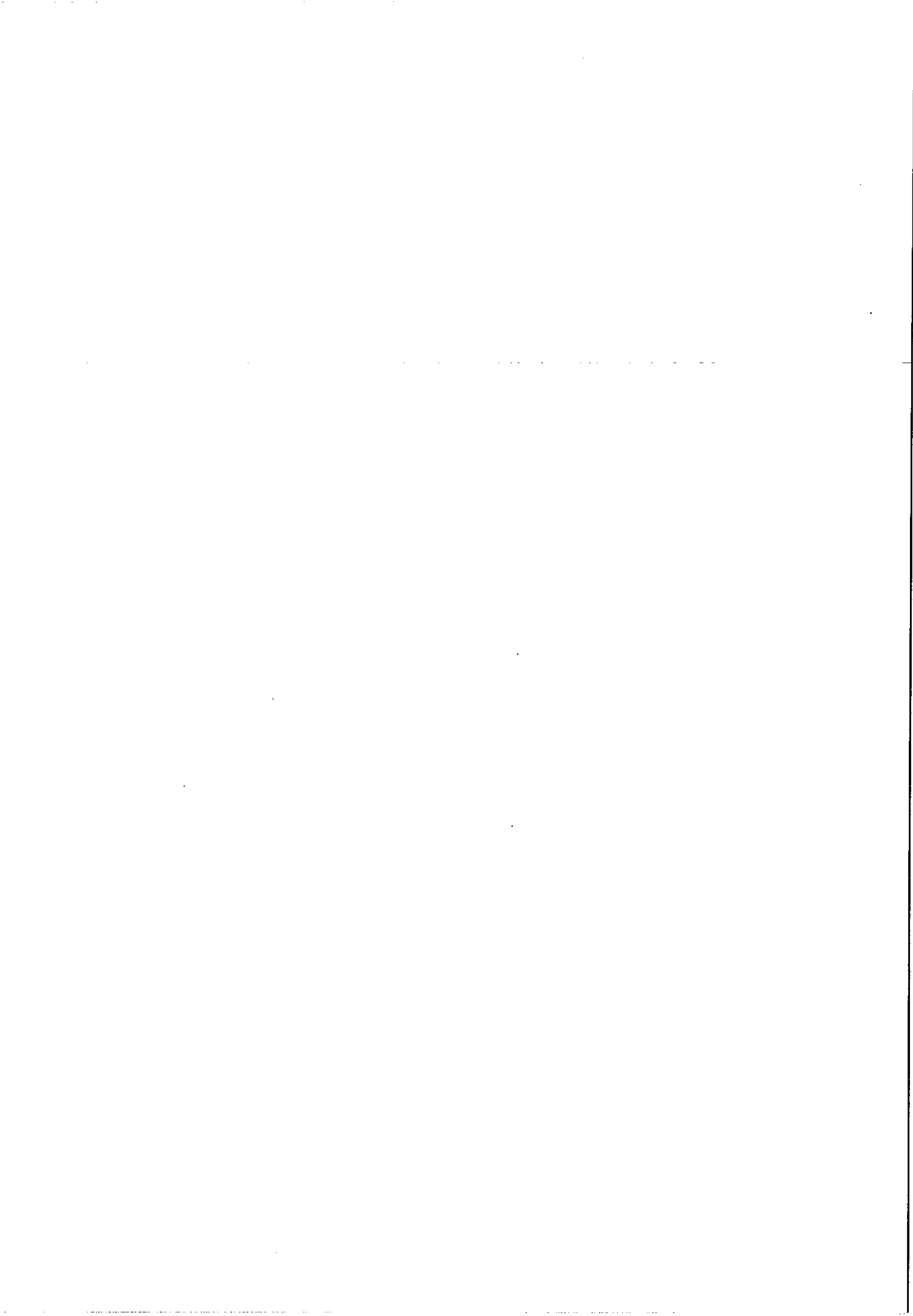
VI. REMERCIEMENTS

Cette étude a été effectuée grâce au soutien financier de Rhône-Poulenc Industrialisation dans le cadre d'une préparation doctorale (Prfs. H.Mazille et P.Fleischmann), dont une partie s'est déroulée dans les groupes corrosion et NDE du National Bureau of Standards, Gaithersburg MD20899 USA.

VII. REFERENCES

- [1] J.Roget: "Application Actuelles et Perspectives en Emission Acoustique", CETIM-Information, N° 103 (Décembre 1987) p 48.
- [2] Norme AFNOR, NF A 09-350.
- [3] D.G.Eitzen, H.N.G.Wadley: *NBS Journal of research*, vol.89, N° 1 (1984) p75.
- [4] T.Ingham, A.L.Scott, A.Cowan: *Inst. J. Pressure Vessels Piping*, vol.2, N° 1 (1974) p31.
- [5] T.Ingham, A.L.Scott, A.Cowan: *ibid.*, vol.3 (1975) p267.
- [6] R.G.Bentley, D.G.Dawson, D.J.Hanley, N.Kirby: papier C209/76, "Proc. Conf. Periodic Inspection of Pressure Vessels", I. Mech. E., Londres (1976).
- [7] J.G.Rawlings: "ASME Acoustic Emission Code Status", Acoustic Emission édité par R.W.Nichols, Applied Science Publishers Ltd., Londres (1975).
- [8] H.L.Dunegan, A.T.Green: "Factors Affecting Acoustic Emission Response from Materials", *Materials Research and Standards*, vol.2, N° 3.
- [9] J.A.Simmons, R.B.Clough: Theory of Acoustic Emission, "Proc. Int. Conf. Dislocation Modeling Physical Systems", édité par J.Hirth et M.Ashby, *Scripta Met.* (1981).
- [10] T.W.Retting, M.J.Felsen: *Corrosion*, vol.32 (1976) p121.
- [11] F.Mansfeld, P.J.Stocker: *Corrosion*, vol.35 (1979) p541.
- [12] J.M.Rodgers: Proc.5th Intern.AE Symp.Tokyo (1980) p537.
- [13] V.A.Druchenko, V.M.Navakovskii, A.K.Chirva, G.I.Khanukov, A.M.Berdnikov: *Prot. of Metals*, vol.13 (1977) p236.
- [14] I.G.Scott, L.Wilson: *Australia Corros. Eng.*, vol.23 (1979) p9.
- [15] I.G.Scott: Proc.9th World Conf.NDT, Melbourne Australia (1979).
- [16] S.Yuyama, T.Kishi, Y.Hisamatsu: *J Acoustic Emission*, vol.2, N° 1/2 (1983) p71.

- [17] S.Yuyama, T.Kishi, Y.Hisamatsu: *Tetsu-to-Hagane (J.Iron and Steel Inst.Japan)*, vol.68 (1982) p2019.
- [18] S.Yuyama, Y.Hisamatsu, T.Kishi, H.Nakasa: Proc.5th intern. AE Symp.Tokyo (1980) p115.
- [19] O.Takano, K.Ono: Proc.2nd Intern. AE Symp. Tokyo (1974) 6-3.
- [20] H.Okada, K.Yukawa, H.Tamura: *Corrosion*, vol.30 (1974) p253.
- [21] J.S.Brihmadessam, N.J.McCormic: *Nuclear Technology*, vol.29 (1976) p127.
- [22] R.P.Rothéa, H.Mazille, P.Fleischmann, E.N.Pugh, H.N.G.Wadley: Travaux non publiés au NBS, Gaithersburg Md20899 et à l'INSA de Lyon, 69621 Villeurbanne Cedex.
- [23] W.G.Reuter, C.E.Hartbower: *Eng.Fract.Mech.*, vol.3 (1971) p493.
- [24] H.Okada, K.Yukawa, H.Tamura: *Corrosion*, vol.32 (1976) p201.
- [25] Y.Nakamura, J.W.Hagemeyer, C.L.Veach: ERR-FW-1185 General Dynamics, Convair Aerospace Division, Fort Worth, Texas (1971).
- [26] Y.Monden, T.Tamura, J.Nagumo: Proc.4th Intern. AE Symp. (1978) Tokyo, 6-1.
- [27] H.L.Dunegan, A.S.Tetelman: *Intern.J.Eng.Fract.Mech.*, vol.2 (1971) p387.
- [28] A.Noze, T.Kishi: *J.Acoustic Emission*, vol.1 (1982) p1.
- [29] H.H.Chaskelis, W.H.Cullen, J.M.Kraft: ASTM STP 559, p31 (1974).
- [30] P.McIntyre, G.Green: *Br.T.Non-Dest.Test.*, vol.20 (1978) p135.
- [31] Y.Susuki, S.Tsujijawa, Y.Hisamatsu: *Corrs.Eng.(Boshoku Gijutsu)*, vol.25 (1976) p155.
- [32] R.C.Newman, K.Sieradski: *Scripta metallurgica*, vol.17 (1983) p621.
- [33] K.Sieradski, R.L.Sabatini, R.C.Newman: *Met. Trans.* (in press 1984).
- [34] J.A.Beavers, E.N.Pugh: *Met. Trans. A*, 11A (1980) p809.
- [35] D.V.Beggs, M.T.Hahn, E.N.Pugh: in Proceedings, A.R.Troiano Honorary Symp. on Hydrogen Embrittlement and SCC, ASM, Cleveland, 1980 (in press).
- [36] J.Blain, J.Masounave, J.I.Dickson: *Canadian Metal. Quart.*, vol.23, N°1 (1984) p51.
- [37] J.I.Dickson, P.Martin, J.-P.Baïlon: *Materials Science & Engineering*, 58 (1983) L5.
- [38] P.Martin, J.I.Dickson, J.-P.Baïlon: *Mat. Sci. Eng.*, 69 (1985) L9.
- [39] A.V.Bukulin, N.Malysher: *Prot. Met.*, vol.14 (1978) p157.
- [40] K.Sugimoto, M.Sakai: Proc. Symp. on SCC & HE (the Japan Institute of Metals), Fukuoka (1980) p99.
- [41] W.J.Pollock, D.Hardie, N.J.H.Holroyd: *Br. Corrosion J.*, vol.17, N°3 (1982) p103.
- [42] D.G.Chakrapani, E.N.Pugh: *Met. Trans. A*, 6A (1975) p1155.
- [43] D.G.Chakrapani, E.N.Pugh: *Met. Trans. A*, 7A (1976) p173.
- [44] S.Yuyama, Y.Hisamatsu, T.Kishi, T.Kakimi: Boshoku Gijutsu (*J. Japan Soc. Corr. Eng.*), vol.30 (1981) p684.
- [45] S.Yuyama, T.Kishi, Y.Hisamatsu, T.Kakimi: *J. Ac. Emission*, vol.2, N°1/2 (1983) p19.
- [46] G.H.Koch, A.J.Bursle, R.Liu, E.N.Pugh: *Met. Trans.*, 12A (1981) p1883.
- [47] B.Cox: *Corrosion*, vol.30 (1974) p191.
- [48] N.J.Magnani: *Experimental Mechanics*, December (1973) p526.
- [49] R.Mah, R.L.Kochen, M.Macki: RFP-2351, Rockwell International Rocky Flats Plant, Golden, Colorado, Dec.15 (1975).
- [50] D.Bedere, D.Miannay: *J. Nuclear Materials*, vol.48 (1973) p183.



**CALCUL DES CONTRAINTES MICROSCOPIQUES
DANS UN BARREAU COMPOSITE EN FLEXION TROIS POINTS.
PREVISION DE L'ENDOMMAGEMENT.**

François DEVRIES - Françoise LENE

Laboratoire d'Acoustique et Mécanique (U.A. 868 du C.N.R.S.)
Groupe "Modélisation et Calcul"
Université Pierre et Marie Curie
Tour 66, 5^{ème} étage, 4 place Jussieu
75252 Paris Cedex 05

Résumé

L'objectif de cette étude est de proposer un modèle d'endommagement, pour un composite unidirectionnel soumis à une expérience de flexion trois points. La démarche adoptée consiste à utiliser la technique d'homogénéisation des milieux périodiques pour obtenir, dans une première partie, le champ des contraintes en tout point de la microstructure. Cette analyse fait apparaître deux types possibles d'endommagement dont un par rupture de fibres. Pour ce dernier, on présente, dans une deuxième partie, un modèle de milieu endommagé à deux paramètres.

**COMPUTATION OF LOCAL STRESSES IN A MONODIRECTIONAL
COMPOSITE BEAM SUBJECTED TO THREE-POINT LOADING.
PREDICTION OF DAMAGE.**

Abstract

The purpose of this study is a description of damage in a monodirectional composite structure subjected to three-point loading. The homogenization technique for periodic media is used to obtain, first, the field of microstresses at any point of the structure. Two possible types of damage may be expected, one of them involving ruptures of fibers. For that one, a two parameters damage model is, then, presented.

I. INTRODUCTION

Menée en liaison avec la Régie Renault, cette étude est relative à la prévision du comportement en fatigue d'une lame d'amortisseur réalisée en composite unidirectionnel verre-epoxy. Elle s'est donnée pour objectif de développer un modèle d'endommagement local permettant de décrire l'évolution des caractéristiques élastiques de la lame au cours du cyclage en liaison avec une étude expérimentale développée en [1], [2]. La démarche adoptée consiste à utiliser la technique d'homogénéisation des milieux périodiques [8], pour calculer

- i) la loi de comportement du milieu homogène mécaniquement équivalent au composite,
- ii) les tenseurs de concentration de contraintes [3], quantités reliant linéairement les contraintes microscopiques aux contraintes globales.

L' étude présentée ici comprend deux parties.

Au **paragraphe II**, après homogénéisation du composite, on propose un calcul tridimensionnel du champ de contraintes macroscopiques dans l'échantillon soumis au chargement de flexion trois points. Puis, par un processus de localisation, on en déduit une analyse du champ des contraintes microscopiques. Cette analyse fait apparaître deux types possible d'endommagement : l'un par fissuration de la matrice, l'autre par ruptures de fibres.

La seconde partie, qui fait l'objet du **paragraphe III**, consiste en la construction d'un modèle d'endommagement prenant en compte exclusivement la rupture des fibres, phénomène déterminant pour le dimensionnement de la pièce. Les paramètres d'endommagement retenus sont, d'une part la densité de rupture d'une fibre et d'autre part le taux de fibres rompues dans une section. La loi de comportement macroscopique du milieu est calculée pour différentes valeurs de l'endommagement. Elle est déterminée par la connaissance des coefficients de comportement, eux-même fonctions des paramètres de dommage retenus. Pour des degrés d'endommagement divers nous pouvons également étudier la redistribution des contraintes au sein de la microstructure hétérogène.

II. ANALYSE DU CHAMP DE MICROCONTRAINTES DANS LE BARREAU

Utilisant l'hypothèse que la structure du composite étudié est périodique et que cette période est petite par rapport aux dimensions du milieu on utilise la technique de l'homogénéisation des milieux périodiques. Cette méthode permet d'obtenir le comportement homogénéisé de composites à constituants élastiques, visco-élastiques ou visco-plastiques [8], [9], [10], ainsi qu'une approximation des efforts supportés par les différents constituants de la microstructure [3], [4].

II. 1. LE COMPORTEMENT HOMOGENEISE

La technique est la suivante : on impose à la cellule de base Y une contrainte dite "macroscopique" Σ , et on recherche le champ de déformations microscopique $e(u)$ et le champ de contraintes microscopiques σ , solutions de :

$$(1) \quad \left\{ \begin{array}{l} \text{div } \sigma = 0 \quad \text{dans } Y \\ \sigma = a e(u) \quad \text{dans } Y \\ e(u) \quad Y\text{-périodique} \\ \sigma(n) \quad Y\text{-antipériodique} \\ \\ \langle \sigma \rangle = \frac{1}{|Y|} \int_Y \sigma \, dy = \Sigma \end{array} \right.$$

Les rigidités homogénéisées Q sont alors les quantités reliant les contraintes macroscopiques aux déformations dites "macroscopiques" $E = \langle e(u) \rangle$, soit :

$$\Sigma = Q E \quad \Leftrightarrow \quad E = Q^{-1} \Sigma .$$

Nous supposons ici les constituants élastiques, homogènes et isotropes, les liaisons entre constituants parfaites, enfin que la période de base ne comporte ni trou, ni fissure.

Les fibres sont supposées de section circulaire et régulièrement réparties aux sommets d'un réseau de triangles équilatéraux. Dans ce cas, en utilisant les propriétés d'invariance matérielle par rotation et symétrie de la cellule, on montre [8] que le comportement homogénéisé équivalent est isotrope transverse, le tenseur des souplesses homogénéisées étant déterminé par cinq coefficients anisotropes indépendants :

$$E_1, E_3, \nu_{12}, \nu_{31}, G_{13}, \left(2G_{12} = E_1 / (1 + \nu_{12}) \right) .$$

Le composite unidirectionnel choisi est un composite fibre de verre-résine époxy. La fraction volumique en fibres est de 60 %. Afin d'accorder au mieux les valeurs numériques des différents modules de comportement équivalent avec les valeurs expérimentales, nous avons retenu les valeurs suivantes des caractéristiques élastiques des constituants :

$$E_{\text{fibre}} = 72\,000 \text{ MPa} \quad \nu_{\text{fibre}} = 0,1 \quad E_{\text{résine}} = 3\,900 \text{ MPa} \quad \nu_{\text{résine}} = 0,4$$

Le calcul des coefficients homogénéisés fournit alors :

$$\begin{array}{llll} E_1 = 16366 \text{ MPa} & E_3 = 44949 \text{ MPa} & \nu_{12} = 0.455 & \nu_{31} = 0.212 \\ G_{12} = 5548 \text{ MPa} & G_{13} = 4930 \text{ MPa} . & & \end{array}$$

La résolution du problème (1), permet de relier les contraintes microscopiques σ aux contraintes globales Σ . Par des techniques de développements asymptotiques, on montre [9] que σ constitue une approximation du champ de contraintes qui régit au sein du composite. Au champ Σ on peut associer ainsi le champ des contraintes en tout point de la microstructure.

II. 2. LE CHAMP DE CONTRAINTES MACROSCOPIQUES

Le milieu composite que nous venons d'homogénéiser est utilisé pour réaliser une éprouvette cylindrique de section rectangulaire, l'axe de ce barreau coïncidant avec l'axe des fibres (cf. fig.1). Cette structure est soumise à une flexion trois points perpendiculaire à l'axe des fibres; on notera F l'effort transversal appliqué.

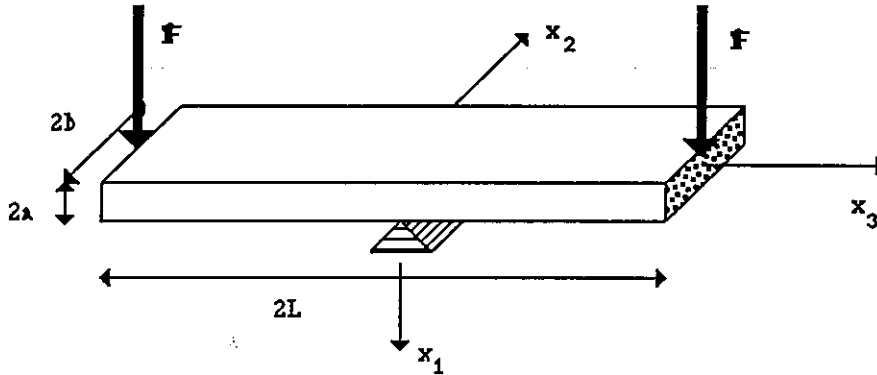


Figure 1

Substituons à ce milieu composite une structure homogène anisotrope "équivalente" au sens du paragraphe II.1 et calculons les efforts engendrés dans ce barreau par le chargement de flexion imposé. Pour ce faire, deux types d'approximation ont été utilisées.

i) La première méthode consiste à rechercher une solution explicite approchée de ce problème (cf.[3] , [5]), en superposant 3 champs de contraintes élémentaires. Notons que le champ de contraintes obtenu est de la forme $\Sigma_{ij} = 0$ sauf $\Sigma_{13}(x_1, x_2)$, $\Sigma_{23}(x_1, x_2)$, $\Sigma_{33}(x_1, x_3)$ et que cette solution est d'autant plus valable que l'on s'éloigne des points d'application des efforts. Or, une bonne compréhension des mécanismes d'endommagement du composite, nécessite de disposer d'une bonne approximation du champ de contraintes macroscopiques sous le poinçon, en peau tendue. C'est la raison pour laquelle nous avons entrepris de résoudre le problème de la flexion trois points par voie numérique.

ii) Méthode numérique : calcul tridimensionnel

Nous supposons que le poinçon sur lequel repose le barreau est indéformable et fixe, que le contact est établi dans une région définie par $-\xi \leq x_3 \leq \xi$ et qu'il a lieu sans glissement. L'effort transversal est schématisé par une densité surfacique d'effort constante sur la face $x_3 = \pm L$.

Utilisant les propriétés de symétrie de la figure et du chargement considéré, le problème à résoudre consiste à trouver la solution (u, Σ) du problème suivant posé (cf. fig. 2) sur le quart du barreau

$$\Omega = [-a, +a] \times [-b, 0] \times [0, L] :$$

$$(2) \left\{ \begin{array}{ll} \operatorname{div} \Sigma = 0 & \text{dans } \Omega \\ \Sigma = Q \varepsilon(u) & \text{dans } \Omega \\ \Sigma(n) = 0 & \text{sur les faces } (x_1 = -a), (x_2 = -b), (x_1 = a, x_3 > \xi) \\ \Sigma(n) = \Sigma^o = (1,0,0) & \text{sur la face } (x_3 = L) \\ u_N = 0, \Sigma_T = 0 & \text{sur les faces } (x_2 = 0), (x_3 = 0), (x_1 = a, x_3 \leq \xi) \end{array} \right.$$

Ce problème a été résolu par la méthode des éléments finis et utilisation du code MODULEF. Le maillage utilisé est constitué d'hexaèdres et l'élément fini choisi est quadratique par rapport aux variables d'espace. On trouvera sur les figures 3 et 4 les représentations tridimensionnelles des évolutions des contraintes Σ_{22} et Σ_{33} en peau tendue. On peut constater sur ces résultats que:

- la contrainte de traction parallèle à l'axe du barreau est en bon accord avec celle fournie par la méthode analytique simplifiée et, en peau tendue au voisinage du plan de symétrie $x_3 = 0$, elle est nettement prépondérante par rapport aux autres contraintes induites par le chargement.

- contrairement à la solution analytique, la solution numérique conduit à l'existence d'autres contraintes dans cette région, notamment à l'existence d'une contrainte Σ_{22} dont le maximum n'est que dix fois plus petit que le maximum de la contrainte de traction.

- Faute de place, nous n'avons pas représenté ici les contraintes de cisaillement; quoique non nulles en peau tendue, elles restent petites par rapport aux autres efforts engendrés.

II. 3. LOCALISATION DES MICROCONTRAINTES

Il est maintenant possible de descendre au niveau des hétérogénéités et d'y calculer les contraintes microscopiques induites par les contraintes globales de flexion trois points.

Une représentation de ces contraintes sous le point macroscopique le plus sollicité $(-a, 0, 0)$ est donnée par la figure 5. A partir de ces résultats il apparaît que la microstructure est essentiellement sollicitée suivant des modes de traction. La résine subit une contrainte de traction suivant une direction perpendiculaire aux fibres et au chargement macroscopique, alors que la fibre est sollicitée en traction parallèlement à son axe. Cette contrainte de traction est pratiquement uniforme dans la fibre et 1,6 fois plus grande que la macrocontrainte qui la génère. Ainsi, connaissant la valeur de la contrainte de rupture en traction d'une fibre de verre (environ 3400 MPa) on peut calculer la valeur du chargement pour laquelle auront lieu les premières ruptures de fibres : elles apparaîtront en peau tendue du barreau lorsque la densité d'effort surfacique de flexion atteindra 36.9 MPa, soit un effort de flexion de 8800 N, ce qui est en accord avec les expériences d'émission acoustique effectuées.

Les résultats obtenus font également apparaître deux types d'endommagement susceptibles de se développer au sein de la pièce composite : endommagement par microfissuration de la matrice et endommagement par ruptures de fibres.

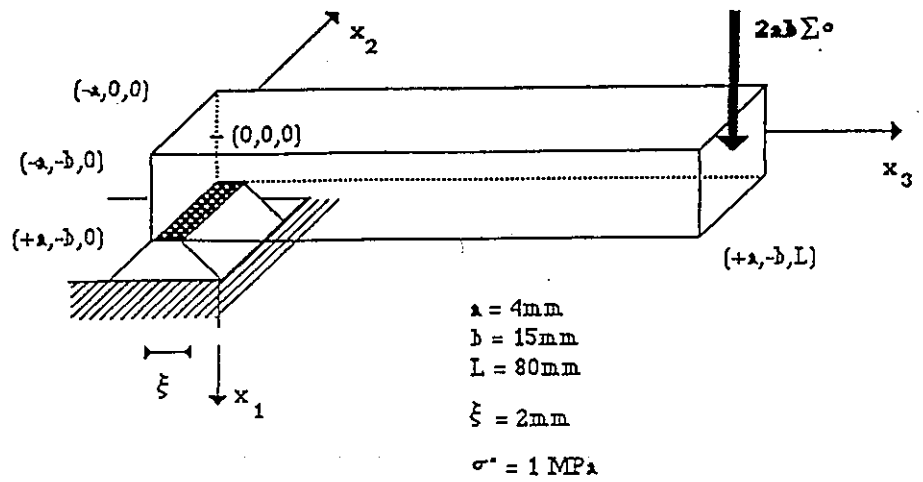
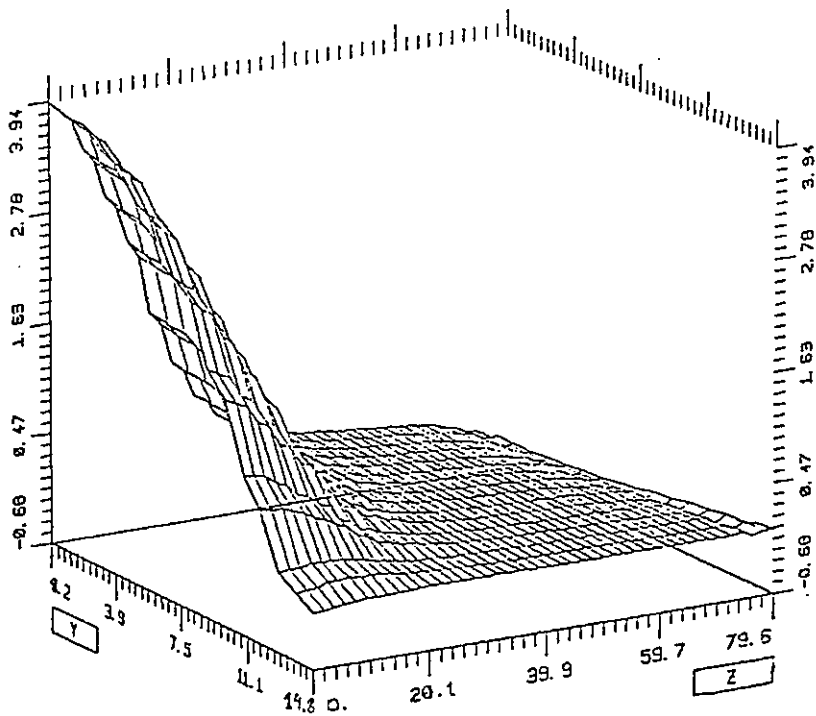


Figure 2

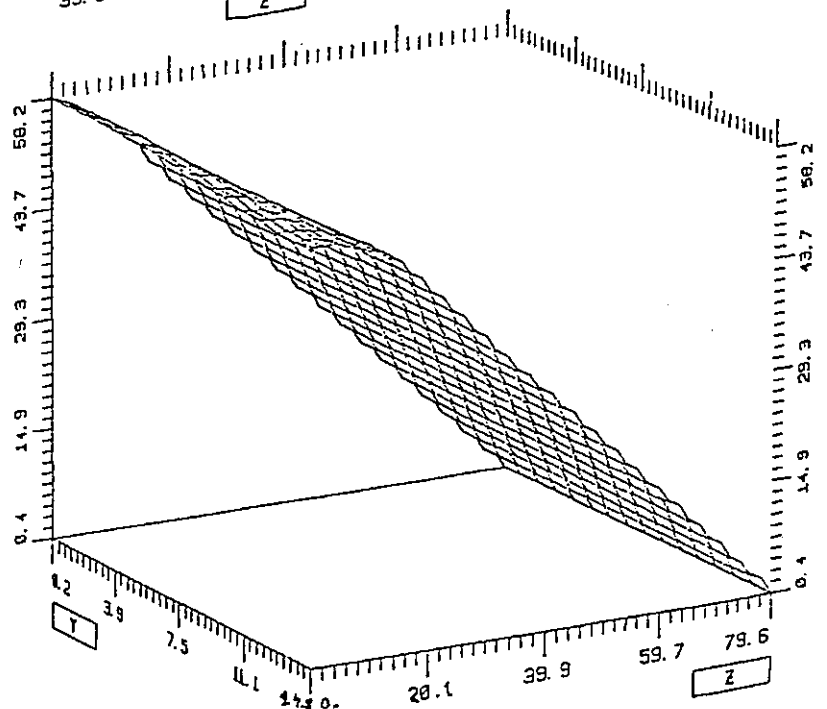


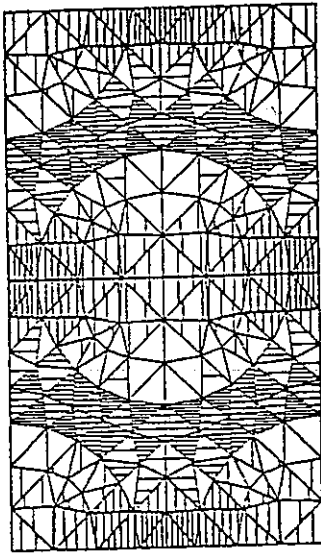
Evolution de la contrainte
macroscopique Σ_{22}
en peau tendue

Figure 3

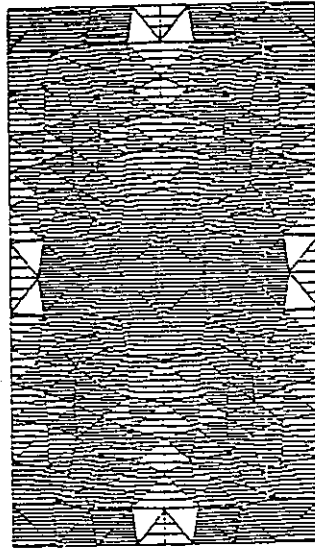
Evolution de la contrainte
macroscopique Σ_{33}
en peau tendue

Figure 4

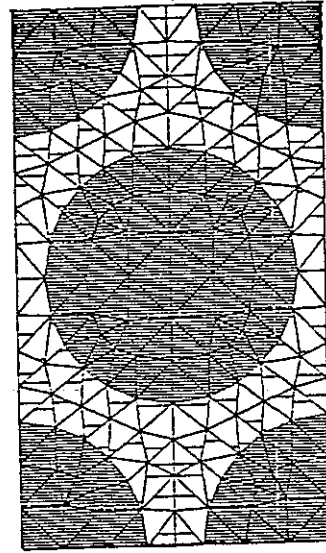




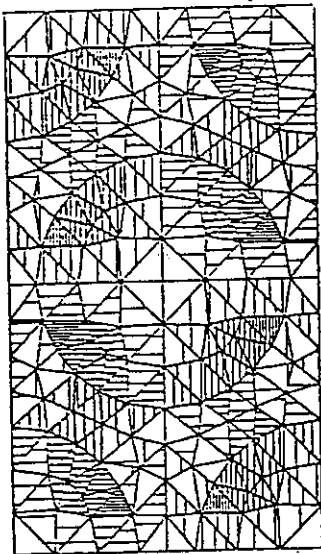
$$-2.96 \text{ MPa} \leq \sigma_{11} \leq 4.82 \text{ MPa}$$



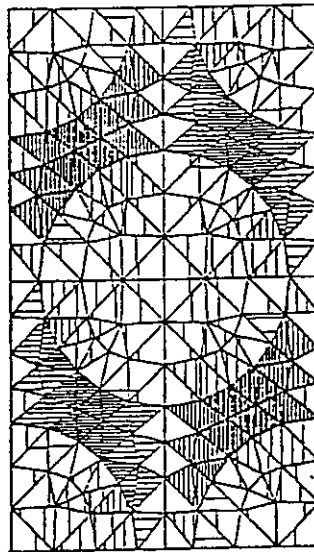
$$0. \leq \sigma_{22} \leq 5.56 \text{ MPa}$$



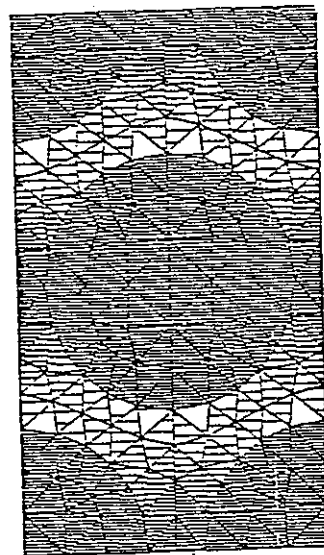
$$0. \leq \sigma_{33} \leq 92.2 \text{ MPa}$$



$$-1.48 \text{ MPa} \leq \sigma_{12} \leq 1.48 \text{ MPa}$$



$$0. \leq \sigma_{13} \leq 0.37 \cdot 10^3 \text{ Pa}$$



$$-0.15 \cdot 10^3 \text{ Pa} \leq \sigma_{23} \leq 0.13 \cdot 10^3 \text{ Pa}$$

Champ de contraintes microscopiques induites au point $(-3.77, 0.22, 0.22)$
 par le champ de contraintes macroscopiques

$$\Sigma = \begin{pmatrix} 0.065 & 0.0023 & 0.0027 \\ & 3.94 & -0.0001 \\ & & 58.89 \end{pmatrix} \text{ MPa}$$

Figure 5

III. UN MODELE DE COMPORTEMENT ENDOMMAGE PAR RUPTURES DE FIBRES

Sans exclure le rôle joué par la microfissuration de la résine dans le processus de tenue en fatigue du composite, nous proposons un modèle qui prend en compte exclusivement les ruptures de fibres, phénomène qui nous paraît prépondérant pour le dimensionnement de la pièce.

Si l'on analyse ce phénomène, on constate que deux paramètres interviennent essentiellement : la densité de rupture d'une fibre et le taux de fibres rompues dans une section.

III.1. UN PREMIER MODELE DE MILIEU ENDOMMAGE

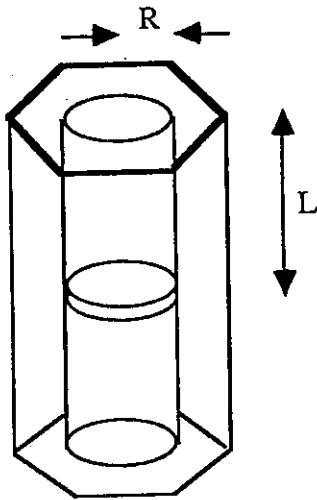


Figure 6

Nous supposons que le milieu est obtenu par reproduction d'une "cellule de base" qui dans ce cas sera 3-D et représentée sur la figure 6 ci-contre. C'est un prisme à base hexagonal, de hauteur $2L$ contenant deux morceaux d'une fibre de section circulaire de rayon R , la cassure de la fibre étant située dans le plan $y_3 = 0$ et schématisée par une cavité de très petite hauteur, libre de contraintes. La quantité $2L$ représente donc la hauteur de la fibre saine et le paramètre d'endommagement retenu est $D_1 = R/L$. Ainsi, lorsque L tend vers l'infini, D_1 tend vers 0 et le milieu est non endommagé, ses fibres ne sont pas cassées. Inversement, lorsque L prend des valeurs petites, le comportement effectif sera voisin de celui d'une résine percées de cavités cylindriques de rayon R .

Les problèmes (1) à résoudre pour calculer les coefficients homogénéisés associés sont alors tri-dimensionnels. De nouveau, en raisonnant sur les invariances matérielles par rotations et symétries que présente la cellule de base, on montre que le comportement homogénéisé obtenu est isotope transverse. Les évolutions des coefficients équivalents en fonction du paramètre D_1 sont représentés sur la figure 7. On observe que les modules d'Young et les coefficients de cisaillement chutent brusquement dès l'apparition des premières ruptures de fibres. Ce phénomène est particulièrement prononcé pour le module d'Young longitudinal E_3 qui a perdu 20% de sa valeur initiale dès que le rapport D_1 vaut 0,1 ($L = 10 R$) et 50% dès que $D_1 = 0,5$ ($2L = 4R$).

Notons tout de suite que l'introduction de ce premier paramètre, proportionnel au nombre de ruptures d'une fibre constitue un cas limite : en effet, par périodicité, le milieu modélisé de cette façon est tel que toutes ses fibres sont sectionnées dans une même section droite. Un moyen de pallier à cet inconvénient serait d'envisager comme cellule de base une réunion de prismes hexagonaux contenant les uns des fibres rompues, les autres des fibres saines, ceci dans une certaine proportion, notée D_2 . La complexité des calculs numériques correspondants nous conduit actuellement à proposer le schéma simplifié exposé ci-dessous.

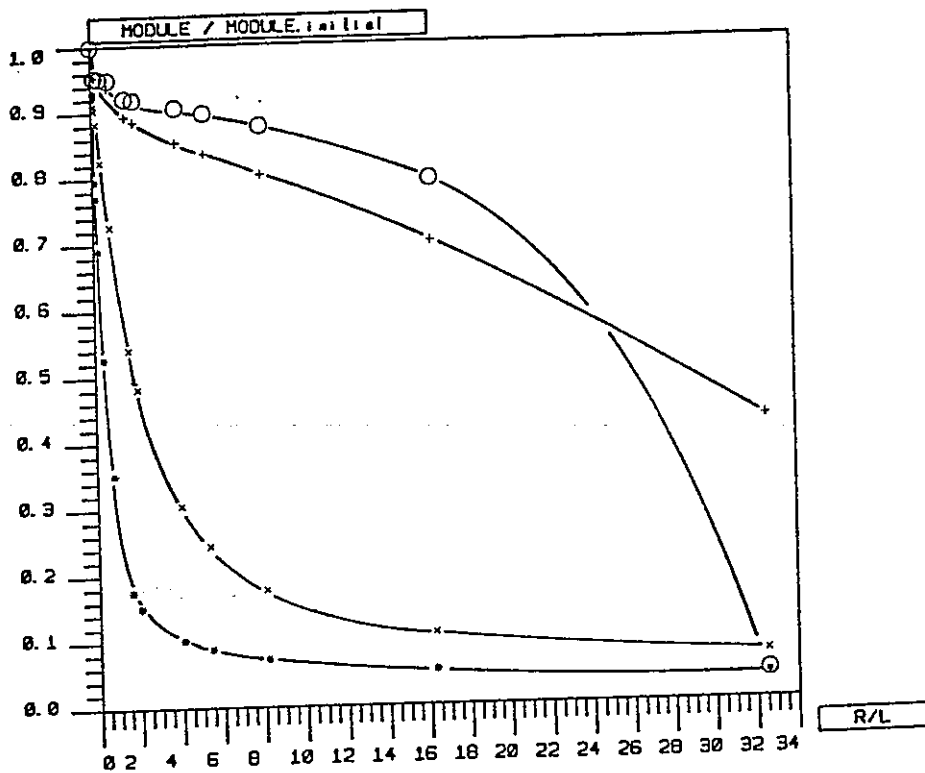


Figure 7

III. 2. UN MODELE A DEUX PARAMETRES

Si D_2 désigne la proportion de fibres rompues dans le plan de section droite $y_3 = 0$ de la cellule de base, on postulera une variation linéaire des coefficients de raideurs Q de telle sorte que :

$$Q(D_1, D_2) = Q(D_1) + (1 - D_2)[Q(0) - Q(D_1)]$$

les quantités $Q(D_1)$ et $Q(0)$ représentant respectivement les coefficients obtenus au paragraphe III. 2. précédent et les coefficients équivalents du matériau sain.

III. 3. REDISTRIBUTION DES CONTRAINTES LOCALES

La description du champ des microcontraintes dans la cellule soumise à une macrocontrainte donnée est possible grâce à l'utilisation d'un logiciel de visualisation du code MODULEF. Il permet d'obtenir une représentation couleur de chaque composante du tenseur des microcontraintes σ dans n'importe quel plan de section de la cellule de base. Il ne nous est pas possible ici de représenter les figures obtenues. Signalons que la présence de la cassure de la fibre se fait essentiellement sentir dans une région voisine du plan d'équation $y_3 = 0$, dans un cylindre de hauteur $2R$, et ceci quelque soit le stade d'endommagement. Au-delà de cette région le tenseur des microcontraintes n'est pas affecté par ce défaut et l'on y retrouve la distribution de contraintes du composite sain. Par contre, dans la région $y_3 < 2R$, la présence de la cassure de la fibre affecte de manière très nette le champ de contraintes. En particulier, et bien évidemment au voisinage du trou, la matrice est très sollicitée et un endommagement par fissuration de la résine et-ou décohésion fibre-matrice est envisageable.

IV. CONCLUSION ET PERSPECTIVES

Les calculs présentés ont permis de décrire l'initiation de l'endommagement dans un barreau composite soumis à une flexion trois points, et de proposer un modèle de milieu endommagé par ruptures de fibres à l'aide de deux paramètres d'endommagement D_1 et D_2 . Ces résultats constitue une étape préliminaire à l'étude de l'évolution et la propagation de cet endommagement. Pour ce faire, nous proposons la démarche suivante : utilisant le cadre thermodynamique des matériaux standards généralisés [6], nous associerons aux paramètres D_α , par l'intermédiaire de la densité d'énergie libre W du milieu macroscopique, des forces thermodynamiques d'endommagement :

$$F_\alpha = - \frac{\partial W}{\partial D_\alpha} = - \frac{1}{2} \frac{\partial Q_{ijkh}}{\partial D_\alpha} E_{ij} E_{kh} \quad (\alpha = 1, 2)$$

Et pour décrire la propagation de l'endommagement, nous ferons l'hypothèse de normalité, qui, à partir de l'existence d'un quasi-potentiel des dissipations ϕ (fonction convexe, semi-continue inférieure de ses arguments, minimale et nulle en 0) conduit aux lois complémentaires

$$\frac{d D_\alpha}{d t} = \frac{\partial \phi}{\partial F_\alpha} \quad (\alpha = 1, 2)$$

On aboutira alors à un schéma incrémental, similaire à celui utilisé dans [8], et qui nous permettra d'obtenir les variations au cours du temps des différents paramètres d'endommagement introduits.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] DE ROO P., PALUCH B. - Etude expérimentale et modélisation de l'endommagement en fatigue d'un composite unidirectionnel. Comptes Rendus des JNC5, Plurialis, Paris, pp.699-714, 9-11 septembre 1986.
- [2] DE ROO P., SIDOROFF F., DEVRIES F. - Endommagement en fatigue d'un composite verre-epoxy unidirectionnel. Rapport GIS "Durabilité et Fiabilité des matériaux composites", 1987.
- [3] DEVRIES F., LENE F. - Homogénéisation à contraintes macroscopiques imposées: implémentation numérique et application. La Recherche Aérospatiale, 1987-1, pp.33-51, 1987.
- [4] DUVAUT G., PISTRE F. - Calcul des vecteurs contraintes en approximation P1 et P2. C.R.A.S., 295, pp.827-830, 1982.
- [5] GERMAIN P., MULLER P. - Introduction à la Mécanique des Milieux Continus, Masson.
- [6] HALPHEN B., NGUYEN QUOC SON. - Sur les matériaux standards généralisés. Journal de Mécanique, 14, pp.39-63, 1975.
- [7] LEMAITRE J., CHABOCHE J.L. - Mécanique des matériaux solides, Dunod.
- [8] LENE F. - Contribution à l'étude des matériaux composites et de leur endommagement. Thèse d'Etat, Université Paris 6, 1984.
- [9] SANCHEZ-PALENCIA E. - Non homogeneous media and vibration theory. Lecture notes in physics, n°127, Springer-Verlag, Berlin, 1980.
- [10] SUQUET P. - Plasticité et homogénéisation. Thèse d'Etat, Université Paris 6, 1982.

ENDOMMAGEMENT ET RUPTURE DES COMPOSITES STRATIFIES.

O. ALLIX - P. LADEVEZE - E. LE DANTEC - E. VITTECOQ

Laboratoire de Mécanique et Technologie
E.N.S. de Cachan / C.N.R.S. / Univ. P. et M. CURIE
61, avenue du Président Wilson
94230 CACHAN
FRANCE

RESUME :

Une modélisation mécanique de la couche élémentaire des stratifiés renforcés par une direction de fibre est proposée. Une méthodologie expérimentale a été mise au point ; elle permet de remonter aux caractéristiques de la couche élémentaire à partir d'essais réalisés sur des stratifiés dont les directions de renforcement sont convenablement choisies. L'endommagement, la plasticité et la différence de comportement en traction et en compression dans la direction des fibres sont mis en évidence et modélisés.

L'endommagement principal de la couche est dû à une micro-fissuration de la matrice parallèlement aux fibres, et à une dégradation de l'interface fibres-matrice. On définit des indicateurs d'endommagement associés à la perte de rigidité du matériau. Ces variables sont gouvernées par une énergie dite "équivalente" qui dépend du cisaillement et de l'énergie transversale.

La plasticité, comme l'endommagement, provient de la matrice et de l'interface fibre-matrice. Le couplage endommagement-plasticité s'effectue par le biais de grandeurs dites effectives.

Les modes de rupture très différents des fibres, de la matrice et de l'interface fibres-matrice, sont pris en compte au moyen d'une approche multi-critères. Le critère de rupture des fibres et de l'interface fibres-matrice est de type fragile. Pour la matrice, le critère fait intervenir le comportement non linéaire de la couche et notamment l'endommagement.

DAMAGE AND FAILURE OF COMPOSITE LAMINATES**ABSTRACT :**

A modelization for the mechanical behaviour of elemental layers of one fibers reinforced laminates is proposed. An experimental method, which allows to get the elemental layer's characteristics from test performed on different stacking sequences, is defined. The damage, the plasticity, the differences between "tension" and "compression" behaviours are shown and modelized.

The main damage occuring in layers is due to microcracks of matrix, which are parallel to the fibers direction, and degradation of fiber-matrix bond. Damage indicators, which are associated to the material's stiffness reduction, are defined. These variables are governed by a so called "equivalent energy", which depends on shear energy and on transverse energy.

Such as the damage, the plasticity is due to matrix and to fiber-matrix bond. The damage-plasticity coupling is realised by means of effectives quantities.

The failure mode of each constituents is taken into account through a multi-criterion approach. A brittle criterion for fibers and fiber-matrix bond, and a failure mode of the matrix, due to its damage behaviour, obtained by means of an instability condition.

I INTRODUCTION

Actuellement l'industrie offre au concepteur de structures à hautes performances un choix de plus en plus large de fibres de carbone et de résines therm durcissables. L'utilisation de ces matériaux a largement dépassé le stade des réalisations expérimentales. Cependant leur coût les réserve à des applications où le gain de masse est primordial.

Dans le cas des stratifiés de nappes unidirectionnelles, l'orientation et l'ordre de succession des couches ont une influence importante sur le comportement mécanique global, mais aussi sur les processus locaux régissant la détérioration du matériau.

Notre approche consiste à modéliser le comportement d'un stratifié au moyen de deux constituants élémentaires : la couche unidirectionnelle et l'interface. L'interface est schématisée par une entité d'épaisseur nulle dont les caractéristiques dépendent des angles des couches voisines et qui assure le transfert des déplacements et des contraintes entre les couches. Son influence est localisée sur les bords et donc négligeable loin de ceux-ci [1]. Dans ce travail on s'intéresse à la modélisation du pli unidirectionnel.

Pour modéliser le comportement de la couche élémentaire, la théorie classique de l'endommagement isotrope n'est pas suffisante : il n'existe pas un mais plusieurs endommagements, les mécanismes sont fortement anisotropes et présentent un caractère unilatéral marqué suivant que les microdéfauts sont ouverts ou fermés. Ces différents aspects sont pris en compte dans l'approche que nous proposons, qui est une extension, aux cas unilatéraux, de la théorie de l'endommagement anisotrope proposée par P. LADEVEZE [6].

Outre la théorie de l'endommagement, l'homogénéisation joue un rôle important en tant qu'outil de base. Elle permet d'une part de transférer au niveau des constituants élémentaires les informations obtenues à une échelle plus locale, d'autre part de reconstruire le comportement d'un stratifié connaissant celui de ses constituants.

Le comportement de la monocouche est essentiellement de type elasto-plastique endommageable. Ce comportement est essentiellement déterminée par la connaissance des caractéristiques élastiques, du comportement dans la direction des fibres, et de deux courbes caractéristiques de l'endommagement et de la plasticité dus à la matrice et la liaison fibre-matrice. Le comportement dans la direction des fibres est différent en traction et en compression, pour l'identifier deux essais sont réalisés : un essai de traction sur $[0, 90]$; un essai de flexion sur un $[0, 90]_{6S}$. Ce dernier permet, d'avoir accès, de façon bien très précise au comportement de compression qui est élastique non-linéaire fragile. On identifie les caractéristiques de la matrice au moyen d'essais de traction sur un $[+45, -45]_{2S}$ et sur un 45° , celle de la liaison fibre-matrice à partir d'un essai de traction sur un $[+67,5, -67,5]_{2S}$. A partir de la connaissance des caractéristiques élastiques et des courbes d'endommagement et d'écroutissage de la couche le comportement de n'importe quel stratifié est simulé au moyen d'une extension de la théorie de l'homogénéisation au cas non linéaire.

En considérant les différents modes de rupture de la couche élémentaire, une approche multicritère de la rupture du stratifié est définie. On prend en compte la contrainte maximum admissible dans la direction des fibres en traction et en compression, la détérioration de la matrice par instabilité due à l'endommagement, ainsi que la rupture de la liaison fibre-matrice par une limitation de la contrainte transverse maximum.

II. LA COUCHE ELEMENTAIRE

II.1. CINEMATIQUE DE L'ENDOMMAGEMENT

Le principal mode d'endommagement apparaissant dans la couche élémentaire, est le développement de microfissures au sein de la matrice et de l'interface fibre-matrice, parallèlement à la direction des fibres. Un calcul d'homogénéisation montre que seuls les modules transverse E_2 et de cisaillement G_{12} sont affectés, les autres constantes élastiques indépendantes E_1 et ν_{12} restant constantes. Ces propriétés sont confirmées par les essais.

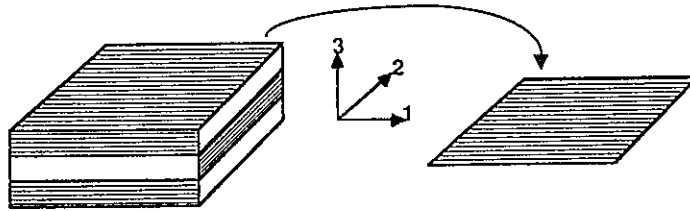


Fig.1 : Description du stratifié

L'énergie de déformation du matériau vierge est écrite en séparant les énergies de traction et de compression sous la forme suivante :

$$E_D = \frac{1}{2} \left[\frac{\sigma_{11}^2}{E_1^0} - \left(\frac{\nu_{12}^0}{E_1^0} + \frac{\nu_{21}^0}{E_2^0} \right) \sigma_{11} \sigma_{22} + \frac{\langle \sigma_{22} \rangle_+^2}{E_2^0} + \frac{\langle -\sigma_{22} \rangle_+^2}{E_2^0} + \frac{\sigma_{12}^2}{G_{12}^0} \right]$$

La rigidité en compression étant supposée constante et égale à E_2^0 on obtient pour le matériau endommagé :

$$E_D = \frac{1}{2} \left[\frac{\sigma_{11}^2}{E_1^0} - \left(\frac{\nu_{12}^0}{E_1^0} + \frac{\nu_{21}^0}{E_2^0} \right) \sigma_{11} \sigma_{22} + \frac{\langle -\sigma_{22} \rangle_+^2}{E_2^0} + \frac{\langle \sigma_{22} \rangle_+^2}{(1-d) E_2^0} + \frac{\sigma_{12}^2}{(1-d) G_{12}^0} \right]$$

où d et d' sont deux variables scalaires, et les quantités conjuguées, relatives à la dissipation, sont :

$$Y_d = \frac{\partial E_D}{\partial d | \sigma} = \frac{1}{2} \frac{\sigma_{12}^2}{G_{12}^0 (1-d)^2}$$

$$Y_{d'} = \frac{\partial E_D}{\partial d' | \sigma} = \frac{1}{2} \frac{\langle \sigma_{22} \rangle_+^2}{E_2^0 (1-d')^2}$$

Guidée par les résultats expérimentaux, la modélisation de l'évolution de l'endommagement est décrite par la variable Y telle que :

$$Y |_t = \sup_{|t' \leq t} \left[2Y_d + 2bY_{d'} \right]^{1/2}$$

où b est une constante caractéristique du matériau, qui pondère l'influence de l'énergie transverse par rapport à l'énergie de cisaillement.

Les lois de comportement liant Y à d et d' ont la forme suivante :

$$d = \frac{1}{Y_c} \langle Y - Y_0 \rangle_+ \quad \text{si } d < 1 \text{ sinon } d = 1$$

$$d' = \frac{1}{Y_c'} \langle Y - Y_0' \rangle_+ \quad \text{si } d' < 1 \text{ sinon } d' = 1$$

On montre que le modèle ainsi construit est standard. Y_0 , Y_c , Y_c' sont des constantes caractéristiques du matériau. Y_0 est le seuil initial d'endommagement et $b = Y/Y_c$.

Remarque :

L'essai de flexion quatre points développé au laboratoire (cf. III 5) a mis en évidence le caractère élastique non-linéaire en compression dans la direction des fibres (le module E_1

décroît linéairement en compression en fonction de la contrainte σ_{11} [13].) La prise en compte de ce phénomène au niveau du modèle proposé ne pose pas de difficultés particulières.

Une modélisation de ce phénomène non-linéaire est en cours. Le phénomène est attribué au fait que les fibres ne restent pas droites en compression (Piggott, 1981). On peut expliquer l'apparition de la chute de module dès le début du chargement par la présence de défauts (microvides) au niveau de l'accrochage fibre-matrice. L'augmentation de cette perte de rigidité au cours du chargement peut, elle, être due à une différence des coefficients de Poisson de la fibre et de la matrice qui aurait tendance à autoriser des déplacements de plus en plus grand des fibres perpendiculairement à la direction de chargement [13]

II.2. MODELISATION DE LA PLASTICITE

Un calcul d'homogénéisation montre, en supposant que seule la matrice plastifie, que :

$$\varepsilon_{11}^p = 0.$$

Ainsi, seules les contraintes de cisaillement et transverse interviennent dans le critère de plasticité.

D'autre part, la modélisation du couplage endommagement-plasticité est traduite par l'utilisation de contraintes et de déformations effectives [11]

$$\tilde{\sigma}_{12} = \frac{\sigma_{12}}{(1-d)}, \quad \tilde{\sigma}_{22} = \frac{\sigma_{22}}{(1-d')}, \quad \dot{\tilde{\varepsilon}}_{12}^p = \dot{\varepsilon}_{12}^p (1-d), \quad \dot{\tilde{\varepsilon}}_{22}^p = \dot{\varepsilon}_{22}^p (1-d')$$

Dans le soucis de rendre symétrique le problème en vitesse, on utilise une idée développée dans [6]. Cela nous conduit à l'expression du critère de plasticité sous la forme :

$$f = \int_0^T 2 \left[\tilde{\sigma}_{12} \frac{\dot{\sigma}_{12}}{(1-d)} + a^2 \tilde{\sigma}_{22} \frac{\dot{\sigma}_{22}}{(1-d')} \right] dt > \frac{1}{2} (R + R_0) \leq 0$$

où a^2 est une constante du matériau.

L'écoulement est supposé isotrope, et le seuil de plasticité R est une fonction de la déformation plastique cumulée p ; $p \rightarrow R(p)$ est une fonction caractéristique du matériau.

Les conditions d'écoulement sont décrites comme suit :

$$\dot{\tilde{\varepsilon}}_{12}^p = \frac{1}{2} \dot{p} \frac{\tilde{\sigma}_{12}}{R+R_0}, \quad \dot{\tilde{\varepsilon}}_{22}^p = a^2 \dot{p} \frac{\tilde{\sigma}_{22}}{R+R_0} \quad (\dot{p} \geq 0)$$

II.3. CRITERE DE RUPTURE

Etant donné les modes très différents de rupture des fibres, de la matrice, de l'interface fibres-matrice au sein de la couche élémentaire, une approche multicritère est utilisée [5]:

- * critère de rupture fragile pour les fibres : $\langle \sigma_{11} \rangle_+ \leq \sigma_{11}^T ; \langle -\sigma_{11} \rangle_+ \leq \sigma_{11}^C$
- * critère de rupture fragile de l'interface fibres-matrice: $\langle \sigma_{22} \rangle_+ \leq \sigma_{22}^T$
- * critère de rupture fragile de la matrice en compression: $\langle -\sigma_{22} \rangle_+ \leq \sigma_{22}^T$
- * critère de rupture par instabilité de la matrice : $f(\sigma_{12}; \sigma_{22}; d; d') \leq 1$

Ce dernier critère définit la rupture de la couche par le niveau de contraintes et de déformations à partir duquel une instabilité apparaît. Cette instabilité est due à la perte progressive de rigidité du matériau. La condition $f(\sigma_{12}; \sigma_{22}; d; d') \leq 1$ est obtenue par une condition d'instabilité sur le problème variationnel en vitesse.

II.4. HOMOGENEISATION D'UN STRATIFIE

Le comportement complet de la couche élémentaire étant connu, il est aisé de reconstituer le comportement moyen d'un stratifié quelconque en écrivant :

- $\Pi \varepsilon \Pi = \gamma + zX$
- $N = \int_{-h}^{+h} \Pi \sigma \Pi dz$ $M = \int_{-h}^{+h} z \Pi \sigma \Pi dz$
- Hypothèse de contraintes planes

où Π est l'opérateur de projection dans le plan de la plaque. γ et X sont les déformations de membrane et de courbures, N et M , les résultantes et les moments des contraintes, $2h$ l'épaisseur de la plaque.

En ce qui concerne la rupture globale d'un stratifié, on utilise un critère sur les fibres et l'interface fibres-matrice couche par couche, ainsi qu'un critère déterminé par la recherche d'une condition d'instabilité du problème en vitesse associée aux grandeurs généralisées.

III. ETUDE EXPERIMENTALE.

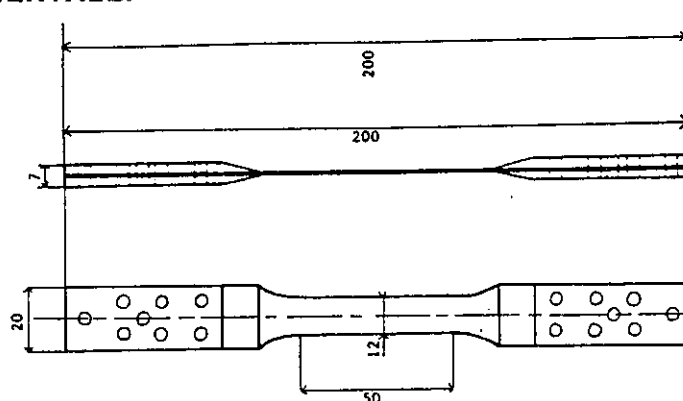


Fig. 2 : Epreuve de traction

Les essais doivent permettre d'appréhender les principaux phénomènes mis en jeu au sein de la couche élémentaire, qui sont : la plasticité et l'endommagement de la matrice et de l'interface fibres-matrice, la différence de comportement en traction-compression des fibres.

Les essais sur composites unidirectionnels posant un certain nombre de difficultés, nous avons préféré identifier les caractéristiques les plus importantes du modèle sur des drappages croisés choisis en fonction du phénomène à mettre en évidence.

Les effets parasites inhérents aux essais sur les composites stratifiés tels que le délaminage, l'anisotropie du matériau, la mauvaise application des efforts, sont, à chaque fois que cela est possible, éliminés ou quantifiés [4],[8],[13].

L'inconvénient majeur des empilements croisés est le développement d'un champ de contraintes tridimensionnel au bord de l'éprouvette, qui peut perturber la mesure des déformations ou être la cause d'une rupture prématurée de l'échantillon. Une largeur suffisamment importante de la plaquette, l'application d'un film de colle sur les bords, le collage de plusieurs jauges bidimensionnelles sur chaque face de l'éprouvette, permettent d'atténuer et de contrôler une éventuelle influence du délaminage sur les mesures.

De plus, des calculs utilisant la méthode développée par D. ENGRAND [3] ont été systématiquement effectués pour évaluer les contraintes tridimensionnelles au voisinage du bord des drappages testés ; on qualifie ainsi la sensibilité d'un stratifié au délaminage et aussi la validité des résultats.

Les essais se déroulent avec une vitesse de déplacement imposée assez faible de manière à s'affranchir des effets de viscosité de la matrice. Des redescentes élastiques sont effectuées en cours de chargement pour suivre la perte de rigidité de l'éprouvette, ainsi que l'évolution des déformations permanentes. Les quantités mesurées sont :

- σ^* la contrainte de traction,
- ε_n^* la déformation moyenne longitudinale,
- ε_t^* la déformation moyenne transversale.

Enfin, l'étude a porté sur deux matériaux, T300/914 et IM6/914, ce qui a permis de comparer l'association de la résine BSL 914 avec deux types de fibres.

III.1. ESSAI 1 : $[0]_8$

Cet essai permet d'identifier le module E_1^0 , le coefficient de Poisson ν_{21}^0 et la contrainte à rupture σ_{11}^T .

III.1. ESSAI 2 : $[+45, -45]_{2s}$

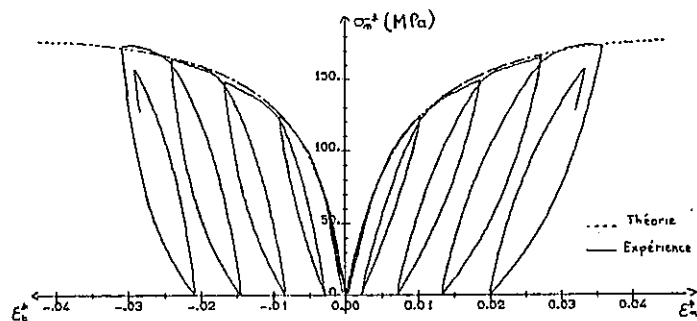


Fig. 3 : Essai sur stratifié $[+45, -45]_{2s}$

Dans ce cas, les déformations ε_{11} et ε_{22} sont négligeables devant ε_{12} et l'on a :

$$\varepsilon_{12} = \frac{1}{2} (\varepsilon_n^* - \varepsilon_t^*) ; \sigma_{11} = \sigma_{22} = \sigma_{12} = \frac{1}{2} \sigma^*$$

Il en résulte :

$$Y|_t = \sup_{|\tau \leq t} [2 | \varepsilon_{12}^e | \tau G_{12}^0]^{1/2}$$

$$R + R_0 = < \int_0^T \frac{1}{2} \left[\frac{\sigma_{12}}{(1-d)} \frac{\sigma_{12}}{(1-d)} \right] dt >^{1/2}$$

$$p = 2 (1-d)^2 (\varepsilon_n^{*p} - \varepsilon_t^{*p}) \cdot \frac{R + R_0}{\sigma^*}$$

On identifie donc les deux courbes intrinsèques à la couche élémentaire relatives à l'endommagement et la plasticité (figures 4,5).

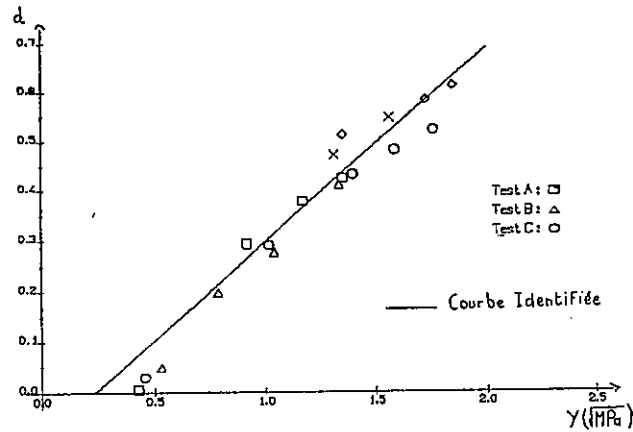


Fig. 4: Loi de comportement de d.

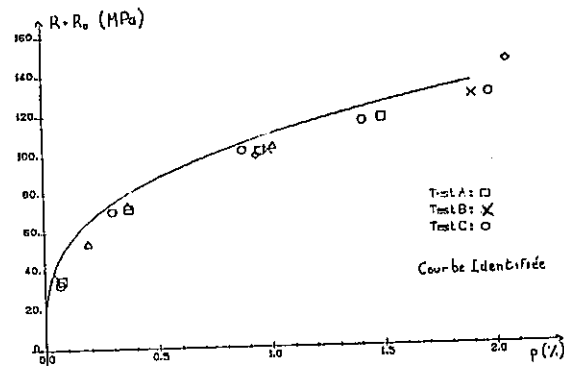


Fig. 5 : Fonction seuil de plasticité

III.1. ESSAI 3 : [45]₈

Pour cet essai, le comportement en cisaillement et le comportement transversal sont du même ordre de grandeur. On peut donc identifier les paramètres introduits dans le modèle pour chiffrer l'influence relative des contraintes ou des déformations transversales et de cisaillement dans la plasticité et l'endommagement de la couche élémentaire. On a :

$$\sigma_{11} = \sigma_{22} = \sigma_{12} = \frac{1}{2} \sigma^*$$

$$\text{et : } \varepsilon_{12} = \frac{1}{2} (\varepsilon_n^* - \varepsilon_t^*), \quad \varepsilon_{22} \approx \varepsilon_n^* + \varepsilon_t^*, \quad \varepsilon_{11} \approx 0$$

Le coefficient a^2 intervenant dans le critère de plasticité est identifié à partir de la relation :

$$\varepsilon_{22}^p (1 - d')^2 = 2 a^2 \varepsilon_{12}^p (1 - d)^2$$

Connaissant la loi de comportement de d déterminée par l'essai 2, il est aisé d'identifier le paramètre b , qui figure dans la définition de Y .

$$Y|_t = \sup_{|\tau \leq t} [(4 G_{12}^0 \varepsilon_{12}^e + b E_2^0 \langle \varepsilon_{22}^e \rangle_+^2) |_{\tau}^{1/2}]$$

La loi de comportement de d' est alors identifiable.

III.4. ESSAI 4 : [+67,5, -67,5] 2S

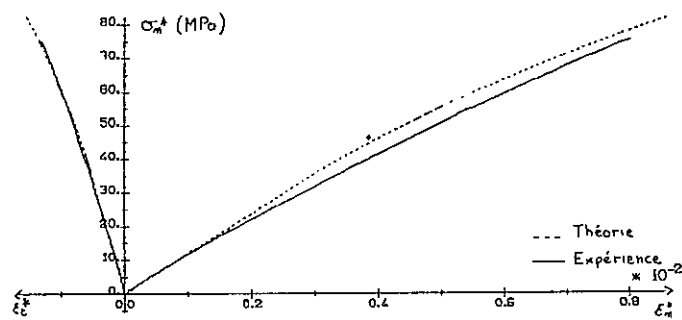


Fig. 6 : Essai sur stratifié [+67,5, -67,5] 2S

La difficulté de cet essai a trait à la complexité du champ de contraintes développé dans les plis, qui ne permet pas de relier de façon explicite les grandeurs effectivement mesurées ε_n^* , ε_p^* , σ^* aux contraintes et déformations dans les plis. La modélisation du comportement de la couche unidirectionnelle étant déjà effectuée, cet essai a pour seul rôle la détermination fiable de la contrainte à rupture en traction transverse de la couche élémentaire σ_{22}^T .

Le dépouillement s'effectue de la façon suivante :

- 1°) On compare l'évolution des réponses des jauges transversale et longitudinale en fonction de l'effort appliqué à l'évolution théorique simulée numériquement pour le comportement élasto-plastique endommageable de la couche élémentaire ; si il n'y a pas concordance des courbes, l'essai est rejeté.
- 2°) La contrainte de traction transverse σ_{22}^T est identifiée à partir de la contrainte moyenne de traction dans le stratifié mesurée lors de la rupture σ_n^{*T} .

III.5. ESSAI 5 : Flexion 4 points [13].

Deux problèmes principaux ont motivé la réalisation d'un essai de flexion : la difficulté de réaliser un essai de compression ne présentant ni composante parasite de flexion, ni de cisaillement, et le fait que la comparaison des résultats issus de deux essais différents est délicate (conditions d'ambiance et de vieillissement différentes, éprouvettes issues de plaques différentes...).

Réaliser un essai de flexion est une méthode pour supprimer l'influence des éventuelles variations des caractéristiques du matériau. Les problèmes dus à l'ambiance et ceux dus à la géométrie de l'éprouvette seront en même temps écartés. Les mesures des déformations de traction (sur la face tendue de l'éprouvette) et de compression (sur la face comprimée) sont simultanées et réalisées sur la même éprouvette. Elles permettent donc une comparaison directe des résultats.

Le montage d'essai devra permettre la mesure précise et fiable des modules d'élasticité durant le chargement, et donner accès aux valeurs à rupture. Nous avons conçu et fait réaliser un montage de flexion 4 points (fig. 7) répondant à ce cahier des charges.

Un essai de flexion 3 points n'aurait pas permis de mesurer les valeurs à rupture (la contrainte maximum étant atteinte sous le point d'application de l'effort). Il aurait de plus rendu difficile la mesure des rigidités car on ne peut pas coller les jauges dans une zone où le champ de déformation est constant.

Notre montage se compose de quatre têtes réalisées à partir d'éléments déformables dans le but de n'imposer que le déplacement "vertical" (flèche) au niveau de l'éprouvette. Le déplacement "horizontal" étant libre, il n'y aura pas de composante parasite de tension. La rotation de l'éprouvette au droit des appuis étant également libre, il est possible de remplacer les classiques appuis linéiques par des appuis plans qui ne perturberont que très peu le champ de contrainte.

Ce montage élimine les problèmes dus au glissement de l'éprouvette sur les appuis rencontrés sur un montage classique (présence d'à-coups et d'une composante tangentielle), tout en autorisant de grands déplacements.

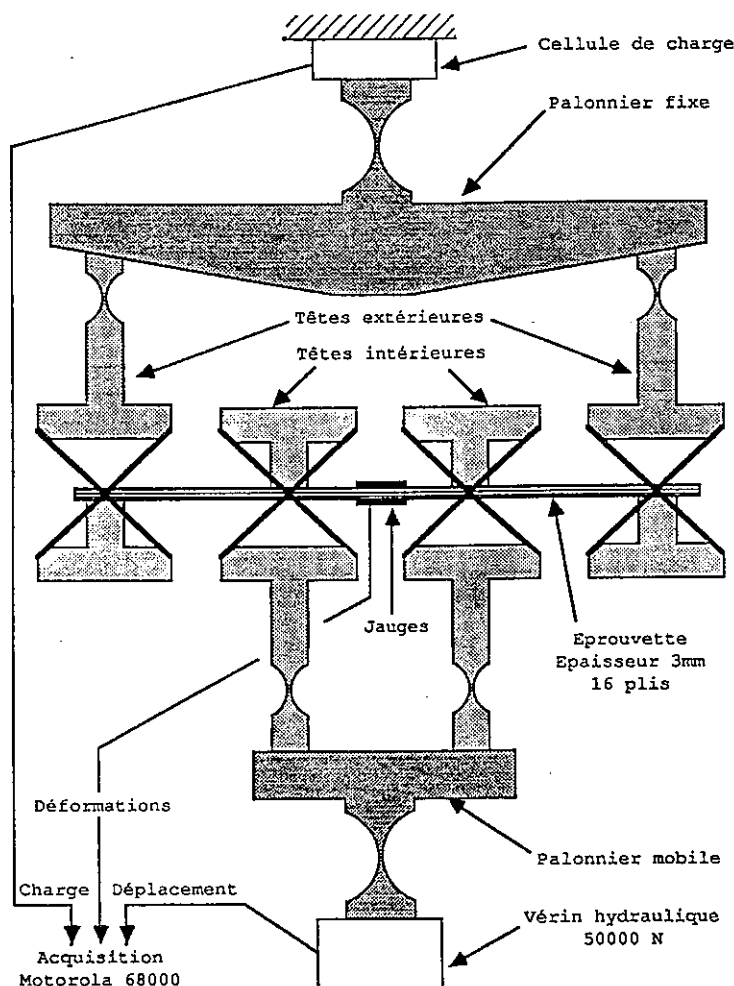


Fig. 7 : Montage de flexion 4 points.

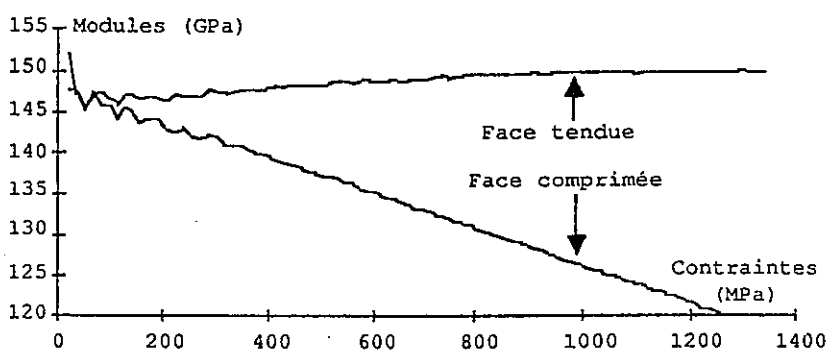


Fig. 8 : Modules sécants de traction et de compression d'un IM6-914

III.6. VERIFICATION SUR UN ESSAI DE TRACTION SUR UN $[0_6, 90_6]_S$.

La comparaison des résultats d'essai et de la simulation numérique du modèle est excellente quant à l'évolution contrainte-déformation. Cependant la contrainte à rupture expérimentale est beaucoup plus faible. Le calcul des contraintes tridimensionnelles montre que ce stratifié rompt par délaminage, ce qui est observé sur le faciès de rupture des échantillons.

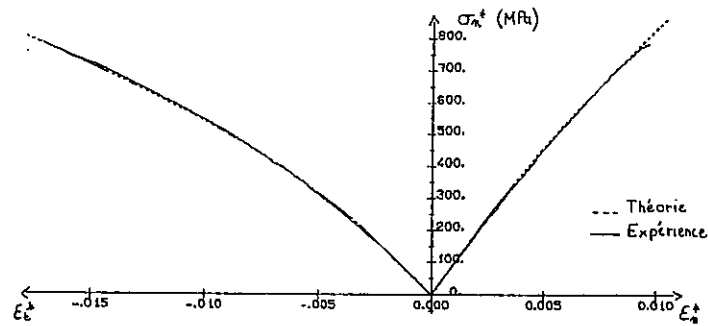


Fig. 9 : Comparaison Essai Calcul

CONCLUSION

Lorsque les comportements en traction et en compression dans la direction des fibres sont identiques, le comportement mécanique des stratifiés carbonés epoxy est essentiellement déterminé par les caractéristiques élastiques, par la déformation limite dans la direction des fibres, et par deux courbes caractérisant la plasticité et l'endommagement de la monocouche. Cette approche permet de comparer différents couples fibres-matrices. Elle peut être étendue à d'autres types de matériaux et a été appliquée avec succès à la modélisation des composites 3D [11],[12].

Les différents modes de ruptures de la monocouche qui ont été introduits permettent de définir une approche multicritère du type de celle proposée par Hashin [5]. Cette approche a conduit à la réalisation du logiciel A.R.C.S., utilisé par l'Aérospatiale, pour analyser la rupture des composites stratifiés [9]. Les différents modes de dégradations de la monocouche ont été introduits pour une analyse fine du délaminage. On trouvera dans [1] la mise en place de la simulation de ce phénomène dans le cas d'un composite stratifié troué.

REFERENCES

- [1] ALLIX O. "Délaminage par la mécanique de l'endommagement", Pluralis, Ed. J.M. Fouet, P.Ladeveze, R. Ohayon, 1987.
- [2] CHABOCHE J.L. "Sur le concept de contraintes effectives appliqué à l'élasticité et la viscoplasticité en présence d'un endommagement anisotrope", Congrès Euromech 115, Villars de Lans, 1979.
- [3] ENGRAND D. "Local Effects Calculations in Composite Plates by a Boundary Layer Method", Local effects in analysis of structures, Ed. P. Ladeveze, Elsevier, 1985.
- [4] GILLETTA D. "Composites 2D : modélisation mécanique et identification de la couche élémentaire", thèse de Docteur-Ingénieur, Université Paris 6, 1985.
- [5] HASHIN Z. "Failure criteria for unidirectional fibre composite", Transactions of the ASME, Journal of Applied Mechanics Vol. 47, p. 329-334, 1980.
- [6] LADEVEZE P. "Sur une théorie de l'endommagement anisotrope", Rapport interne n° 34, Laboratoire de Mécanique et Technologie, Cachan, 1983.
- [7] LE DANTEC E. "Comportement en traction compression des stratifiés", Thèse Ecole Normale Supérieure de Cachan (to appear).
- [8] LE DANTEC E. & REMOND Y. "Etude et qualification d'un essai de compression sur un composite stratifié", Rapport interne du Laboratoire de Mécanique et Technologie n° 67, octobre 1986.
- [9] MAIZIERE J.F. "Post processeur d'analyse à la rupture des composites stratifiés", Rapport interne n°77, Laboratoire de Mécanique et Technologie, Cachan, 1987.
- [10] PIGGOTT M.R. "A theoretical framework for the compressive properties of aligned fibre composites" Journal of material science 16, p. 2837-2845, 1981.
- [11] POSS M. "Endommagement et rupture des matériaux composites carbone-carbone", Thèse de 3ème Cycle, Université Paris 6, 1982.
- [12] REMOND Y. "Sur la reconstitution du comportement mécanique d'un matériau composite 3D à partir de ses constituants", Thèse de 3ème Cycle, Université Paris 6, 1984.
- [13] VITTECOQ E. "Composites 2D à Fibres Haute Résistance : caractérisation du comportement de compression", Comptes rendus des JNC6, Paris, 1988.

"CARACTERISATION EXTREMALE DE LA REPARTITION DES DEFORMATIONS
DANS UN AGREGAT DEFORME PLASTIQUEMENT"

Mayeul ARMINJON, CEMEF, ECOLE DES MINES DE PARIS,
SOPHIA-ANTIPOLIS - 06565 VALBONNE

Résumé

On présente les bases d'un nouveau modèle d'homogénéisation, valable pour les agrégats dont les constituants admettent une "fonction énergie" au sens de Hill. Ce modèle est un approfondissement d'un modèle proposé pour les polycristaux et qui généralisait la théorie de Taylor relâchée. Le résultat essentiel est que la répartition des taux de déformation moyens des constituants réalise un minimum analytique avec une contrainte linéaire. Cette caractérisation extrémale résulte d'hypothèses d'homogénéité statistique.

AN EXTREMUM CONDITION DETERMINING THE STRAIN-
DISTRIBUTION IN A PLASTICALLY DEFORMED AGGREGATE

Abstract

This presents the basis of a new homogenization model for aggregates whose constituents have a "work function" in the Hill sense. This model is a further development of a generalization of the relaxed Taylor theory, which had been proposed for polycrystals. Under assumptions of statistical homogeneity, the distribution of the average strain rates of the constituents is shown to satisfy an analytical minimum condition with linear constraint.

I. INTRODUCTION

Le comportement rhéologique des agrégats est difficile à décrire par des modèles purement phénoménologiques. Des modèles d'homogénéisation prenant en compte la nature d'agrégat ont été proposés, plutôt pour les polycristaux. Les modèles auto-cohérents, sous leur forme générale, sont très peu maniables [1-2]. L'approximation isotrope de l'accommodation plastique [3] aboutit à une complexité intermédiaire entre [1-2] et le modèle de Taylor et semble prometteuse, surtout dans le domaine des petites déformations et/ou en trajet complexe [4]. Parallèlement, l'approche énergétique ouverte par Taylor se développe : tandis que le modèle initial admet tout simplement que le champ "taux de déformation plastique" D^{μ} est homogène dans le polycristal : $D^{\mu} \equiv D$, la théorie de Taylor relâchée n'impose cette homogénéité qu'à certaines composantes de D^{μ} , les autres composantes étant déterminées dans chaque consti-

tuant par un principe de dissipation minimale [5]. Le choix des composantes laissées "libres" se fait en supposant que les grains ont une forme particulière, possédant des axes qui coïncident à chaque instant avec les axes principaux de D : ceci n'a un sens que pour des chemins de déformation particuliers et seulement aux très grandes déformations. De plus le champ D^μ est implicitement supposé homogène dans chaque constituant, ce qui pose la question de la compatibilité des taux subis par les grains voisins. Ceci vaut même pour les modèles autocohérents dans la mesure où ils supposent également le champ D^μ homogène par morceaux.

Nous avons antérieurement proposé [6-7] une généralisation de la théorie de Taylor relâchée permettant de prendre en compte le caractère hétérogène de la déformation plastique sans subordonner ce caractère à une morphologie particulière des constituants, et pour n'importe quel trajet de déformation. Dans cette généralisation, on admet qu'à l'échelle des constituants, les hétérogénéités de déformation restent confinées : il existe un voisinage \mathcal{E} du tenseur D , tel que pour tout constituant C_k , $k=1, \dots, N$ (les constituants du polycristal sont supposés être des "cristallites" d'orientation uniforme, chacun obéissant globalement à la loi de Schmid), la moyenne volumique D^k du champ D^μ dans C_k appartienne à \mathcal{E} . En admettant l'existence de champs de vitesse continus associés à toute distribution possible (D^{k*}) de ces moyennes, et sous des hypothèses statistiques en partie implicites, on en déduisait que la distribution réelle (D^k) réalise le minimum de

$$\dot{W}^*((D_*^k)) = \overline{\dot{W}^k(D_*^k)} = \sum_{k=1}^N p_k \dot{W}^k(D_*^k) \quad (1)$$

où $p_k = v(C_k)/v(\Omega)$ est le volume relatif (Ω est l'agrégat considéré) et \dot{W}^k est la fonction puissance plastique du cristallite C_k , définie sur l'ensemble des tenseurs plastiquement admissibles D^{k*} , i.e. l'ensemble \mathcal{J}_0 des tenseurs symétriques et de trace nulle. Le minimum de (1) était recherché avec la double contrainte

$$\overline{D_*^k} = \sum_{k=1}^N p_k D_*^k = D \quad (2.a)$$

$$\forall k \quad D_*^k \in \mathcal{E} \quad (2.b)$$

Ce critère de minimum débouche sur un modèle efficace, qui a été appliqué avec succès à la prévision des textures de déformation des aciers [7-8]. Dans notre première formulation [6] et dans ces applications, la "condition de cohérence" (2.a) a été omise. En revanche, le voisinage \mathcal{E} définissant la contrainte (2.b) était supposé être une "boule" de petite taille et de centre D , d'où il résulte que la condition (2.a) était à peu près satisfaite [7].

Dans cette communication, nous présentons les résultats théoriques ré-

vement obtenus [9], qui fournissent les bases d'un modèle un peu différent et sans doute meilleur, car ses prémices semblent assurés. Dans ce nouveau modèle, la condition de proximité (2.b) disparaît purement et simplement. Autrement dit, on démontre que la répartition réelle des taux de déformation moyens des constituants minimise (1) avec la contrainte linéaire (2.a), sans aucune restriction aux hétérogénéités $D^k - D$. Les hypothèses nécessaires sont le principe local du travail maximal et l'homogénéité statistique des champs réels σ^μ (contrainte) et D^μ et de l'agrégat. En fait le résultat est applicable pour d'autres agrégats formés de constituants admettant une fonction énergie au sens de Hill [10]. Pour abréger l'exposé on ne donnera que des indications sur la démonstration de certains résultats, essayant de mettre en évidence le contenu physique.

II. LES THEOREMES D'EXTREMUM POUR LE POLYCRISTAL

II.1. LE THEOREME GLOBAL DE BISHOP ET HILL

La loi de Schmid entraîne que le comportement plastique d'un cristal (c) est standard : la surface d'écoulement Σ^c est convexe et le taux de déformation plastique D^c est dans le cône des normales à Σ^c au point de charge σ^c [11-12, cf. 7 pour une revue], ce qui s'écrit

$$\sigma_*^c : D^c < \sigma^c : D^c = \overset{\circ}{W}^c(D^c) \quad (3)$$

quel que soit σ_* dans le convexe A^c délimité par Σ^c . Bishop et Hill [11] considèrent le polycristal comme un milieu continu où la loi de Schmid est valable en chaque point. Ils se restreignent à ceux des champs $\sigma^{\mu*}$ statiquement et plastiquement admissibles (S.P.A.) (en équilibre et tels que $\forall x \sigma^{\mu*}(x)$ soit dans le convexe local $A^\mu(x)$) et des champs $D^{\mu**}$ cinématiquement et plastiquement admissibles (C.P.A.) qui vérifient

$$\overline{\sigma_*^\mu} : \overline{D^{\mu**}} = \overline{\sigma_*^\mu} : \overline{D^{\mu**}} \quad (4)$$

(les barres désignent la moyenne volumique dans le polycristal). Les moyennes σ_*^μ , $D^{\mu**}$ d'un tel couple vérifient donc

$$\sigma_*^\mu : D^{\mu**} < \overline{\overset{\circ}{W}^\mu(D^{\mu**})} \quad (5)$$

Admettons de plus que les champs réels σ^μ et D^μ associés à l'état de contrainte macroscopique σ et au taux de déformation macroscopique D vérifient (4). Alors selon que dans (5) on prend $D^{\mu**} = D^\mu$, ou $\sigma^{\mu*} = \sigma^\mu$, on obtient le théorème global du travail maximum, ou minimum, de Bishop et Hill :

$$\sigma_* : D < \overline{\dot{W}^\mu(D^\mu)} = \overline{\sigma^\mu} : \overline{D^\mu} = \sigma : D \quad (6.a)$$

$$\sigma : D = \sigma : D_{**} < \overline{\dot{W}^\mu(D_{**}^\mu)} \quad (6.b)$$

si $D_{**} = D$. L'inégalité (6.a) signifie que le comportement plastique macroscopique du polycristal est standard.

La condition (4) a été justifiée asymptotiquement par Hill [13] et Mandel [14] pour les champs S.P.A. σ^μ_* bornés et les champs C.P.A. D^μ_{**} de la forme $D_{**} \cdot x + u^\mu(x)$ avec u^μ borné, à condition que les moyennes σ_* et D_{**} ne dépendent que de façon négligeable de l'élément de volume macroscopique choisi (il suffit d'appliquer le théorème des puissance virtuelles dans un cube de côté suffisamment grand). De tels champs sont dits "statistiquement homogènes". L'interprétation physique est que par suite de l'hétérogénéité microscopique de l'agrégat les "champs homogènes" de la loi de comportement macroscopique sont des fluctuations de faible longueur d'onde et d'amplitude limitée autour de leurs moyennes.

II.2. ANALYSE PHYSIQUE DE LA NOTION D'AGREGAT

Si le théorème précédent ne fournit pas de modèle d'homogénéisation de l'agrégat sauf les deux extrêmes $\sigma^\mu = \sigma$ (modèle statique) et $D^\mu = D$ (modèle de Taylor) - c'est qu'il ignore la réalité de la partition du polycristal en constituants peu ou prou homogènes. Cette partition est évidente au début de la déformation, lorsque les grains sont presque des cristaux parfaits. Par la suite il y a fragmentation de ces grains et formation de cellules de dislocation bien individualisées [15], qui finissent elles-mêmes par se fragmenter [16]. A chaque instant on peut donc schématiser l'agrégat comme une réunion disjointe aux frontières près de constituants "homogènes". Ce terme ne signifie pas que leur déformation soit strictement homogène (il en résulterait des incompatibilités de déformation). En fait, nous supposons que dans ces constituants les champs σ^μ et D^μ sont statistiquement homogènes au sens de Hill-Mandel (§ II.1) et que leurs moyennes dans chaque constituant sont reliées par une loi de comportement : $\sigma^k = F^k(D^k)$ pour le constituant C_k . Dans le cas du polycristal, nous considérons que la loi de Schmid ne peut s'appliquer qu'à l'échelle du cristallite, fournissant entre autres la surface d'écoulement Σ^k . Nous admettons en revanche l'existence d'une échelle (μ) inférieure à celle des constituants et où la mécanique des milieux continus a un sens. Cette interprétation est cohérente avec la nature macroscopique et phénoménologique de la loi de Schmid, et avec la grande taille des "cristallites" (de 1 à 10^{-8} m) par rapport à la maille cristalline (10^{-10} m).

Nous considérons les champs de vitesse de déplacement et de déformation permanents dans le polycristal, qui comportent une partie élastique résiduelle. Ces champs sont cinématiquement admissibles et leurs moyennes dans les constituants sont incompressibles, si l'on néglige les variations de volume dues aux contraintes résiduelles à cette échelle. La loi de comportement peut donc bien être une loi standard associée à un critère insensible à la pression, comme y conduit la loi de Schmid. Les essais mécaniques qui valident (approximativement) cette loi sont d'ailleurs impuissants à séparer les parties résiduelle et purement plastique de la déformation permanente. La conséquence de notre interprétation est que la fonction $\dot{W}^k(D^k)$ définit bien la puissance plastique locale, et non seulement la dissipation.

II.3. THEOREME DE MINIMUM POUR LA REPARTITION DES TAUX DE DEFORMATION MOYENS DES CONSTITUANTS

Le "principe local du travail maximal" (3) entraîne que les fonctions \dot{W}^k , et donc la fonction \dot{W}^* définie par (1), sont convexes. Chaque fonction \dot{W}^k est calculable si l'on connaît les valeurs des cissions critiques et l'orientation cristallographique de C_k . Si τ est la plus petite cission critique dans le polycristal, on a

$$\dot{W}^*((D_*^k)) \geq \tau \sum_{k=1}^N p_k \|D_*^k\| \quad (7)$$

Cette condition de "coercivité" entraîne que le minimum $\dot{W}_0(D)$ de \dot{W} sur la variété linéaire (de \mathcal{J}_0^N) définie par la contrainte (2.a) est atteint. De plus si la loi de comportement locale $\sigma^k = F^k(D^k)$ est dérivable (cette loi ne peut être déduite de la seule loi de Schmid qui conduit à une surface d'écoulement Σ^k polyédrique et donc à des indéterminations de σ^k), alors (3) entraîne

$$\frac{\partial \dot{W}^k}{\partial D_*^k} = F^k(D_*^k), \quad \frac{\partial \dot{W}^*}{\partial D_*^k} = p_k F^k(D_*^k) \quad (8)$$

ce qui prouve que le minimum cherché est analytique. En écrivant la condition analytique on voit d'après (8) que, pour qu'une famille $(D^k)_{k=1, N}$ de tenseurs vérifiant (2.a) réalise le minimum ($\dot{W}^*((D^k)) = \dot{W}_0(D)$), il faut et il suffit que les contraintes associées $\sigma^k = F^k(D^k)$ vérifient

$$\sum p_k \sigma^k : D_*^k = (\sum p_k \sigma^k) : (\sum p_k D_*^k) \quad (9)$$

pour toute famille (D^k) satisfaisant (2.a).

Ce résultat ne repose que sur (8) et sur la convexité des fonctions

\hat{W}^k ; il s'étend donc immédiatement à d'autres agrégats de constituants admettant une "fonction énergie" convexe [10] telle que l'on ait (8), même lorsque cette fonction n'est plus la puissance plastique. Supposons alors que les moyennes σ^k du champ réel σ^μ associé au taux macroscopique D vérifient (9). L'hypothèse d'homogénéité statistique des champs réels dans chaque constituant signifie que l'on a $\sigma^k = F^k(D^k)$ (les moyennes sont reliées par la loi de comportement globale du constituant). Ainsi, la répartition réelle (D^k) réalise le minimum analytique $\hat{W}_0(D)$.

Pour le polycristal, dont les constituants sont standard, la fonction énergie est bien la puissance plastique locale et lorsque le minimum $\hat{W}_0(D)$ est atteint par la répartition réelle, il s'identifie donc à la puissance plastique macroscopique $\hat{W}(D) = \sigma : D$. Nous allons voir que la condition d'extremum (9) est purement statistique.

III. CONDITION D'EXTREMUM ET HOMOGENEITE STATISTIQUE

III.1. DEFINITION D'UN AGREGAT STATISTIQUEMENT HOMOGENE

L'homogénéité statistique des champs σ^μ et D^μ au sens de Hill-Mandel est une notion asymptotique : c'est parce que les fluctuations $\sigma^\mu - \sigma$, $D^\mu - D$ sont d'amplitude bornée et de "longueur d'onde" faible devant les dimensions de l'agrégat (ou du constituant) que l'on peut négliger $\sigma^\mu : D^\mu - \sigma : D$ devant $\sigma : D$. Mathématiquement il faut pouvoir passer à la limite et donc disposer d'un agrégat (ou d'un constituant) occupant l'espace entier ; physiquement, il suffit d'obtenir des majorations dépendant de facteurs estimés "petits" [9]. De même pour justifier la condition (9), nous admettons que l'agrégat est infini, réunion d'une suite de constituants $(C_k)_{k=1, \infty}$. Comme nous les supposons homogènes, leur "état" $X^k = (\chi^k_i)$ est bien défini ; pour un polycristal les variables d'état χ^k_i pourraient être les cissions critiques, l'orientation cristallographique et le volume de C_k (ce dernier n'est pas invariable au cours du temps si l'on admet que les constituants se fragmentent). En associant à un point x l'état $X = F(x)$ du constituant auquel appartient x , on définit (sauf sur les frontières) une application de l'espace physique \mathbb{R}^3 vers l'espace des états E . Dans un échantillon Ω de l'agrégat infini, on caractérise la répartition volumique des états par une loi de probabilité sur E :

$$P_\Omega(A) = v(\Omega \cap F^{-1}(A)) / v(\Omega) \quad (10)$$

i.e. le volume relatif des constituants coupant Ω et dont l'état est dans la partie A de E . L'homogénéité statistique de l'agrégat se définit comme l'existence de volumes représentatifs Ω , c'est-à-dire tels que P_Ω est "proche" de

P_Ω si Ω' est "grand". Ces notions sont formalisées [9]. Disons ici que la notion à introduire est une proximité "floue" : on ne peut exiger que $P_\Omega(A) - P_{\Omega'}(A)$ soit petit que pour des parties A pas trop "fines" (relativement à $F(\Omega)$ et $F(\Omega')$). Car sinon, P_Ω et $P_{\Omega'}$ ne seraient "proches" que si, à un petit volume près, tous les états des constituants de Ω étaient présents, et à des fractions volumiques voisines, parmi les états des constituants de Ω' : ce serait une définition trop exigeante.

L'existence de volumes arbitrairement représentatifs permet de définir par passage à la limite une loi de probabilité P pour l'espace entier (occupé par l'agrégat) : P caractérise la répartition volumique globale des états de l'agrégat statistiquement homogène (S.H.). En général P n'est plus une loi discrète ; ceci permet en particulier d'interpréter la définition classique de la fonction de distribution des orientations comme une densité de probabilité [17], alors que pour un agrégat fini de cristaux parfaits ce devrait être une loi discrète. Une famille virtuelle (D_*^k) $k = 1, \infty$ de taux de déformation moyens est considérée comme une variable aléatoire D_* sur E.

Toute famille finie $(D_*^{k(i)})_{i=1, N}$ donnée pour les constituants d'un domaine borné Ω , peut se prolonger en une telle famille définie dans tout l'agrégat : pour chaque constituant défini par son état X on fait la moyenne des $D_*^{k(i)}$ correspondant aux constituants de Ω dont les états sont les plus proches de X. Lorsque l'agrégat est S.H. le prolongement obtenu D_* est lui-même S.H., en un sens un peu compliqué. En utilisant le fait que le champ σ^μ est S.H., on en déduit que si l'on se donne un échantillon Ω assez représentatif, alors (en notant $\overline{D_*^{k \Omega}}$ la moyenne volumique des D_*^k dans Ω) le prolongement de toute famille $D_*^{k(i)}$ définie pour les constituants de Ω et vérifiant $\| \overline{D_*^k} \|_{\Omega} < 1$, est tel que

$$\| \overline{\sigma^k \Omega} - \overline{\sigma^k \Omega'} \| < \epsilon \quad (11)$$

$$\| \overline{D_*^{k \Omega}} - \overline{D_*^{k \Omega'}} \| < \epsilon / \sup_{k > 1} \| \sigma^k \| \quad (12)$$

$$\| \overline{\sigma^k : D_*^{k \Omega}} - \overline{\sigma^k : D_*^{k \Omega'}} \| < \epsilon \quad (13)$$

lorsque Ω' est un cube quelconque de côté L' assez grand. Si de plus la répartition linéique des états dans l'agrégat est asymptotiquement proche de la répartition volumique, en un sens "global" peu exigeant - alors on a :

$$\overline{D_*^{k \Delta'}} - \overline{D_*^{k \Omega'}} \rightarrow 0, \quad L' \rightarrow \infty \quad (14)$$

où Δ' est un segment de droite quelconque inclus dans le cube Ω' et parallèle à l'un de ses côtés, le symbole $\overline{\Delta'}$ désignant la moyenne linéique dans Δ' . Nous

indiquons ci-après pourquoi (14) entraîne que (9) est asymptotiquement valable pour (D^{k*}) dans Ω' , d'où il résulte grâce à (11-13) que (9) est valable dans Ω à 3ε près pour toutes les familles (D^{k*}) vérifiant

$$\| \| D^{*k} \| \|_{\Omega} < 1$$

Dans le cas où la fonction énergie est la puissance plastique (cas du polycristal) on en déduit en utilisant (7) une majoration de l'écart entre la puissance plastique réelle et le minimum de la fonction énergie globale :

$$0 < (\dot{W}(D) - \dot{W}_0(D)) / \dot{W}_0(D) < 3\varepsilon / \tau \quad (15)$$

III.2. UTILISATION DE LA CONDITION (14)

Nous résumons fortement cette étape purement mathématique [9]. On fixe le cube Ω' , de côté L' assez grand pour que l'écart maximal entre une moyenne linéique et la moyenne volumique $\overline{D_*^{k\Omega'}}$ soit inférieur à un δ donné, en vertu de (14). On démontre l'existence, $\forall \eta > 0$, d'un champ de vitesse $V^{\mu*}$ incompressible et régulier ($H^1(\Omega')$), tel que le champ de vitesse de déformation $D^{\mu*} = e(V^{\mu*})$ associé vérifie

$$\overline{D_*^{\mu k}}^{C_k} = (\int_{C_k} D_*^{\mu} dv) / v(C_k) = D_*^k \quad \forall k \quad (16)$$

$$\left| \overline{\sigma^{\mu} : D_*^{\mu}}^{\Omega'} - \overline{\sigma^k : D_*^k}^{\Omega'} \right| < \eta \quad (17)$$

$$\left| \overline{\sigma^{\mu} : D^{\mu}}^{\Omega'} - \overline{\sigma^{\mu} : D_*^{\mu}}^{\Omega'} \right| < \eta + A\delta \quad (18)$$

où A est indépendant du cube Ω' , ce qui permet de conclure (§III.1.). Le champ $V^{\mu*}$ est obtenu de proche en proche dans des cubes formant une subdivision tridimensionnelle régulière de maille λ de Ω' . Pour un petit cube c_n on cherche V_n vérifiant

$$\overline{e(V_n)^{c_n}} = D_*^{k(n)}, \quad V_n|_{\partial c_n^-} = V_{n-1}|_{\partial c_n^-} \quad (19)$$

où ∂c_n^- est la réunion des trois faces de c_n dont la coordonnée constante est la plus petite, les axes de coordonnées a_i étant confondus avec trois côtés de Ω' . Pour cela on se donne d'abord un champ irrégulier :

$$W_n(x + \lambda a_i) = V_{n-1}(x) + \lambda D_*^{k(n)} \cdot a_i, \quad x \in \partial c_n^- \quad (20)$$

sur les trois faces opposées ∂c_n^+ à ∂c_n^- . Puis on régularise W_n et enfin on le prolonge à c_n entier. L'indice $k(n)$ est celui du constituant contenant le centre de c_n , en choisissant arbitrairement s'il y a ambiguïté. Ce

procédé assure, en se donnant $V_{*}^{\mu}(x) = \overline{D_{*}^{\mu}} \cdot x$ sur $\partial\Omega'^{-}$, que sur la face i de $\partial\Omega'^{+}$, $V^{\mu_{*}}(x)$ est arbitrairement proche de

$$\sum_j D_{*}^{kj} \Delta x^{kj} = \overline{D_{*}^k} \Delta \cdot L' a_i \quad (21)$$

où (k_j) est la liste des constituants C traversés par le segment $-\sqrt{\mu_{*}} \cdot [x - L' a_i, x] = \Delta$, et Δx^{kj} le segment intercepté sur C_{k_j} par Δ . On peut donc utiliser (14) et en déduire (18) en remplaçant les intégrales volumiques par les intégrales sur $\partial\Omega'$. En prenant une maille λ assez petite et en calculant $\overline{\sigma^{\mu}} : \overline{D^{\mu_{*}}}$ comme une somme d'intégrales sur les ∂c_n , on obtient (17), grâce à (20).

IV. CONCLUSION

La particularité de ce modèle et de notre modèle antérieur, est de considérer simultanément l'échelle microscopique de la mécanique des milieux continus et l'échelle supérieure des constituants. Ceci est nécessaire pour résoudre le problème crucial : caractériser la déformation des constituants en tant qu'entités homogènes en nombre fini. L'obstacle à cette caractérisation - le problème de la compatibilité des taux subis par les différents constituants - est levé par la théorie à peu près comme semble le faire la nature : par la considération de champs fluctuants sur une courte distance autour d'une moyenne qui varie d'un constituant à l'autre. La possibilité mathématique peut en être démontrée dans tous les cas (équ. 16). Des hypothèses naturelles d'homogénéité statistique conduisent alors (équ. 15) à la condition générale d'extremum dont le caractère analytique devrait conduire prochainement à des modèles maniables. D'ores et déjà, notre "modèle de Taylor hétérogène" antérieur, assez efficace, apparaît comme une approximation de ce modèle général.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] HILL R. - Continuum micro-mechanisms of elastoplastic polycrystals. J. Mech. Phys. Solids, 1 n° 13, p. 89, 1965.
- [2] HUTCHINSON J.W. - Elastic-plastic behaviour of polycrystalline metals and composites. Proc. Roy. Soc., n° A319, p. 247, 1970.
- [3] BERVEILLER M., ZAOUÏ A. - An extension of the self-consistent scheme to plastically flowing polycrystal. J. Mech. Phys. Solids, n° 26, p. 325, 1979.
- [4] BERVEILLER M., ZAOUÏ A. - Some applications of the self consistent scheme in the field of plasticity and texture of metallic polycrystals. "Large deformations of solids : physical basis and mathematical modelling", J.

- Zarka, S. Nemat-Nasser, Eds., Elsevier, London - New York, 1986.
- [5] VAN HOUTTE P. - Some recent developments in the theories for texture formation. ICOTOM 7, C.M. Brakman et al., Eds., Netherl. Soc. Mater. Sci., Zwijndrecht, p. 7, 1984.
 - [6] ARMINJON M. - Explicit relationships between texture coefficients and three-dimensional yield criteria of metals. ICOTOM 7 (op. cit.), p. 31, 1984.
 - [7] ARMINJON M. - Théorie d'une classe de modèles de Taylor hétérogènes. Application aux textures de déformation des aciers. Acta Metall., n° 35, p. 615, 1987.
 - [8] ARMINJON M., DONADILLE C. - Comparison between experimental deformation textures of extra-mild steels and textures calculated by an extremum-based theoretical model. ICOTOM 8 (Santa Fé, 1987), S. Kallend, éd., à paraître.
 - [9] ARMINJON M. - Un système de modèles pour la déformation plastique des polycristaux. Mémoire d'habilitation (Univ. Paris-Nord), en préparation.
 - [10] HILL R. - New horizons in the mechanics of solids. J. Mech. Phys. Solids, n° 5, p. 66, 1956.
 - [11] BISHOP J.F.W, HILL R. - A theory of the plastic distortion of a polycrystalline aggregate under combined stresses. Phil. Mag., n° 42, p. 414, 1951.
 - [12] RENOARD M., WINTERBERGER M. - Détermination de l'amplitude des glissements dans la déformation plastique homogène d'un monocristal sous l'effet de contraintes et de déplacements imposés. C.R. Acad. Sci., n° II - 292, p. 697, 1981.
 - [13] HILL R. - The essential structure of constitutive laws for metal composites and polycrystals. J. Mech. Phys. Solids, n° 15, p. 79, 1967.
 - [14] MANDEL J. - Plasticité classique et viscoplasticité, C.I.S.M., Udine Springer Verlag, Vienne, 1971.
 - [15] FERNANDEZ J.V., SCHMITT J.H. - Dislocation microstructures in steel during deep drawing. Phil. Mag., n° 48 A, p. 841, 1983.
 - [16] DONS A.L., NES E. - T.E.M. investigation of early stages in cube texture formation in aluminium. ICOTOM 7 (Op. Cit. [5]), p. 53, 1984.
 - [17] BUNGE H.J. - Zur Darstellung allgemeiner Texturen. Z. Metallkde., n° 56, p. 872, 1965.

23 ème G. F. R. de BORDEAUX 88

ANISOTROPIE DU COMPORTEMENT ELASTOPLASTIQUE INDUITE
EN GRANDES DEFORMATIONS PLASTIQUES

CORVASCE F., KRIER J., LIPINSKI P., BERVEILLER M.

Laboratoire de Physique et Mécanique des Matériaux (UA CNRS)

Institut Supérieur de Génie Mécanique et Productique, ENIM

Ile du Saulcy 57045 Metz Cedex

Résumé

Ce travail est consacré à la modélisation du comportement élastoplastique des métaux en grandes déformations plastiques. En partant des méthodes de localisation et d'homogénéisation basées sur l'approximation autocohérente de l'équation intégrale reliant le gradient de la vitesse locale au chargement imposé sur la frontière, on déduit simultanément l'évolution des modules tangents et des surfaces de plasticité macroscopiques. Ces évolutions sont reliées à celle de la microstructure caractérisée par la scission critique sur les systèmes de glissement, les contraintes internes du second ordre, les textures cristallographiques et morphologiques.

INDUCED ANISOTROPIC BEHAVIOR OF ELASTOPLASTIC METALS
AT LARGE STRAINS

Abstract

This study deals with the modelling of the elastoplastic behavior of metals at large plastic strains. The evolution of tangent moduli and yield surfaces are deduced simultaneously from the concentration and averaging operations based on the self-consistent approach of the integral equation linking the local velocity gradient and the overall fields imposed on the boundary. These evolutions may be related to the evolution of the microstructure defined by the critical shear stresses on glide systems, the second order internal stresses and the crystallographical and morphological textures.

I. INTRODUCTION

L'anisotropie de comportement mécanique est un aspect essentiel des propriétés des matériaux, en particulier pour les problèmes de mise en forme par déformation plastique.

L'anisotropie de comportement mécanique résulte généralement de la nature cristalline des grains constituant le polycristal mono ou polyphasé et de la micro-

structure de l'agrégat.

- Pour le grain ou le monocristal, l'anisotropie élastique provient des liaisons interatomiques, fonctions de la structure électronique alors que l'anisotropie plastique résulte de différents mécanismes élémentaires (glissement plastique, maillage, transformation de phase...) dont le caractère est fortement cristallographique. L'anisotropie plastique pourra être décrite dans le cas du glissement plastique cristallographique, par l'orientation des systèmes de glissement, la cission critique, la densité de dislocations, etc...

- Pour l'agrégat, la microstructure granulaire, caractérisée par la forme et l'orientation (morphologique et cristallographique) des grains, la répartition spatiale des phases, est responsable de certains aspects propres du comportement global du matériau, en particulier de son anisotropie.

Dans le cas des grandes déformations plastiques, il est évident que l'anisotropie du comportement évolue avec la déformation du fait des changements de la microstructure du matériau, tant à l'échelle intragranulaire que de la microstructure de l'agrégat.

Ce travail est consacré à la modélisation du comportement élastoplastique des métaux en grandes déformations plastiques. Une équation intégrale reliant le gradient de la vitesse locale au chargement imposé sur la frontière a été proposée dans [1] et [2]. Une solution autocohérente de cette équation est développée et sert d'équation de localisation pour le gradient de la vitesse locale. En partant des relations de moyenne pour le milieu microhétérogène, on déduit, pour un trajet de déformation donné :

- 1) l'évolution de la microstructure du matériau caractérisée par
 - la cission critique sur les systèmes de glissement
 - les contraintes internes du second ordre
 - l'orientation cristallographique des grains
 - la forme des grains
- 2) les modules tangents élastoplastiques macroscopiques
- 3) l'évolution des surfaces d'écoulement plastique.

Nous ne présentons ici que des résultats de cette modélisation renvoyant à [1] et [2] pour la formulation théorique.

II. RESULTATS CONCERNANT LE COMPORTEMENT MACROSCOPIQUE

Le modèle proposé est appliqué au cas d'un polycristal CFC décrit par 100 grains dont l'orientation cristallographique initiale est aléatoire et la forme

sphérique. Dans l'état initial, il n'y a pas de contraintes internes et les cissions critiques sont identiques sur tous les systèmes de glissement. L'élasticité du monocristal est supposée isotrope de module de cisaillement $\mu = 3000 \text{ daN/mm}^2$ et de rapport de Poisson $\nu = 0.3$. Les normales aux plans de glissement sont du type $\langle 111 \rangle$ et les directions de glissement sont parallèles à $\langle 110 \rangle$.

Ce polycristal, initialement isotrope, est déformé selon quatre trajets de chargement différents :

- traction simple
- traction plane équilibaxée
- traction compression (ou laminage)
- traction torsion

jusqu'à des déformations de l'ordre de 60%.

La figure 1 représente, pour différents chargements, l'évolution de la contrainte équivalente, au sens de Von Mises, avec la déformation plastique équivalente. Conformément aux observations expérimentales [3], les courbes ne sont pas superposées et, pour une amplitude de déformation plastique donnée, la contrainte d'écoulement en cisaillement est inférieure à celle de l'essai de traction. Ces différences sont à attribuer à la fois aux textures induites et aux contraintes internes.

La figure 2 décrit dans les plans $(\Sigma_{11}, \Sigma_{22})$ et $(\Sigma_{11}, \Sigma_{12})$ les frontières du domaine élastique initial (en chargement radial) pour différentes définitions de la limite élastique. Dans les deux cas, la surface initiale correspond au critère de Tresca et tend vers le critère de Von Mises.

La figure 3 décrit dans le plan $(\Sigma_{11}, \Sigma_{12})$ l'évolution de la surface de plasticité (définie par l'état de contrainte correspondant à une déformation plastique équivalente de 0.2%) pour deux trajets de chargement différents

- Fig. 3a : chargement en traction simple
- Fig. 3b : chargement en cisaillement simple.

Les évolutions calculées de l'écroûissage sont comparables aux mesures expérimentales de Bui [4] sur l'aluminium. On constate la présence simultanée d'un écroûissage isotrope, cinématique et d'une déformation complexe de la surface de plasticité qui présente un point anguleux plus ou moins marqué dans la direction de chargement.

Des résultats analogues ont été obtenus pour des prédéformations en traction-compression et en traction équilibaxée [5] mais dans ces cas, les évolutions des surfaces ne sont pas semblables. Dans le cas de la traction-compression, il ne semble pas se développer de point anguleux dans la direction de chargement. Ces

points anguleux favorisent l'apparition d'instabilités plastiques dont le développement est lié à l'évolution des modules élastoplastiques tangents.

La figure 4 représente l'évolution des modules élastoplastiques tangents en traction simple en fonction de la déformation plastique équivalente pour différentes prédéformations d'amplitude et de nature variables. L'évolution de ces modules semble en accord avec les observations expérimentales et permet une meilleure approche de la bifurcation que celle que l'on peut obtenir à partir d'une théorie incrémentale phénoménologique.

III. EVOLUTION DE LA MICROSTRUCTURE DU MATERIAU

Ainsi qu'il a été rappelé dans l'introduction, l'évolution du comportement du matériau avec le chargement est à attribuer à la modification de la microstructure induite par la déformation. La description complète de cette microstructure et de son évolution peut se faire également à partir de l'équation intégrale. Les différentes parties de la microstructure décrites ici concernent les contraintes internes (résiduelles) du second ordre et les textures cristallographiques. Du fait de l'incompatibilité de la déformation plastique, des contraintes résiduelles subsistent dans le polycristal et constituent l'une des sources d'énergie bloquée, l'autre étant associée aux dislocations. Le travail "plastique" W_a fourni à l'élément de volume se décompose en chaleur Q et en énergie bloquée W_b . La fraction d'énergie bloquée $F = W_b/W_a$ a été mesurée par Chrysochoos [6] qui observe une décroissance de F avec la déformation plastique. Une évolution analogue a été observée dans la présente modélisation. La figure 5 représente l'évolution de la fraction d'énergie bloquée F avec la déformation plastique macroscopique ϵ^P . Il a été montré [7] que la part d'énergie bloquée associée aux contraintes internes du second ordre est prépondérante par rapport à l'énergie bloquée associée aux dislocations.

Dans le cas d'un chargement séquentiel (une première phase en traction simple suivie d'une compression), un phénomène de restitution partielle d'énergie bloquée a été mis en évidence (Figure 6) et confirmé expérimentalement [8]. La prise en compte des contraintes internes est essentielle pour décrire correctement les transitions élastoplastiques. Pour des déformations plus importantes, c'est la texture cristallographique du polycristal qui est profondément modifiée.

La figure 7 représente, sous forme de figure de pôle 111, l'évolution de l'orientation cristallographique des grains par rapport au repère (DL,DT,DN) lors d'une déformation en laminage. Cette évolution importante, conforme aux observations expérimentales (Fig. 7e d'après Bunge [9]) est la source principale de l'anisotropie induite en grandes déformations plastiques.

IV. CONCLUSIONS

Nous avons développé un modèle théorique et les logiciels correspondants permettant de décrire le comportement élastoplastique des polycristaux métalliques, à partir des mécanismes physiques de déformation et de la microstructure du matériau. La confrontation des résultats théoriques et des observations expérimentales, tant en ce qui concerne le comportement global que la microstructure est satisfaisante.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] LIPINSKI P., BERVEILLER M. - "Elastoplasticity of Micro-Inhomogeneous Metals at Large Strains", A paraître dans Int. J. Plasticity.
- [2] LIPINSKI P., BERVEILLER M. - "Integral equation and Self-consistent Method for Inhomogeneous Metals at Large Plastic Deformations", IUTAM/ICM Symposium, Yielding, Damage and Failure of anisotropic Solids, Villard de Lans, 1987.
- [3] TOME C., CANOVA J.R., KOCKS U.F., CHRISTODOULON N., JONAS J.J. - Acta Met., Vol.32, pp 1637-1653, 1984.
- [4] BUI H.D. - "Ecrouissage des métaux", C.R. Acad. Sci., Paris, Vol.259, pp 4509-4512, 1964.
- [5] KRIER J., LIPINSKI P., BERVEILLER M., A paraître.
- [6] CHRYSOCHOOS A. - Dissipation et blocage d'énergie lors d'un écrouissage en traction simple, Thèse d'Etat, Université Montpellier, 1987.
- [7] CORVASCE F., LIPINSKI P., BERVEILLER M. - Stored Energy in elastoplasticity of Metals, Int. Sem. : The inelastic behavior of solids : Models and Utilization, Besançon, 1988.
- [8] BEVER M.B., HOLT D.L., TITCHENER A.L. - Prog. in Mat. Sciences, Vol.17, 1973.
- [9] BUNGE H.J. - Entstehung von Verformungstexturen in metallischen Werkstoffen, Krist. und Technik, Vol.6, pp 667-728, 1971.

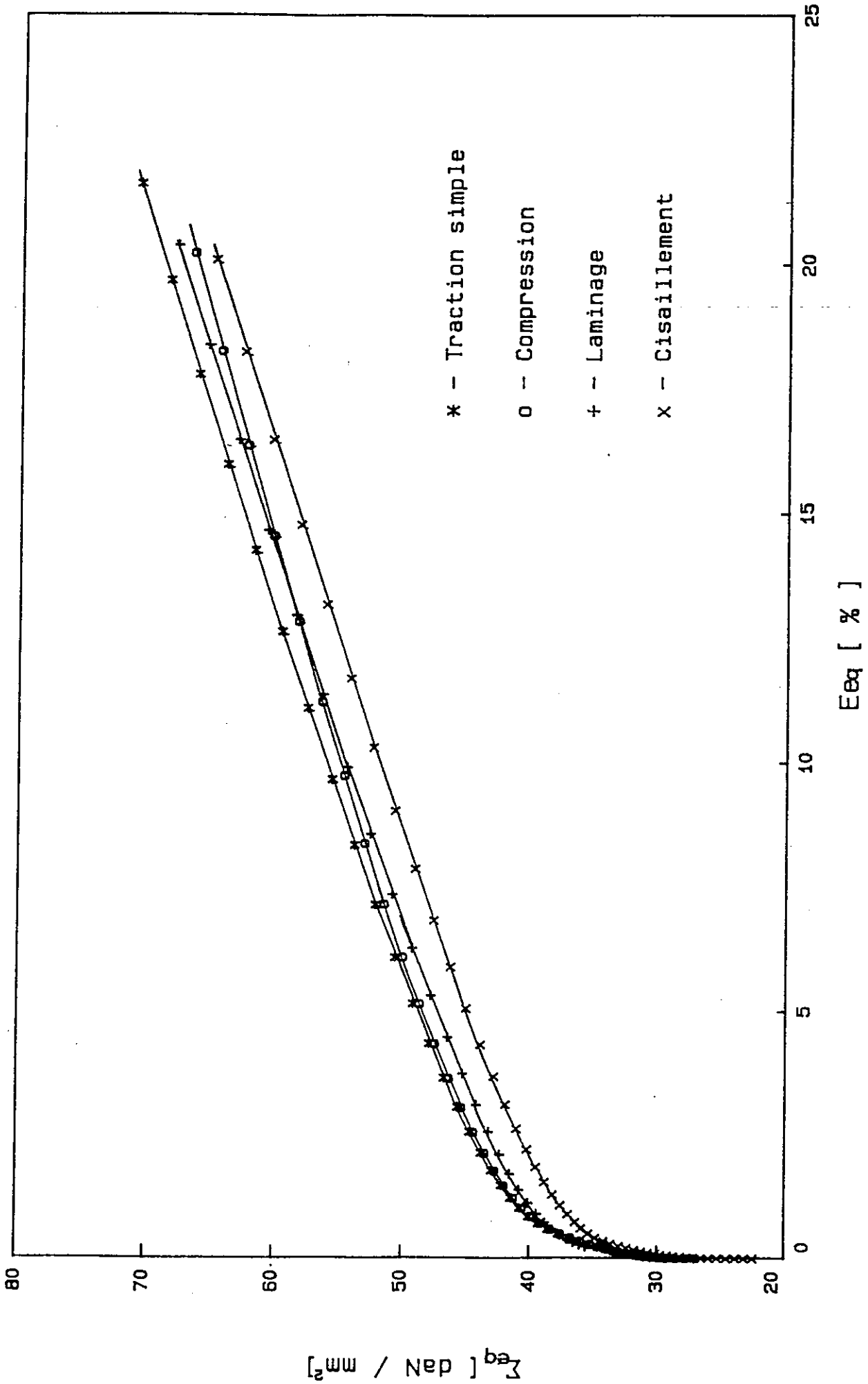


Figure 1 : Courbes contrainte-déformation plastique équivalentes pour différents chargements

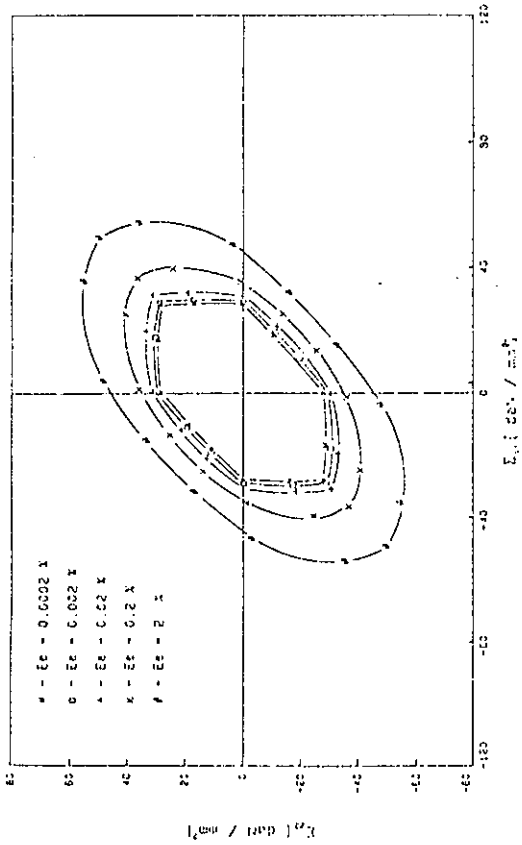
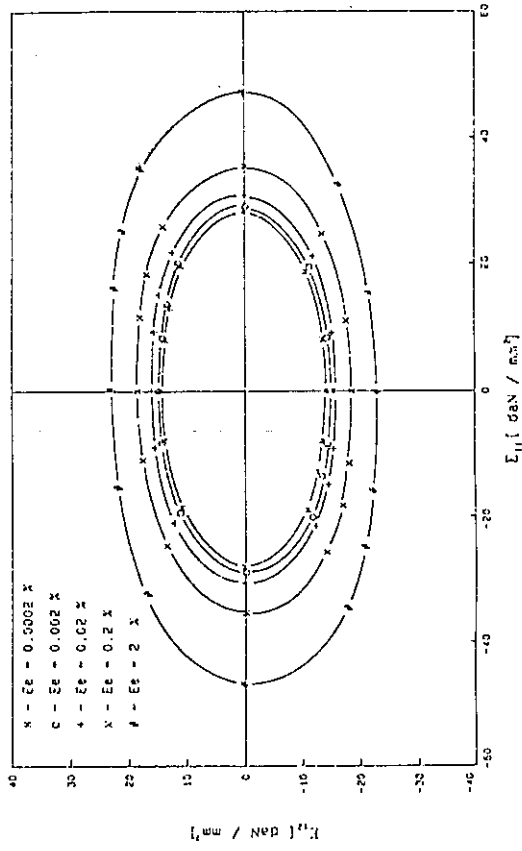
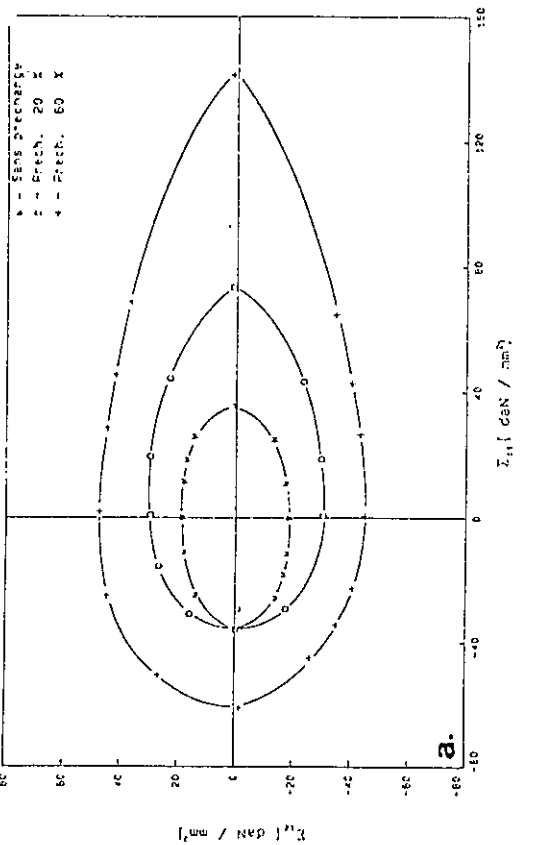
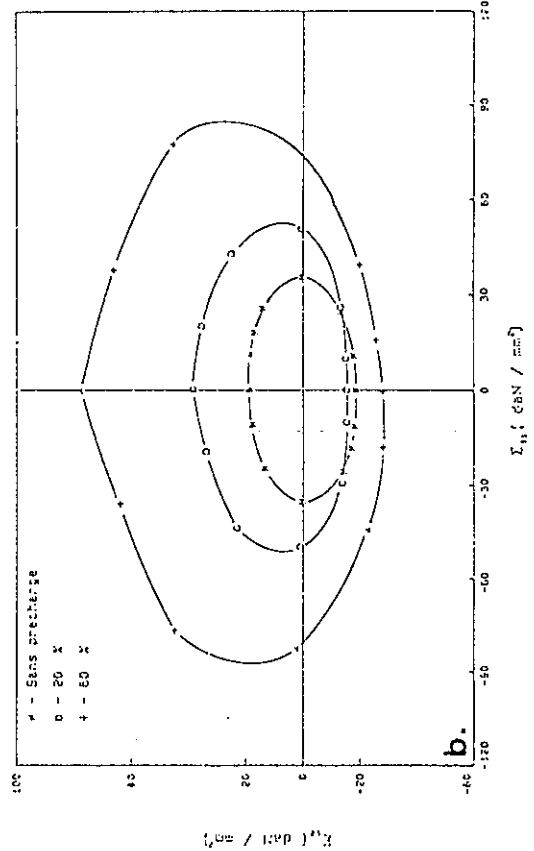


Figure 2 : Frontière du domaine élastique initial en chargement radial.



a. Chargement en traction simple
b. Chargement en cisaillement simple.

Figure 3 : Evolution de la surface de plasticité

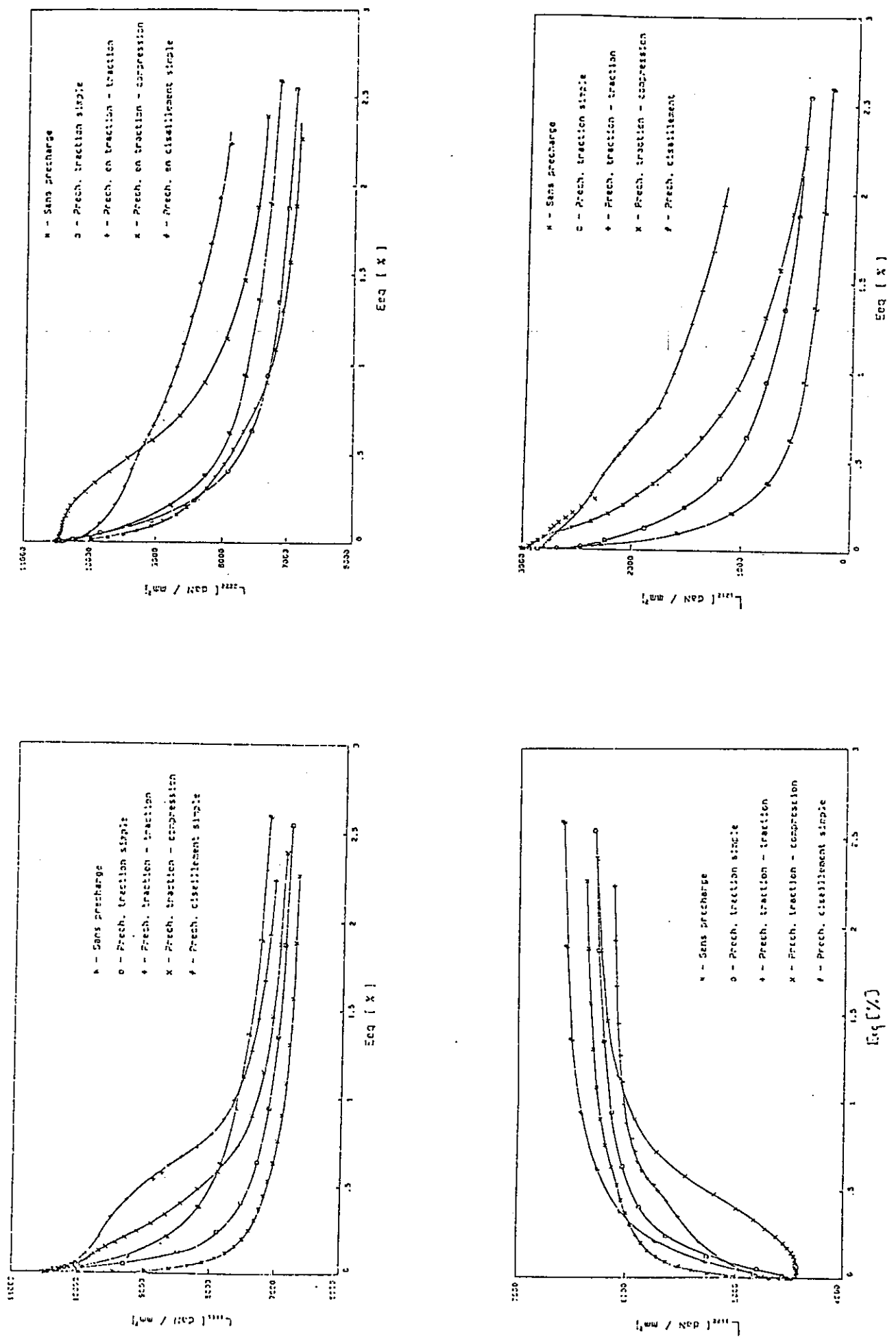


Figure 4 : Evolution des modules élastoplastiques tangents en traction simple pour différentes prédéformations de 60%.

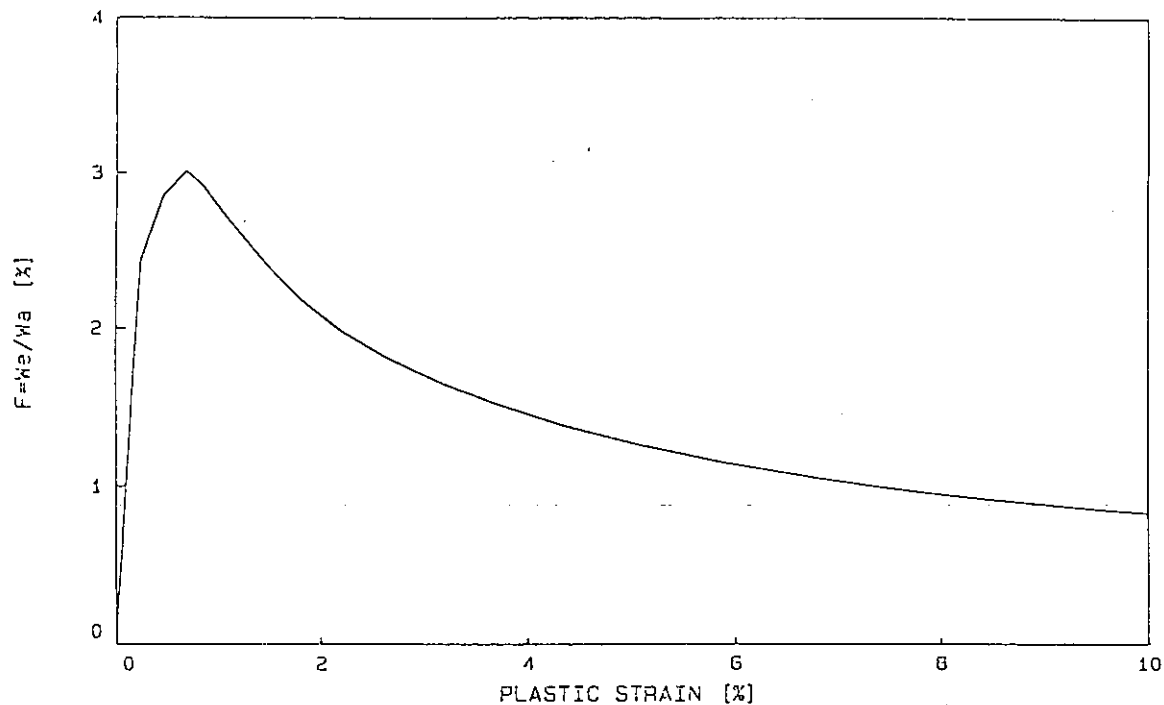


Figure 5 : Evolution de la fraction d'énergie bloquée avec la déformation plastique macroscopique.

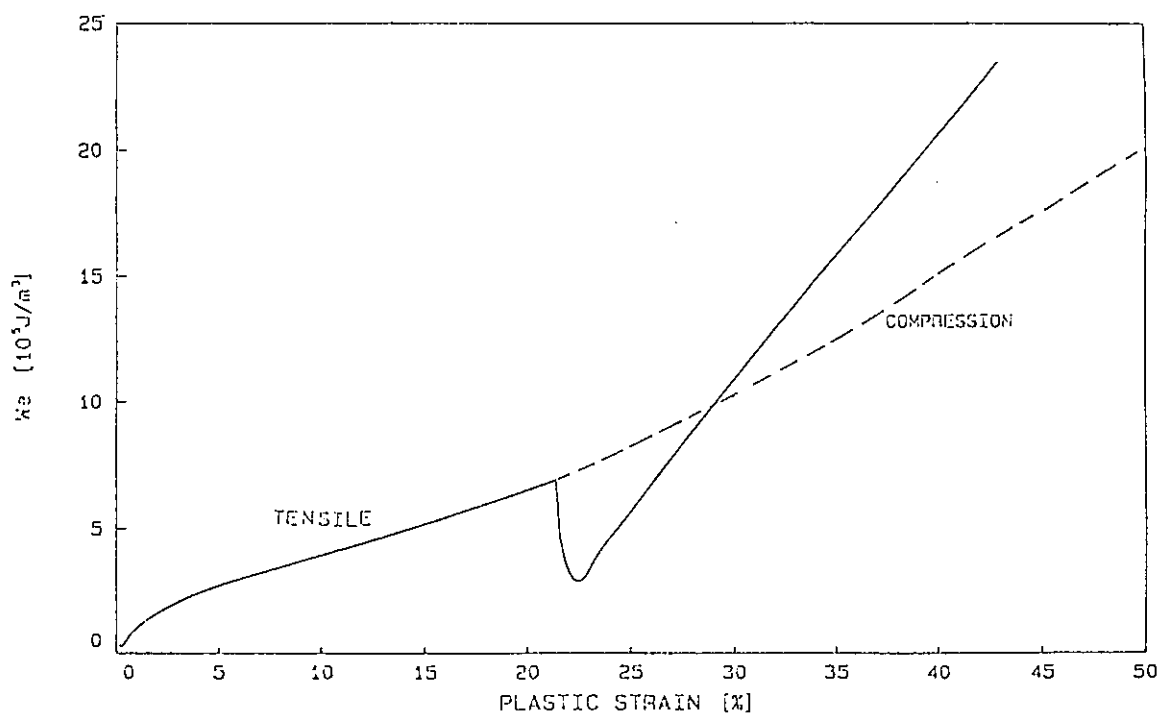


Figure 6 : Evolution de l'énergie bloquée au cours d'un chargement séquentiel (traction, compression).

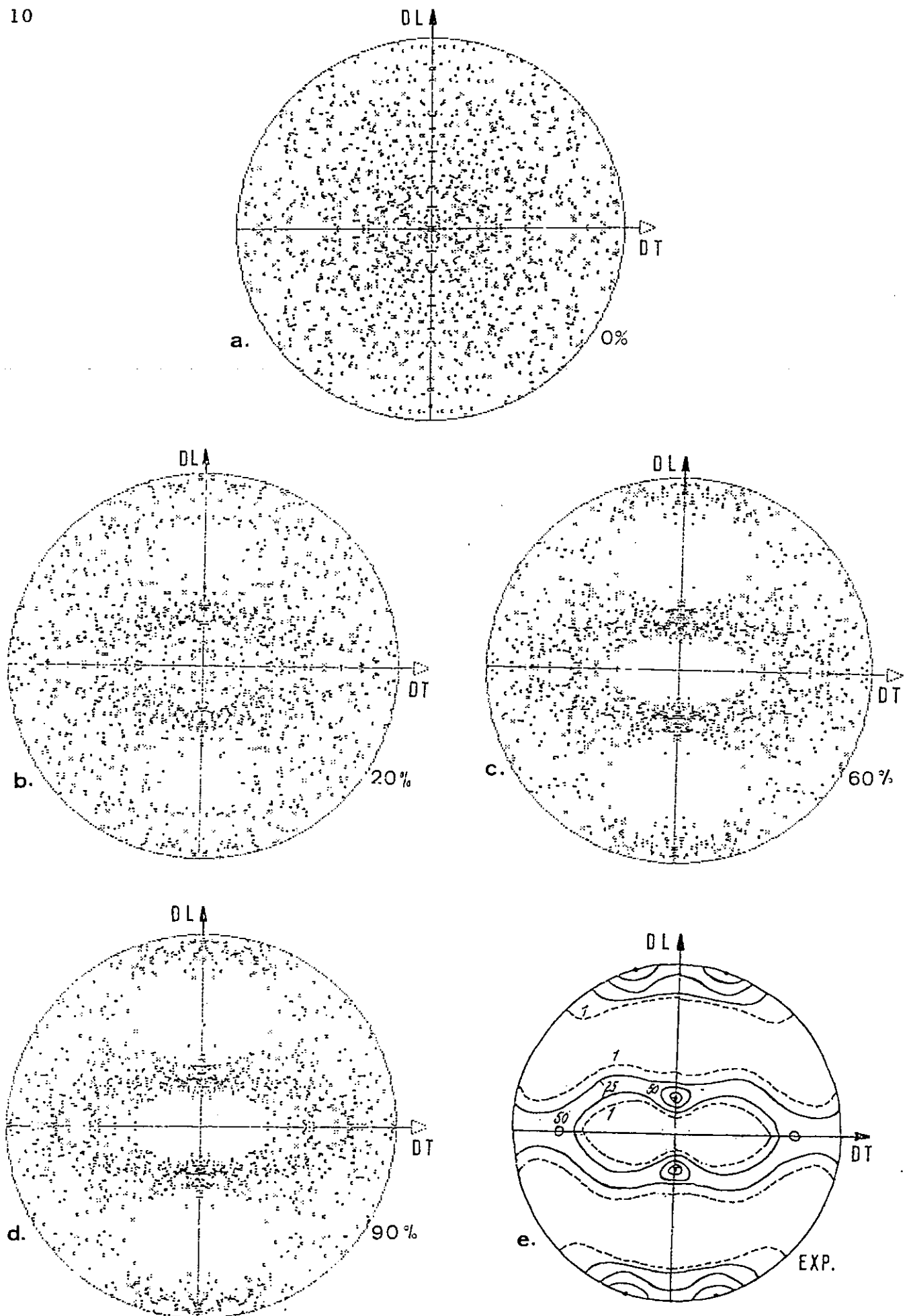


Figure 7 : Evolution d'une figure de pôle { 111 } avec le taux de déformation en laminage et comparaison avec l'expérience (7e).

**MODELISATION DES COUPLAGES GONFLEMENT-HYGROMETRIE
ET ENDOMAGEMENT-HYGROMETRIE POUR UN MATERIAU
CANDIDAT A LA BARRIERE OUVRAGEE**

LAHLOU R. BRETTELLÉ S. ROBINET J C. LGCO Laboratoire de Génie Civil d'Orléans
BROC D. PLAS F. CEA Commissariat à l'Energie Atomique

Résumé

L'objectif de ce papier est l'analyse non linéaire des couplages gonflement-hygrométrie et endomagement-gonflement d'un matériau candidat pour la barrière de protection des déchets radioactifs. Le comportement rhéologique du matériau est considéré élasto-plastique avec plasticité non associative et écrouissage isotrope. Le premier couplage gonflement-hygrométrie a été formulé comme un problème de diffusion d'humidité associé à des déformations volumiques de gonflement. La méthode des éléments finis est employée pour prédire les variations temporelles de la saturation et du déplacement. La modélisation a été appliquée aux cas des gonflements libre, oedométrique et comparée aux résultats expérimentaux. Le couplage endomagement-gonflement est simulé en considérant le concept de Kachanov et que l'endomagement dépend uniquement des déformations volumiques de gonflement. Des modélisations du comportement du matériau saturé sur chemin triaxial sont présentées et comparées à des résultats expérimentaux.

**MODELISATION OF SWELLING-HYGROMETRY COUPLING
AND DAMAGE-HYGROMETRY COUPLING FOR A MATERIAL
DESTINATED FOR ENGINEERED BARRIER**

Abstract

The object of this paper lies in the analysis of the hygrometry-swelling coupling and of the damage-swelling coupling of the material served for barrier used in protection of radioactive wastes. The rheological behaviour of the material is considered elasto-plastic being non-associated and isotropic hardening. The first coupling between swelling-hygrometry has been treated as a problem of the humidity diffusion connected with the swelling volumetric strains. The finite elements method is applied in the prediction of temporal variation of the saturation and of the displacement. The modelisation has been used in the free swelling test and oedometric swelling one in comparison with the experimental results. The second coupling between damage-swelling has been simulated by rendering the Kachanov's concept and that the damage depends only on the swelling volumetric strains. The simulations of the triaxial behaviour of the saturated material are presented here and compared with the experimental data.

I INTRODUCTION

Il est envisagé dans le cas du stockage des déchets radioactifs d'interposer entre le container et la roche d'accueil un système de protection étanche pour éviter la pollution du milieu naturel (Cf figure 1).

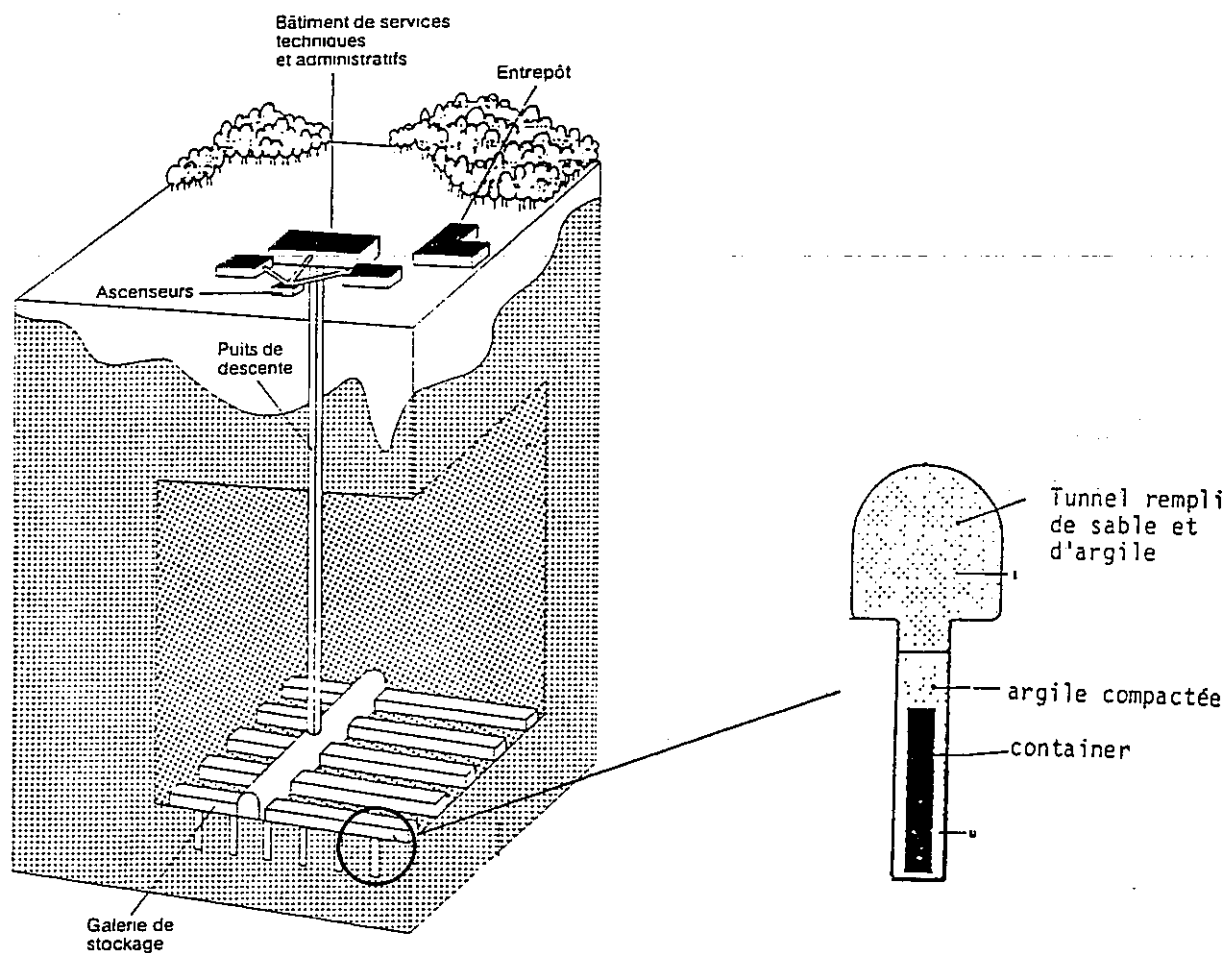


Figure 1 Exemple d'un site de stockage

Ce matériau constitué d'argile appelé "barrière ouvragée" devra présenter de bonnes qualités de gonflement pour permettre dans le cas d'un endommagement une auto-réparation sous l'influence d'une augmentation d'hygrométrie. La barrière ouvragée réalisée par compression isotrope (60 Mpa) d'une poudre d'argile permet d'avoir un bon contact avec les agrégats et d'obtenir un matériau possédant de bonnes caractéristiques mécaniques. Cependant sous l'augmentation de l'hygrométrie provenant de la roche d'accueil un gonflement et une dégradation des caractéristiques mécaniques du matériau sont observés. Il est donc fondamentalement important que le colis de déchets ne rentre pas en contact avec la roche aussi une simulation numérique du comportement d'un tel ouvrage sous différents scénarios est nécessaire ce qui induit la connaissance du comportement rhéologique du matériau de la barrière ouvragée. Dans cette

modélisation le couplage mécanique endommagement-hygro-métrie est proposé à travers un modèle élasto-plastique associé à un problème aux limites de diffusion.

II MODELISATION ELASTO-PLASTIQUE DU MATERIAU SEC

Les essais ont été réalisés dans une cellule triaxiale à haute pression avec un dispositif de mesure de la déformation radiale Broc and al (1987). Les caractéristiques du matériau testé Foca2 sont représentées dans le tableau 1

Teneur en eau	Indice des vides	Degré de saturation	Concentration hygrométrie	Densité g/cm ³	Densité g/cm ³
5 %	0,556-	26 %	0,0928-	1,87-	1,776-
	0,569		0,094	1,89	1,8

Tableau 1 Propriétés du matériau sec

Le modèle élasto-plastique choisi possède une seule surface de charge à plasticité non associative Broc and al (1987). Les déformations totales sont la contribution des déformations élastiques $\dot{\epsilon}^e$ et plastiques $\dot{\epsilon}^p$:

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}^e + \dot{\epsilon}^p$$

Les déformations élastiques sont données par la théorie de l'élasticité linéaire:

$$E = E_0 \left[\frac{p}{p_a} \right]^n \quad \nu = 0,2$$

L'existence de déformations plastiques est déterminée par la position de la surface de charge du type Cam clay avec écrouissage isotrope:

$$f[\sigma, \epsilon_v^p, \delta] = \left[\frac{3}{2} s_{ij} \cdot s_{ij} \right]^{1/2} - \left[\frac{3}{2} s_{ij}^{(0)} \cdot s_{ij}^{(0)} \right]^{1/2} + M_p \left[1 - \ln \frac{p}{p_{co}} + \beta \cdot \epsilon_v^p \right] - \delta = 0$$

s_{ij} : déviateur de contrainte

e : déformation déviatoire

Les déformations plastiques sont proposées à partir d'une plasticité non associative

$$\dot{\epsilon}_{ij}^p = \lambda \cdot \Psi_{ij}$$

$$\Psi_{ij} = \frac{3}{2} \frac{s_{ij}}{q} + \left[\frac{M - \frac{q - q_0}{p}}{1 + M \left[\frac{1}{3} - \frac{2}{3} \frac{M(q - q_0)}{p} \right]} \right] \frac{\delta_{ij}}{3}$$

L'évolution de l'écrouissage isotrope est proposée non linéaire:

La figure 2 montre la comparaison des résultats prédits par le modèle et expérimentaux pour des chargements monotones en compression triaxiale.

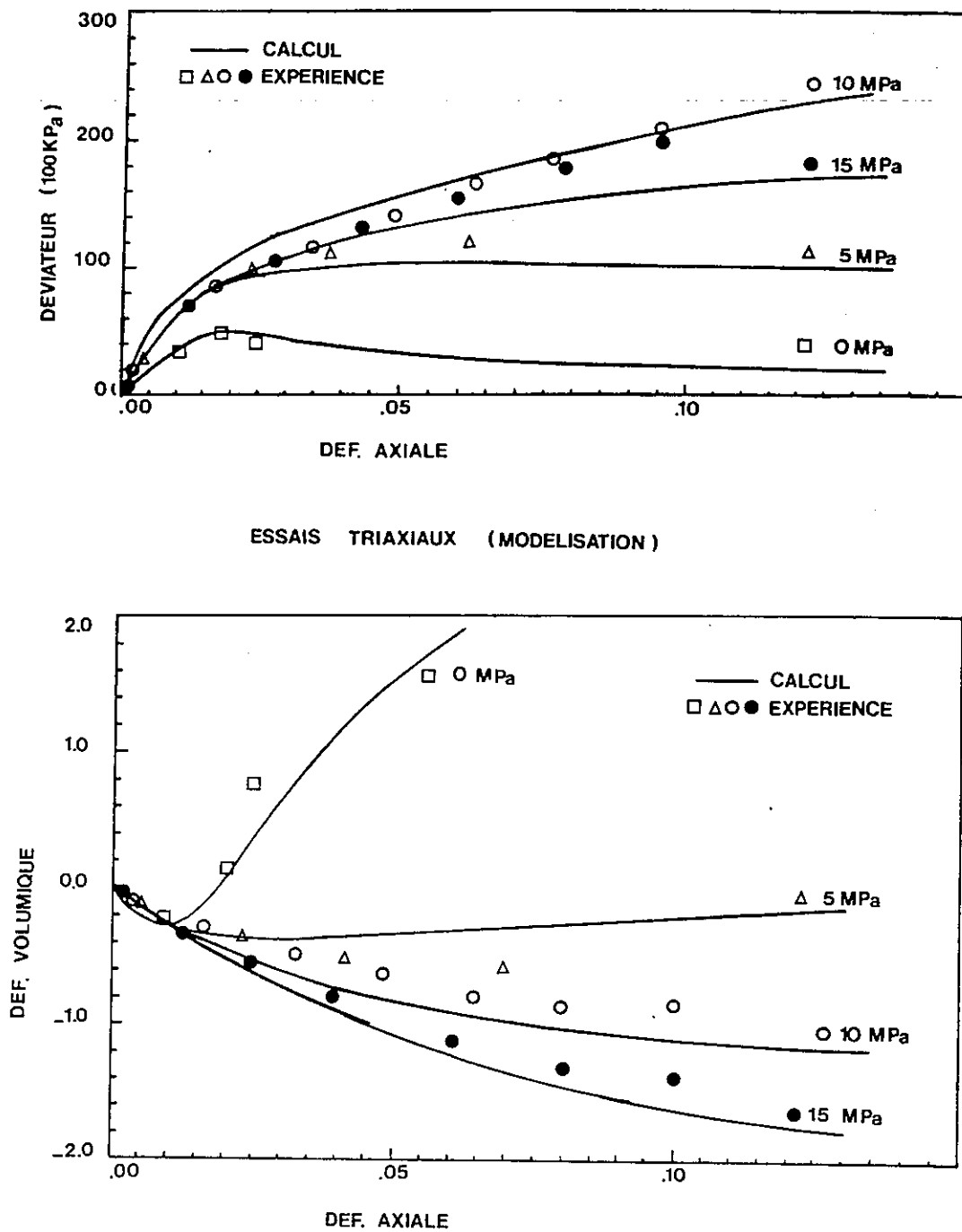


Figure 2 Comparaison entre simulation et résultats expérimentaux

III MODELISATION DU COUPLAGE GONFLEMENT-HYGROMETRIE

Dans le cas des sols partiellement saturés Bishop (1959) a suggéré une relation:

$$\sigma' = (\sigma - U_a) + \chi(U_a - U_w)$$

avec

σ' contrainte effective intergranulaire

σ contrainte totale

U_a pression de l'air

U_w pression de l'eau

χ fonction variant de 0 à 1 avec le degré de saturation

Coleman (1962) Blight (1965) Matyas and Radhakrishnas (1969) ont proposé différentes expressions de χ . Enfin Chang and Duncan (1983) utilisent le concept de fluide homogénéisé:

$$\sigma' = \sigma - U_m$$

Pour cette étude nous avons considéré que les pressions interstitielles étaient négligeables devant les contraintes aux limites et ainsi le problème est ramené à celui de la diffusion d'une concentration d'humidité qui provoque une variation volumique du matériau. La vitesse de transfert de l'humidité f est régie par:

$$f = - D_m \cdot \nabla C \quad (1)$$

$$C = n \cdot S_r$$

D_m : coefficient de diffusion n : porosité S_r : degré de saturation

L'équation de continuité pour un élément de volume est traduite par:

$$D_m \cdot \nabla^2 C = \frac{\partial C}{\partial t} \quad (2)$$

avec

$$D_m \cdot (A \cdot W_i + n \cdot S_r \cdot i) = W_i \cdot A \cdot S_r + n \cdot \dot{S}_r$$

$$A = n - 1$$

W_i est le déplacement

Le comportement rhéologique du matériau saturé est alors proposé sous la forme:

$$d\varepsilon = d\varepsilon^{ep} + d\varepsilon^g$$

$$d\varepsilon^{ep} = M^{ep} d\sigma \quad \text{déformation élasto-plastique}$$

$$d\varepsilon^g = \beta dC \quad \text{déformation de gonflement}$$

$$d\sigma_k = C_{kl} \cdot d\varepsilon_l - \delta_{kl} \cdot \beta \cdot dC$$

On peut constater que l'on retrouve une formulation voisine de celle de Terzaghi

$$d\sigma = d\sigma + dU$$

avec

$$dU = -C^{ep} \beta dC$$

qui montre que lorsque la concentration en humidité augmente alors la pression interstitielle devient négative c'est la succion. En revanche pour le matériau saturé $S_r=1$ $dC = dn$ la contraction volumique induit des pressions interstitielles positives. Le couplage hygrométrie-mécanique intervient par l'intermédiaire de:

- la concentration d'humidité $C = n.S_r$

n : variation du volume du squelette

S_r : variation du volume de l'eau interstitielle

- le comportement rhéologique du matériau

$$d\sigma = C^{ep} d\varepsilon - C^{ep} \beta dC$$

$C^{ep} d\varepsilon$ comportement du squelette

$C^{ep} \beta dC$: variation de contrainte due à l'humidité

Les essais de gonflement libre réalisés par le CEA Plas (1988) montrent que le paramètre β est indépendant de la concentration d'humidité (Cf figure 3)

L'ensemble des conditions limites mécanique et hygrométrique peuvent être écrites sous la forme:

$$W_i = \bar{W}_i \quad \text{sur SD pour } t > 0$$

$$\sigma_{ij} = \bar{T}_i \quad \text{sur ST pour } t > 0$$

$$S_r = 0 \quad \text{sur Ss pour } t > 0$$

$$F_i n_i = \bar{q} \quad \text{sur Sq pour } t > 0$$

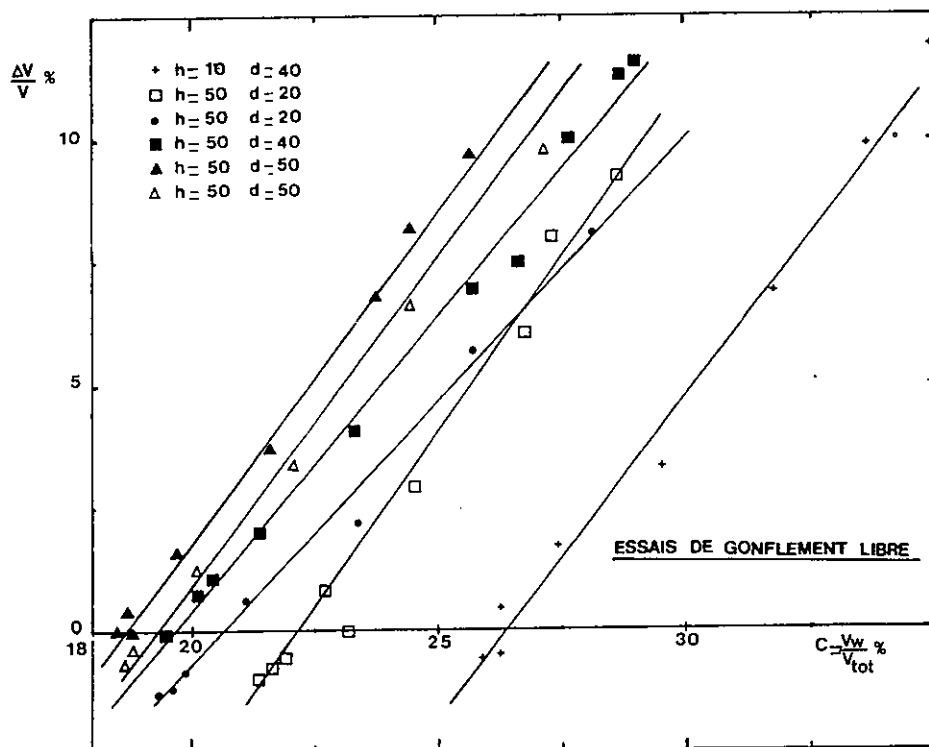


Figure 3 Essais de gonflement libre Plas (1988)

Formulation éléments finis

Nous sommes ramenés à deux séries d'équations couplées:

$$((C_{ijkl}).(0,5(W_{k,l} + W_{l,k}) - \delta_{ij} \cdot \delta_{kl} \cdot A \cdot S_r \cdot W_{i,i}),j + F_j = 0 \quad (4)$$

$$Dm.(A; W_{i,i} + n \cdot S_{r,i},i - W_{i,i} \cdot A \cdot S_r - N \cdot \dot{S}_r = 0 \quad (5)$$

La formulation éléments finis de ces équations est une approximation spatiale de ces 4 variables indépendantes W_i , S_r . Le domaine V analysé peut être décrit par un nombre fini d'éléments et les quantités W_i et S_r sont approximées aux noeuds de chaque élément:

$$W_i^* = \phi_{ij} \cdot W_j$$

$$S_r^* = \theta_j \cdot S_{rj}$$

avec j le nombre de noeuds et ϕ_{ij} les fonctions de forme en déplacement

En substituant ces expressions dans les équations (4), (5) et en utilisant une méthode de Galerkin des poids résiduels nous pouvons écrire le système d'équations suivant :

$$((C_{ijkl}).(0,5(W_{k,l}^* + W_{l,k}^*) - \delta_{ij} \cdot \delta_{kl} \cdot A \cdot S_r^* \cdot W_{i,i}^*),j + F_j = E_j \quad (6)$$

$$Dm.(A \cdot W_{i,i}^* + n \cdot S_{r,i}^*,i - W_{i,i}^* \cdot A \cdot S_r^* - n \cdot \dot{S}_r^* = E \quad (7)$$

ou E_j et E sont les erreurs des "résidus" correspondant aux équations approximées. La méthode de Galerkin stipule que les fonctions poids sont approximées par les mêmes fonctions de forme que W , S_r alors on peut écrire les équations (6), (7) sous forme matricielle:

$$[K]\{W\} + [C]\{S_r\} = \{F\} + \{\hat{T}\}$$

$$[L]\{\dot{W}\} - [H]\{S_r\} - [E]\{\dot{S}_r\} = \{R\}$$

La modélisation a été appliquée au gonflement libre des argiles de Provens Parcevaux (1960) et du CEA dont les caractéristiques utilisées sont présentées dans le tableau 2

Type d'argile	K mm ² /minute	β	C_0
Argile de Proven	0,16	0,3	0,15
Foca2 CEA	0,13	0,45	0,196

Tableau 2 Caractéristiques de gonflement des matériaux testés

La figure 4 montre l'évolution de la saturation dans l'échantillon et le gonflement résultant de l'augmentation de l'hygrométrie.

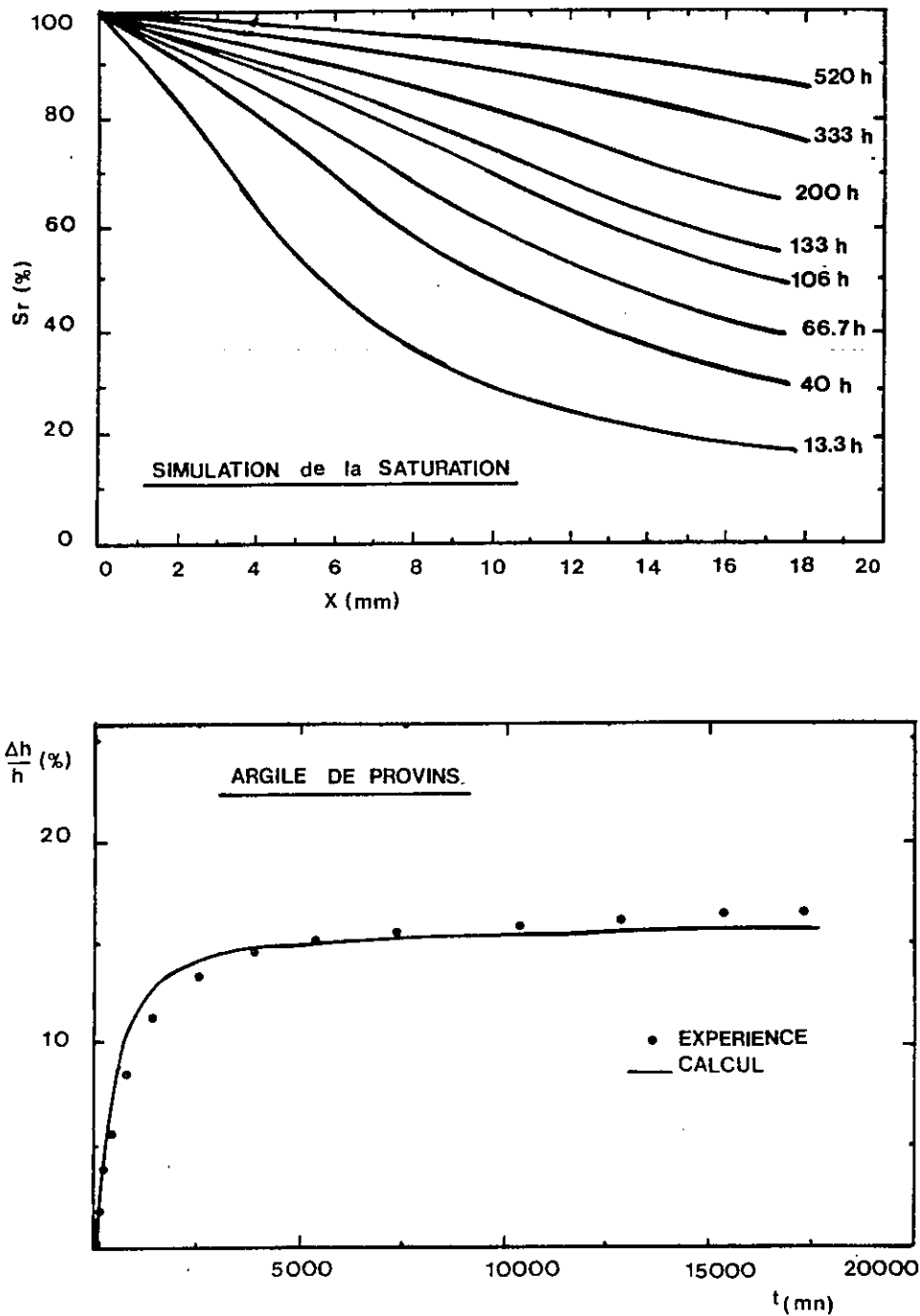


Figure 4 Evolution de la saturation et du gonflement de l'argile de Provins

IV MODELISATION DU COUPLAGE ENDOMAGEMENT-GONFLEMENT

Après saturation sous contrainte d'une poudre d'argile sec le matériau ainsi fabriqué présente au cours de sa saturation des variation volumique de gonflement. Les résultats expérimentaux nous on permis de constater que le matériau gonfle

jusqu'à atteindre l'état du matériau vierge caractérisé par $e = e_0 - \lambda \ln p/p_0$.

La variation volumique potentiel est alors défini par :

$$\Delta e_g = e_0 - \lambda \ln p/p_0 - e_{\text{initial}}$$

On constate par ailleurs qu'après cette phase de gonflement le comportement mécanique du matériau est dégradé, le tableau 3 présente les caractéristiques mécaniques limites dans l'essai triaxial des matériaux secs et saturés.

	Matériau sec	Matériau saturé
Déviateur de rupture $\sigma_3 = 5 \text{ Mpa}$	12 Mpa	2 Mpa
Déviateur de rupture $\sigma_3 = 15 \text{ Mpa}$	22 Mpa	6,5 Mpa
Déviateur de rupture $\sigma_3 = 0 \text{ Mpa}$	7 Mpa	0 Mpa

Tableau 4 Valeurs limites du déviateur de contrainte pour les matériaux secs et humides

Cette constatation expérimentale nous indique clairement que le matériau s'est endommagé pendant la phase de gonflement. Le concept d'endommagement a été introduit par Kachanov (1958) pour prédire le temps de rupture en fluage en utilisant une variable scalaire. Plus récemment Hayhurst (1972) Murakami and al (1980) ont généralisé le concept de Kachanov en introduisant un opérateur tensoriel d'endommagement. Dragon et Mroz (1979) ont proposé un modèle de comportement élasto-plastique avec un radoucissement lié à l'endommagement. Murakami et Ohno (1980) proposent que l'endommagement est représenté par une série de fissures planes de densité tel que:

$$\Omega = \Omega(e_3 \otimes e_3) \quad e_3: \text{vecteur unitaire normale aux fissure}$$

Ainsi l'endommagement peut être représenté par la réduction de la surface S à S^+

$$S^+ = (I - \Omega) \cdot S$$

Dans notre étude nous avons considéré que le tenseur d'endommagement est isotrope:

$$\Omega = a \cdot I$$

Le tenseur des contraintes de Cauchy est alors transformé en :

$$\sigma^+ = \sigma \cdot (I - \Omega)^{-1}$$

Les déformations du matériau endommagé sont reliées aux contraintes réelles par l'intermédiaire du modèle élasto-plastique avec l'utilisation de l'incrément de contrainte effective $d\sigma^+$. L'état d'endommagement du matériau est considéré comme dépendant uniquement des variations de volume dues au gonflement.

comme dépendant uniquement des variations de volume dues au gonflement. Les valeurs de l'endommagement ont été calculées à partir des essais triaxiaux sur les matériaux secs et saturés (Cf figure 5).

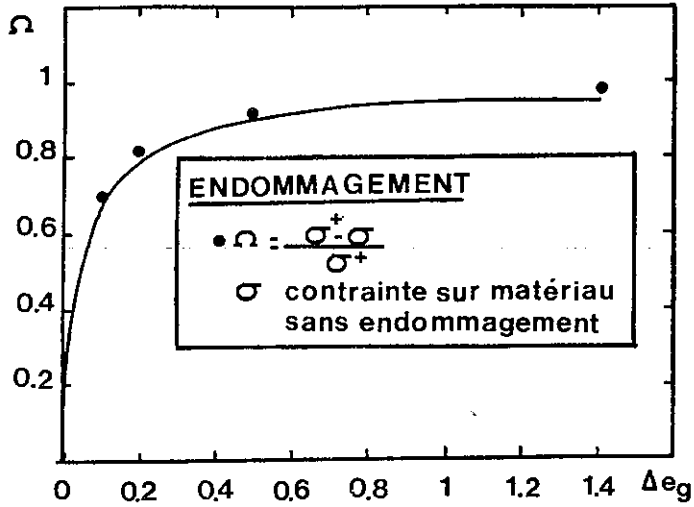


Figure 5 Valeurs de l'endommagement de l'argile du CEA

L'endommagement proposé est du type non linéaire:

$$a = \Delta eg / (0,05 + \Delta eg)$$

avec Δeg variation de l'indice des vides due au gonflement

La figure 6 montre la comparaison des résultats expérimentaux et de simulation.

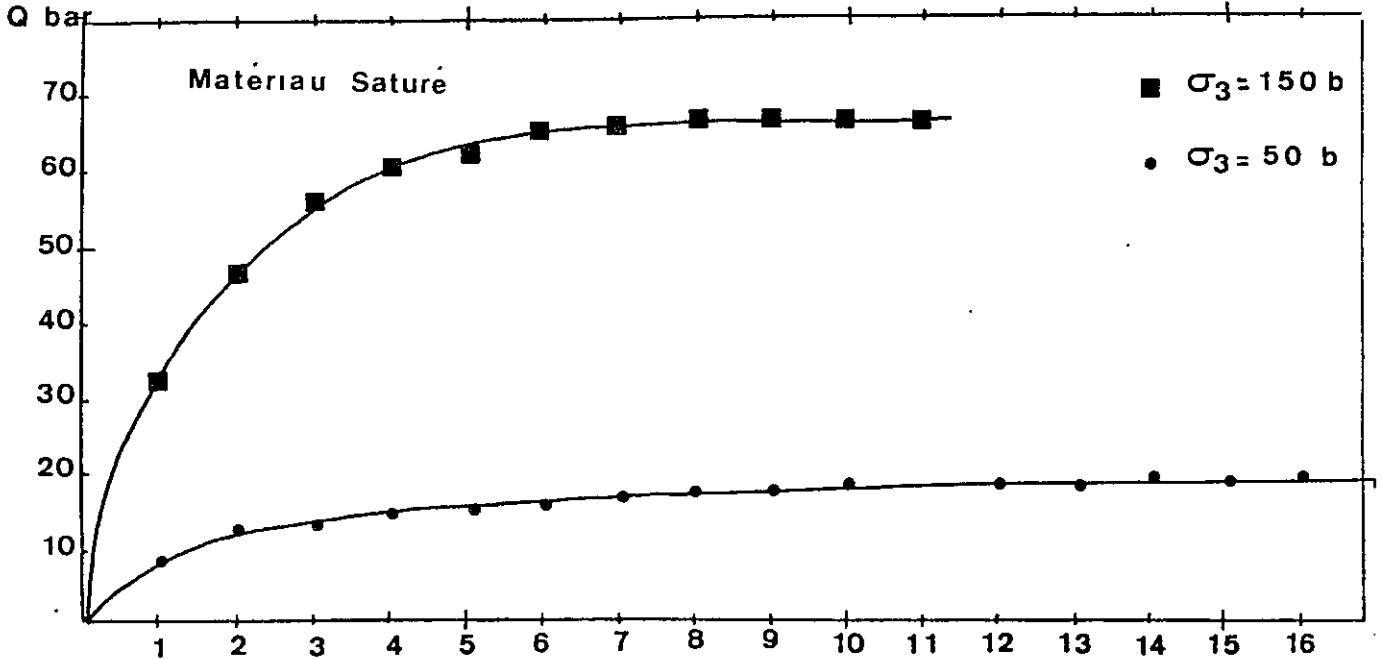


Figure 6 Résultats des simulations

V CONCLUSION

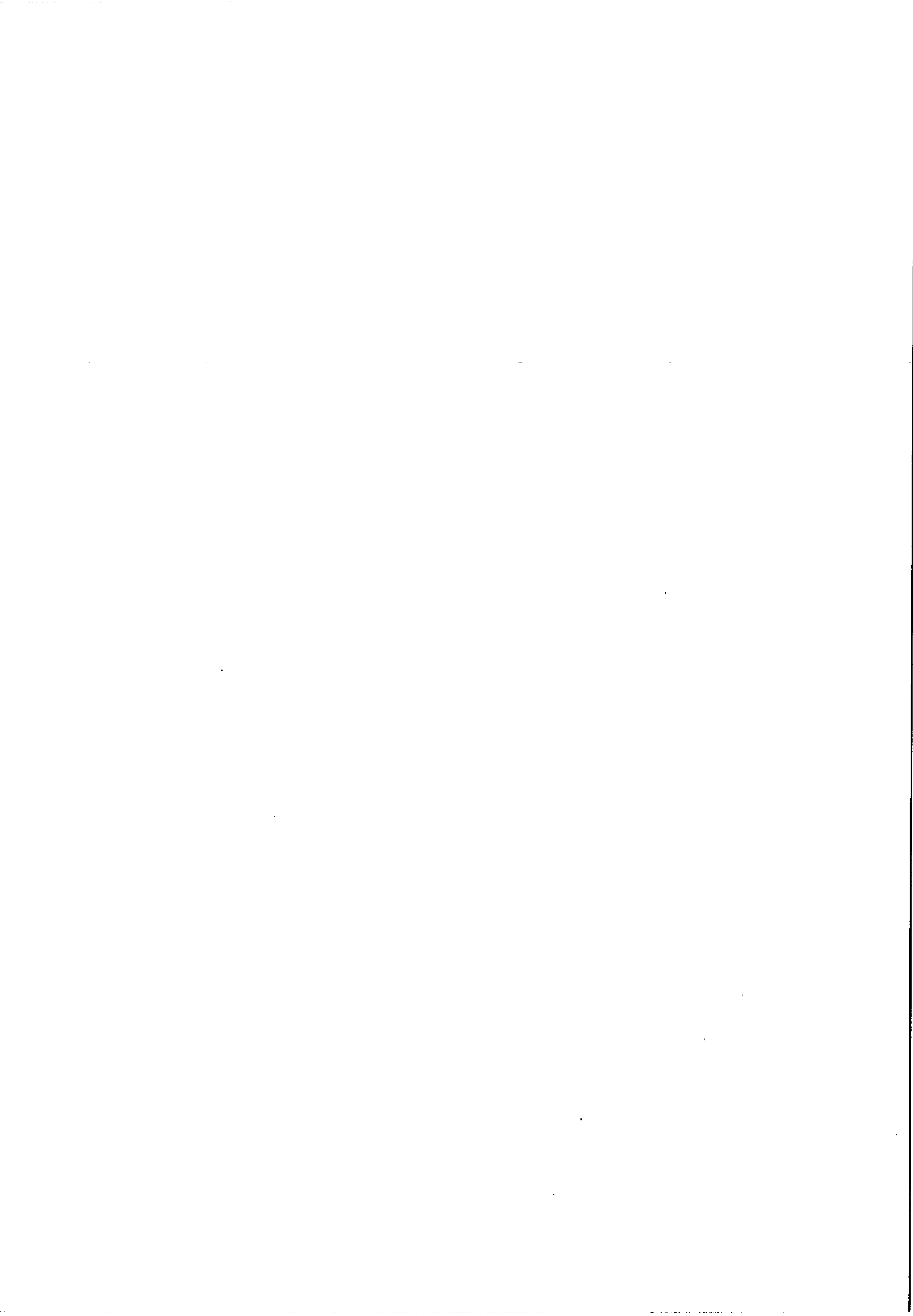
Nous avons présenté une modélisation du comportement du matériau de la barrière ouvragée en tenant compte de deux couplages hygrométrie-gonflement et endommagement-gonflement. Le modèle rhéologique utilisé est du type élasto-plastique à plasticité non associative avec écrouissage isotrope. La modélisation du gonflement-hygrométrie est traduite par les équations de la diffusion de l'humidité couplées à des variations volumiques de gonflement. La distribution du champ d'hygrométrie dans un échantillon de matériau a nécessité une approximation par la méthode des éléments finis. La comparaison des simulations avec des essais de gonflements libre et oedométrique montre que l'ensemble des phénomènes observés est décrit correctement. Enfin l'introduction du couplage endommagement-gonflement est proposé par l'introduction du concept de Kachanov en considérant par ailleurs que la dégradation du matériau provient uniquement du gonflement. La simulation des résultats des essais triaxiaux sur matériau saturé montre une bonne concordance.

Remerciements

Les auteurs tiennent à remercier le CEA pour l'aide financière qu'il a apportée à cette étude.

REFERENCES

- Bishop A W** " The principle of effective stress" Tek Ukebladk Norway N°39 1959
- Blight G E** " A study of effective stress for volume change" Symposium on Moisture Equilibrium and Moisture Changes in soils Butterworths 1965
- Broc D Lesage V Robinet JC. Shahrour I** " Comportement et modélisation des matériaux candidats pour la réalisation de site de stockage des déchets nucléaires RILEM 1986
- Chang CS and Duncan JM** " Consolidation analysis for partly saturated clay by using an elasto-plastic effective stress-strain model" Int Journal for numerical and analytical methods in geomechanics Vol 7 1983
- Coleman JD** " Stress/strain relations for partly saturated soil" Geotechnique 18 pp 348-350 1962
- Dragon A and Mroz Z** "A continuum model for plastic brittle behaviour of rock and concrete" Int Journal Eng Sci 17 pp 121-137 1979
- Hayhurst DR** " Creep rupture under multi-axial state of stress" Jour Mech Phys Solids 20 pp 381-390 1972
- Kachanov LM** " The theory of creep" English translation (A. J Kennedy Ed) 1958
- Matyas EL and Radhakrishna Hs** " Volume change characteristics of partially saturated soils" Geotechnique 18 pp 432-448 1968
- Murakami S and Ohno N** " A continuum theory of creep and creep damage" (ARS Ponter and Dr Hayhurst Eds) Proc 3rd IUTAM Symp on creep in structures Springer Verlag Berlin pp 422-443 1980
- Parcevaux** " Etude microscopique et macroscopique du gonflement des sols argileux" Thèse Docteur Ingénieur Paris VI 1980
- Plas F** "Essais de gonflement sur l'argile Foca2" Rapport Interne CEA 1988



SUR L'EVOLUTION DES MATERIAUX A DISSIPATION SIMPLE

Bernard FEDELICH, Alain EHRLACHER

C.E.R.A.M.-E.N.P.C., Central IV, 1, av Montaigne, 93167 NOISY LE GRAND

Résumé:

On étudie une catégorie de systèmes dissipatifs pour lesquels l'énergie qui a été dissipée est connue lorsqu'on sait décrire l'état actuel. Un principe de minimum portant sur les variables d'état permet la prévision de l'évolution du système et fournit un outil pour la discussion de la stabilité et de la bifurcation. Nous illustrons cette théorie par un problème de décollement de membrane et donnons un exemple de simulation numérique de l'évolution.

ON SIMPLE DISSIPATIVE SYSTEMS**Abstract:**

We are interested in the family of systems for which the determination of the dissipated energy during their evolution only requires the knowledge of the actual state variables of the system. A minimum principle concerning the state variables allows the prevision of the complete evolution of the system. Particularly it provides interesting tools for the discussion of stability and bifurcation. Our study covers also sets of discretised problems and we illustrate the previous theory on an unsticking problem which roughly modelizes delamination.

I. INTRODUCTION

Dans cet article, nous présentons une étude générale de l'évolution d'une catégorie de systèmes dissipatifs dits "systèmes à dissipation simple". Un système sera dit "à dissipation simple" lorsqu'on sera capable de mettre en évidence un ensemble de variables d'état $\alpha(t)$ telles que l'énergie qui a été dissipée jusqu'à l'instant présent ne dépend que de la valeur actuelle de ces variables d'état. (A.Ehrlacher 1985[1]). En d'autres termes, la dissipation est intégrable par rapport à ces variables d'état et on notera $D(\alpha)$ la fonctionnelle énergie totale dissipée.

Citons quelques exemples de tels systèmes:

- les solides fissurés,
- les solides à endommagement brutal ou progressif (H.D.Bui, A.Ehrlacher, 1980[2]), (J.J.Marigo 1981[3]),
- certains problèmes de décollement (P.Berest, 1987[4]),

-les solides admettant des lignes de discontinuité de glissements (H.P.Yin à paraître).

On verra que ces matériaux obéissent en outre au principe de dissipation maximale et notre travail sera à rapprocher de celui de Q.S.Nguyen (1984[5]) concernant cette catégorie de systèmes standards. Q.S.Nguyen et C.Stolz (1985[6]) proposent, à partir des propriétés du convexe des forces admissibles une série d'inéquations variationnelles permettant le calcul des dérivées par rapport au temps des variables d'état α .

Nous nous appuierons sur un principe physique simple de minimum portant sur l'énergie totale (incluant l'énergie dissipée D) et la donnée d'un ensemble d'évolutions admissibles pour les variables d'état α . Cet ensemble caractérise complètement l'irréversibilité de l'évolution du système. On peut alors obtenir les différentes dérivées par rapport au temps de $\alpha(t)$ en minimisant successivement sous contrainte les différents termes d'un développement asymptotique au voisinage de l'instant initial. on retrouve ainsi un critère d'évolution à seuil, et des règles systématiques s'appliquant aux problèmes de stabilité et de bifurcation.

Ce principe de minimum fournit aussi un outil pour la simulation numérique de l'évolution. On l'illustrera dans le cas du décollement d'une membrane et on dégagera sur cet exemple le concept de variable d'état global d'un système.

II. LE PRINCIPE DE MINIMUM PORTANT SUR LA VARIABLE D'ETAT α

Dans la suite u représentera le champ de déplacements, $\lambda(t)$ une variable fonctionnelle décrivant le chargement et $\mathcal{E}(u, \alpha, \lambda)$ l'énergie potentielle totale ou énergie mécanique réversible incluant le potentiel des efforts extérieurs. A l'équilibre, et sous réserve de stabilité élastique, u est fonction univoque de (α, λ) et on notera:

$$E(\alpha, \lambda) = \mathcal{E}(u(\alpha, \lambda), \alpha, \lambda) \text{ et } \Phi(\alpha, \lambda) = E(\alpha, \lambda) + D(\alpha).$$

La stabilité correspond au fait que des évolutions spontanées sont impossibles. A partir d'un simple bilan énergétique, on peut vérifier que (α, λ) est un état stable si $\Phi(\alpha, \lambda)$ est un minimum strict sur l'ensemble $K_0(\alpha)$ des états α^* qui satisfont à l'irréversibilité de l'évolution à partir de l'état α . On supposera que l'évolution du système satisfait au principe de minimum suivant:

$$(1) \quad \Phi(\alpha + \Delta\alpha, \lambda + \Delta\lambda) = \min_{\alpha + \Delta\alpha^* \in K_0(\alpha)} \Phi(\alpha + \Delta\alpha^*, \lambda + \Delta\lambda)$$

On impose un chargement $\lambda(\tau)$ défini par son développement en série à droite à l'instant t (Q.S.Nguyen 1985[7]).

$$\lambda(\tau) = \lambda(0) + \dot{\lambda}\tau + \ddot{\lambda}\tau^2/2 + \dots$$

On cherchera donc une évolution $\alpha(\tau)$ de la forme :

$$\alpha(\tau) = \alpha(0) + \dot{\alpha}\tau + \ddot{\alpha}\tau^2/2 + \dots$$

On développe $\Phi(\alpha^*(\tau), \lambda(\tau))$ au voisinage de 0 et on minimise

successivement chacun des termes en τ^n du développement de Φ par rapport à $\dot{\alpha}$ et à ses dérivées sur l'ensemble des évolutions admissibles, c'est à dire satisfaisant à la condition d'irréversibilité.

$$\Phi(\alpha^*(\tau), \lambda(\tau)) = \Phi(0) + \dot{\Phi}\tau + \ddot{\Phi}\tau^2/2 + \dots$$

On verra concrètement que chaque étape conduit à restreindre l'ensemble des évolutions possibles jusqu'à l'obtention en principe d'une solution unique.

II.1 TERME DU PREMIER ORDRE EN τ . CRITERE D'EVOLUTION

Le terme d'ordre 1 s'écrit:

$$(2) \dot{\Phi} = \Phi'_\alpha \dot{\alpha}^* + \Phi'_\lambda \dot{\lambda}$$

L'ensemble $K_1(\alpha)$ des vitesses admissibles $\dot{\alpha}^*$ est le cône tangent à $K_0(\alpha)$ au point α : on supposera que c'est un cône convexe de sommet 0 dans l'espace des vitesses $\dot{\alpha}^*$. Une condition nécessaire de stabilité de l'état (α, λ) s'écrit :

$$(3) \Phi'_\alpha \dot{\alpha}^* \geq 0 \quad \forall \dot{\alpha}^* \in K_1(\alpha)$$

Le minimum sera donc atteint lorsque :

$$(4) \Phi'_\alpha \dot{\alpha} = 0$$

Soit $H(\alpha, \lambda)$ l'hyperplan de normale Φ'_α , tant que $H(\alpha, \lambda) \cap K_1(\alpha) = \{0\}$ il n'y a pas d'évolution possible: $\dot{\alpha} = 0$. La première valeur λ_c telle que $H(\alpha, \lambda_c) \cap K_1(\alpha) \neq \{0\}$ correspond au critère d'évolution.

On retrouve donc des lois de comportement à seuil ; précisons ce point en introduisant le cône convexe $\Lambda(\alpha)$ dual de $K_1(\alpha)$ dans l'espace dual des vitesses $\dot{\alpha}^*$:

$$\Lambda(\alpha) = \left\{ A^*, A^* \cdot \dot{\alpha}^* \leq 0 \quad \forall \dot{\alpha}^* \in K_1(\alpha) \right\}$$

Notons $A = -\Phi'_\alpha$, le critère (4) se réécrit de la façon suivante:

$$(5) (A - A^*) \cdot \dot{\alpha} \geq 0 \quad \forall A^* \in \Lambda(\alpha)$$

La définition de $A = -E'_\alpha - D'_\alpha$ généralise celle de de force thermodynamique associée à la variable d'état α car, dans les cas les plus courants $D''_{\alpha^2} = 0$. A l'intérieur du cône convexe $\Lambda(\alpha)$, (5) entraîne la nullité

de $\dot{\alpha}$ et on retrouve le cas des matériaux obéissant au principe de dissipation maximale.

II.2 TERME DU SECOND ORDRE EN τ . DISCUSSION DE LA STABILITE

Lorsque le critère est atteint, on poursuit avec la minimisation du

terme du second ordre sur un sous cône de $K_1(\alpha) : K_c(\alpha, \lambda_c) = K_1(\alpha) \cap H(\alpha, \lambda_c)$

Ce qui permet en général le calcul de $\dot{\alpha}$:

$$(6) \Phi''_{\alpha^2} \cdot \dot{\alpha}^2 + 2\Phi''_{\alpha\lambda} \cdot \dot{\alpha} \cdot \dot{\lambda} = \min_{\alpha \in K_c(\alpha, \lambda_c)} \left\{ \Phi''_{\alpha^2} \cdot \dot{\alpha}^2 + 2\Phi''_{\alpha\lambda} \cdot \dot{\alpha} \cdot \dot{\lambda} \right\}$$

Si la forme quadratique Φ''_{α^2} est définie positive sur $H(\alpha, \lambda)$, le problème (6) admet une solution unique. Si Φ''_{α^2} est seulement définie positive sur $K_c(\alpha, \lambda_c)$, le problème (6) admet au moins une solution sans qu'on soit assuré de unicité. En vertu du principe (1), c'est aussi une condition nécessaire de stabilité.

Remarques:

-Q.S.Nguyen fait porter la discussion de stabilité sur E''_{α^2} , ce qui est

équivalent dans le cas où $D''_{\alpha^2} = 0$, en la faisant porter sur

$\Phi''_{\alpha^2} = E''_{\alpha^2} + D''_{\alpha^2}$ on obtient une condition nécessaire et suffisante de stabilité comparable au critère de seconde variation pour les structures purement élastiques.

-on peut montrer que la contribution des termes d'accélération en $\ddot{\alpha}$ est nulle au second ordre.

II.3 TERMES D'ORDRE SUPERIEUR EN τ . PROBLEMES DE BIFURCATION

Lorsque la solution n'est pas complètement déterminée à l'ordre 2, il faut minimiser les termes d'ordre supérieur en τ dans le développement de Φ sur l'ensemble des évolutions encore possibles après minimisation au second ordre. Dans le cas, par exemple, d'un vecteur propre X associé à la valeur propre 0 n'appartenant pas à $K_c(\alpha, \lambda_c)$ et tel que $\Phi''_{\alpha^2} \cdot X \cdot \dot{\lambda} = 0$ cet ensemble est l'intersection du cône $K_c(\alpha, \lambda_c)$ avec la droite de direction X et passant par une solution quelconque du problème (6). On doit faire intervenir les dérivées temporelles d'ordre supérieur de α qu'on peut également calculer en résolvant un problème d'optimisation quadratique avec contraintes. A cet égard, on peut facilement vérifier que c'est toujours la forme quadratique Φ''_{α^2} qui entre en jeu dans chacune de ces minimisations, ce qui exclut en particulier le cas des bifurcations tangentes (B.Fedelich, à paraître).

III. APPLICATION AU DECOLLEMENT D'UNE MEMBRANE ELASTIQUE

P.Berest (1987[4]) a récemment étudié ce problème qui entre dans le cadre de l'endommagement brutal. Nous reprenons ce même sujet avec un outillage mathématique différent et dans un cadre plus général. On considère une membrane élastique préalablement tendue sous l'effet d'une précontrainte T isotrope puis collée sur un support plan horizontal. On suppose l'existence d'une zone S initiale décollée, de frontière ∂S et on s'intéresse aux petits déplacements verticaux $u(x, y)$ de la membrane sous l'effet d'une pression interne p . La frontière évolue lorsqu'un

critère de décollement est atteint en un point de celle ci.

III.1 LES EQUATIONS DU PROBLEME

On controle le système, soit par la pression interne $p(t)$, soit par le volume total sous la membrane $v(t) = \iint_S u \, dS$. Il s'agit d'un problème classique (J.Mandel, 1966[8]), lorsqu'on impose la pression p , le champ u solution du problème élastique minimise l'énergie potentielle totale:

$$(7) \quad \mathcal{E}(u, S, p) = \iint_S \left(\frac{T}{2} \overrightarrow{\text{grad}} u^2 - pu \right) dS$$

Avec les conditions aux limites $u=0$ sur ∂S on en déduit facilement:

$$(8) \quad \begin{cases} T\Delta u + p = 0 \text{ dans } S \\ u=0 \text{ sur } \partial S \end{cases}$$

On suppose que la membrane peut se décoller lorsque la composante verticale de la tension atteint une valeur critique σ_0 ou, ce qui est équivalent, lorsque la densité d'énergie élastique w atteint une valeur critique w_c . En notant \vec{n} la normale extérieure à ∂S et :

$\frac{\partial u}{\partial n} = \overrightarrow{\text{grad}} u \cdot \vec{n}$ le critère précédent s'écrit:

$$(9) \quad -T \frac{\partial u}{\partial n} = \sigma_0 \Leftrightarrow w = \frac{T}{2} \overrightarrow{\text{grad}} u^2 = w_c = \frac{\sigma_0^2}{2T}$$

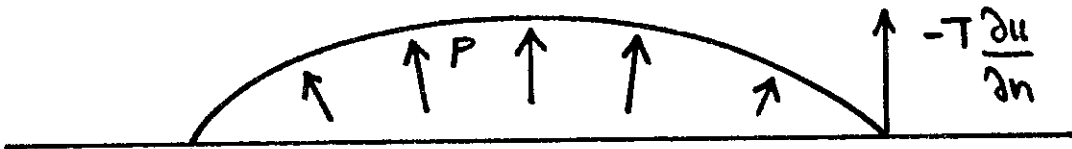


fig1: décollement d'une membrane sous l'effet d'une pression interne.

Lorsque le système est dans l'état caractérisé par la géométrie $S(t)$ de frontière $\partial S(t)$ l'énergie totale dissipée s'écrit $D(S) = w_c \iint_S dS$. Notons φ la vitesse normale d'évolution de la frontière $\partial S(t)$, la thermodynamique impose l'irréversibilité du décollement: $\varphi \geq 0$ sur $\partial S(t)$. Si $u = u(S, p)$ est la solution du problème élastique (8), la minimisation au premier ordre en τ de (2) conduit à:

$$(10) \quad \oint_{\partial S} \left[w_c - \frac{T}{2} \frac{\partial u}{\partial n}^2 \right] \cdot \varphi \cdot dl = 0 ; \varphi \geq 0$$

On retrouve bien le critère local (9)

III.2 LE PROBLEME D'EVOLUTION

Le système (8) définit un problème de Dirichlet classique, on utilise pour le résoudre la technique des transformations conformes: On associe à $\partial S(t)$ la transformation conforme $\omega(t, \xi)$ qui applique l'intérieur C du cercle unité ∂C sur l'intérieur $S(t)$ de la zone réelle arrachée: $z = \omega(t, \xi)$ $z \in S(t)$ $\xi \in C$. En utilisant des intégrales de Cauchy (Muskhelishvili, 1933[9]), on montre que le déplacement se met sous la forme :

$$(11) u(t, z) = \frac{1}{T} \left[\operatorname{Re} \psi(t, \xi) - \frac{p}{4} |\omega(t, \xi)|^2 \right] \quad \xi \in C$$

où $\psi(t, \xi)$ est une fonction holomorphe de ξ dans C donnée par:

$$(12) \psi(t, \xi) = \frac{p}{4\pi i} \oint_{\partial C} \frac{|\omega(t, \xi)|^2}{\sigma - \xi} d\sigma - \frac{p}{8\pi i} \oint_{\partial C} \frac{|\omega(t, \xi)|^2}{\sigma} d\sigma$$

En utilisant la solution analytique (12) du problème élastique (8) et en se ramenant sur le domaine fixe C on peut facilement construire la fonctionnelle Φ de la variable interne ω :

$$(13) \text{ à pression imposée: } \Phi = -\frac{pV}{2} + D$$

$$\Phi(\omega, p) = -\frac{p}{2T} \iint_C \left[\operatorname{Re} \psi(t, \xi) - \frac{p}{4} |\omega(t, \xi)|^2 \right] |\omega'(t, \xi)|^2 ds + w_c \iint_C |\omega'(t, \xi)|^2 ds$$

la forme quadratique $\Phi''_{\omega^2} \cdot \dot{\omega}^{*2}$ s'écrit :

$$(14) \Phi''_{\omega^2} \cdot \dot{\omega}^{*2} = -\frac{p}{2T} \iint_C \left[\operatorname{Re} \left\{ \psi''_{\omega^2} \cdot \dot{\omega}^{*2} \right\} - \frac{p}{2} |\dot{\omega}^*|^2 \right] |\omega'|^2 ds$$

$$- \frac{p}{T} \iint_C \operatorname{Re} \left[\psi'_{\omega} \cdot \dot{\omega}^* - \frac{p}{2} \dot{\omega}^* \bar{\omega} \right] \operatorname{Re} \left[\dot{\omega}^* \bar{\omega}' \right] ds$$

$$- \frac{p}{T} \iint_C \left[\operatorname{Re} \psi - \frac{p}{4} |\omega|^2 \right] |\dot{\omega}^{*'}|^2 ds + 2w_c \iint_C |\dot{\omega}^{*'}|^2 ds$$

L'étude de cette forme quadratique est difficile dans le cas général.

On peut développer ω en série entière dans le cercle unité:

$$\omega(t, \xi) = \sum_{n=1}^{\infty} a_n(t) \xi^n, \quad a_n = a'_n + i a''_n$$

$$\dot{\omega}(t, \xi) = \sum_{n=1}^{\infty} \dot{a}_n(t) \xi^n, \quad \dot{a}_n = \dot{a}_n' + i \dot{a}_n''$$

On va illustrer les résultats précédents en prenant une géométrie initiale circulaire et en contrôlant le système par la pression intérieure ou par le volume v sous la membrane.

III.3 LE CAS D'UNE GEOMETRIE INITIALE CIRCULAIRE

Pour une géométrie initiale $\omega(0, \xi) = a_1(0) \xi$ on peut vérifier que le critère est atteint lorsque $p \cdot a_1(0) = 2\sqrt{2T\omega_c}$. A pression imposée et, lorsque le critère est atteint, la forme quadratique (6) se particularise en:

$$(15) \quad \Phi_{\omega^2}'' \cdot \dot{\omega}^{*2} = 2\pi\omega_c \left[-2 \dot{a}_1'^{*2} + \sum_{n=2}^{\infty} (n-2) |\dot{a}_n^*|^2 \right]$$

On trouve le cône des vitesses autorisées en écrivant que la vitesse normale de décollement $\varphi = \text{Re}\{\dot{\omega}' \sigma\} / |\dot{\omega}'|$ est partout positive :

$$K_1(\omega) = \left\{ \dot{a}_1^*, \sum_{i=1}^{\infty} [\dot{a}_i' \cos(i-1)\theta - \dot{a}_i'' \sin(i-1)\theta] \geq 0 \right\}$$

Il suffit d'appliquer à cette forme quadratique une vitesse d'évolution $\dot{\omega} = \dot{a}_1' \xi$, $\dot{a}_1' \geq 0$ pour montrer, en accord avec les résultats du paragraphe précédent que l'équilibre est instable lorsqu'on impose la pression. Par contre, lorsqu'on impose le volume v sous la cloque la fonctionnelle Φ prend la valeur $\Phi(\omega, v) = \frac{pv}{2} \rightarrow D$ et sa dérivée seconde s'écrit:

$$(16) \quad \Phi_{\omega^2}'' \cdot \dot{\omega}^{*2} = 2\pi\omega_c \left[6 \dot{a}_1'^{*2} + \sum_{n=2}^{\infty} (n-2) |\dot{a}_n^*|^2 \right]$$

Cette forme quadratique est définie positive sur $K_1(\omega)$, par contre elle admet un vecteur propre $\dot{\omega} = \dot{a}_2' \xi^2$ associé à la valeur propre 0. La forme linéaire $\Phi_{\omega v}'' \cdot \dot{\omega}^* \cdot \dot{v}$ s'écrit:

$$(17) \quad \Phi_{\omega v}'' \cdot \dot{\omega}^* \cdot \dot{v} = \frac{p^2 \pi a_1^3 \dot{v} \dot{a}_1^*}{2 T v}$$

Après minimisation au second ordre, l'ensemble des solutions possibles se restreint donc à :

$$(18) \dot{\omega} = \frac{a_1 \dot{v}}{3v} \xi + \dot{a}_2^* \xi^2$$

\dot{a}_2^* restant indéterminé, avec pour vérifier la condition d'irréversibilité $\varphi \gg 0$: $|\dot{a}_2^*| \leq \frac{a_1 \dot{v}}{3v}$. Le terme du troisième ordre ne dépendant pas de $\dot{\alpha}$, Il faut minimiser le terme du quatrième ordre en τ pour calculer \dot{a}_2 , on trouve $\dot{a}_2 = 0$. La solution conservant la symétrie circulaire est la plus favorable du point de vue énergétique. Ce résultat n'était pas aussi évident qu'il y paraissait car, en ce qui concerne le problème dual, celui de la torsion d'un cylindre élastique à endommagement brutal, on peut montrer que des solutions conduisant à la perte de symétrie circulaire soit $\dot{a}_2 \neq 0$ sont plus favorables énergétiquement. (B.Fedelich et P.Berest, 1987 [10])

III.4 LE PROBLEME D'EVOLUTION APPROCHE

On peut définir une famille de problèmes approchés en tronquant à l'ordre N la série entière donnant ω :

$$\omega \simeq \tilde{\omega} = \sum_{n=1}^N \tilde{a}_n(t) \xi^n .$$

Les coefficients \tilde{a}_n deviennent les variables d'état du système, ils n'ont de sens que globalement, en tant que description de la géométrie. La résolution du problème en vitesse (6) conduit à une méthode de type explicite et nécessite le calcul de la dérivée seconde Φ''_{ω^2} . On préférera une méthode de type "semi implicite" en minimisant Φ pour des accroissements de chargement finis Δv et en approximant l'ensemble des états autorisés $K_0(\omega)$ par le cône tangent en ω : $K_1(\omega)$, soit:

$$(19) \Phi(\omega + \Delta\omega, v + \Delta v) = \min_{\Delta\omega^* \in K_1(\omega)} \Phi(\omega + \Delta\omega^*, v + \Delta v)$$

Dans les exemples étudiés, on s'est limité pour la simplicité à des géométries symétriques par rapport à l'axe $x'Ox$, c'est à dire $a_n'' = 0$, ainsi, l'ensemble des évolutions possibles s'écrit:

$$K_1(\omega) = \left\{ \Delta a_1, a_i'' = 0, \sum_{i,j=1}^N j \Delta a_i' a_j' \cos(i-j)\theta \geq 0, \forall \theta \in [0, 2\pi] \right\}$$

la partie numérique a été effectuée par L.Laalai(1988[11]). Dans les exemples suivants, on a discrétisé le cône $K_1(\omega)$ en écrivant que la vitesse normale doit être positive en un nombre fini n_c de points θ_k

équidistants: $\theta_k = \frac{2k\pi}{n_c}$. On s'est ainsi ramené à un problème classique de minimisation avec nombre fini de contraintes et on a utilisé une méthode de pénalisation. Il était intéressant, d'une part pour une géométrie initiale ω_0 donnée, d'augmenter le nombre de paramètres du problème, c'est à dire le degré de troncature N pour $\Delta\omega$, d'autre part, de diviser le pas de chargement Δv en plusieurs étapes. Les tableaux 1 et 2 rassemblent des résultats obtenus dans le cas d'une géométrie initiale $\omega_0(\xi) = \xi + 0.4\xi^2$ et pour un chargement à volume imposé. (voir fig 2 à 4)

Tableau1: Résultats lorsqu'on augmente le nombre de paramètres
 $v_0 = 0.66413$ $\Delta v = 0.0075$

N	n_c	Energie finale Φ
2	2	1.16821
3	4	1.16762
4	8	1.16720
5	8	1.16227
7	8	1.16221
10	16	1.16208
15	32	1.16120
40	120	1.15118

Dans chaque cas, on a ajusté le nombre de contraintes n_c , donc le nombre de points de discrétisation du cône de façon à vérifier l'irréversibilité en tout point avec une précision fixée. On obtient rapidement (avec 5 paramètres) une bonne précision pour l'énergie mais la convergence est ensuite assez lente.

Tableau2: Résultats lorsqu'on divise le pas de chargement.

chargement	énergie finale	géométrie finale
1pas $\Delta v = 0.0076$	1.16555	$a_1 = 1.0507$; $a_2 = 0.3415$; $a_3 = 0.0149$ $a_4 = -0.0091$; $a_5 = 0.0037$
2pas $\Delta v = 0.0038$	1.16560	$a_1 = 1.0561$; $a_2 = 0.3353$; $a_3 = 0.0176$ $a_4 = -0.0106$; $a_5 = 0.0039$
4pas $\Delta v = 0.0019$	1.16580	$a_1 = 1.0561$; $a_2 = 0.3364$; $a_3 = 0.0182$ $a_4 = -0.0095$; $a_5 = 0.0040$

L'énergie finale augmente en réduisant le pas de chargement car, dans ce cas on restreint aussi à chaque étape l'ensemble des évolutions admissibles, ce qui revient à minimiser sur un ensemble plus petit. La forme finale de la courbe varie peu. Les figures 2 à 5 permettent de visualiser quelques évolutions de membranes.

fig2: plusieurs pas de chargement, 2 paramètres; $\omega_0 = \xi + 0.4\xi^2$

fig3: plusieurs pas de chargement, 3 paramètres; $\omega_0 = \xi + 0.25\xi^3$

fig4: un pas de chargement, 2 paramètres; $\omega_0 = \xi + 0.4\xi^2$

fig5: un pas de chargement, 40 paramètres; $\omega_0 = \xi + 0.4\xi^2$

fig2

fig3

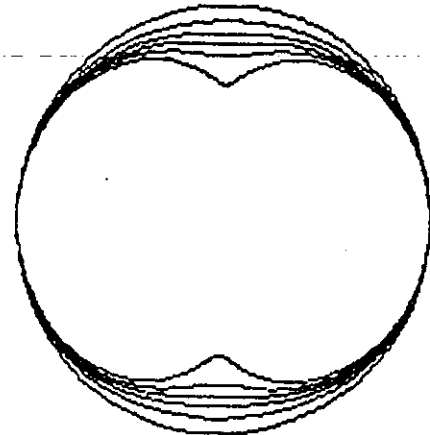
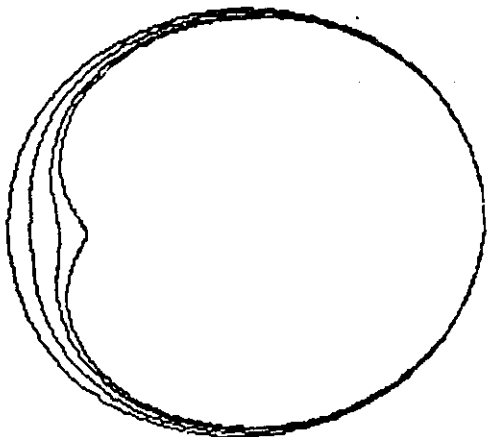
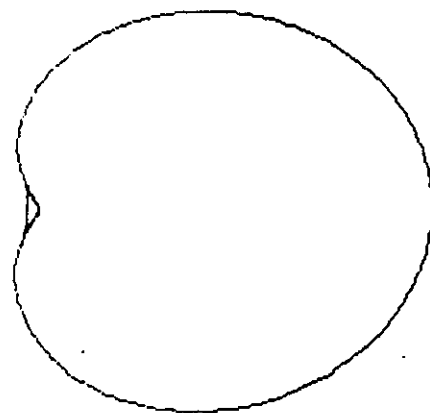
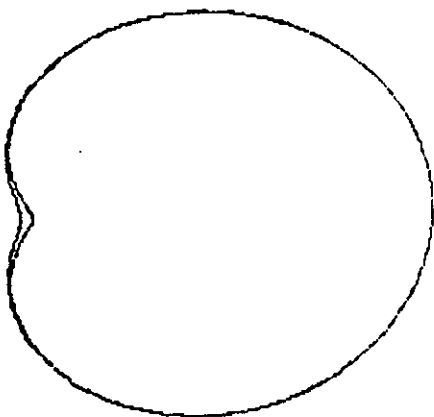


fig4

fig5



IV CONCLUSION

Ce papier fournit un cadre rigoureux pour l'étude d'une classe particulière de systèmes dissipatifs, mais ayant de nombreuses applications, surtout dans le domaine de l'endommagement des matériaux. Il convient de mentionner la simplicité théorique de cette méthode qui donne, en outre une interprétation directe en termes énergétiques des problèmes liés d'une part à la stabilité et à la bifurcation et, d'autre part aux approximations numériques. Cette méthode semble donc être un prolongement assez naturel des principes de minimum en élasticité.

REFERENCES

- [1] A.Ehrlacher 7ème Congrès Français de Mécanique, A4, p20,23,1985
- [2] H.D.Bui et A.Ehrlacher "Propagation dynamique d'une zone endommagée dans un solide élastique-fragile en mode III et en régime permanent" C.R.A.S t290, série II, p273-276, 1980.
- [3] J.J.Marigo C.R.A.S t292 série II p1309-1312 1981
- [4] P.Berest "Stabilité d'un système à comportement irréversible" C.R.A.S t305 série II p747-750, 1987
- [5] Q.S.Nguyen "Stabilité et bifurcation des systèmes irréversibles obéissant au principe de dissipation maximale" J.Mécanique théorique et appliquée, Vol3, N°1p41-61, 1984
- [6] Q.S.Nguyen et C.Stolz "Sur la méthode de développement asymptotique en flambage plastique" C.R.A.S t300 série II n°7 1985
- [7] Q.S.Nguyen "Bifurcation et analyse post-critique en rupture fragile et en plasticité" C.R.A.S t300 série II p158-161 1985
- [8] J.Mandel "Cours de Mécanique des milieux continus" tomeII p519-521 1966
- [9] N.J.Muskelishvili "Some basic problems of the Mathematical theory of Elasticity" Gröningen 1933
- [10] B.Fedelich et P.Berest, à paraître dans "Archives of Mechanics"
- [11] L.Laalai rapport de stage de D.E.A, C.E.R.A.M.-E.N.P.C. 1988



INFLUENCE DE L'ENVIRONNEMENT SUR LES PROPRIETES DE FISSURATION PAR FATIGUE D'UN ALLIAGE D'ALUMINIUM-LITHIUM, LE 8090.

C. GOUNET LESPINASSE, C. BATHIAS
Université de Technologie de Compiègne
BP 649 - Compiègne Cedex 60206

Résumé

L'objet de cette étude est de définir les propriétés de fissuration par fatigue d'un alliage d'aluminium-lithium, le 8090, et de les comparer avec celles d'alliages conventionnels. Le comportement au niveau des faibles vitesses de propagation est étudié pour trois traitements thermiques différents. L'influence de l'environnement est définie par des essais effectués dans divers milieux : air humide, argon sec, eau salée.

Les mécanismes de fissuration sont définis grâce à une étude fractographique des éprouvettes rompues.

INFLUENCE OF THE ENVIRONMENT ON THE FATIGUE CRACK GROWTH OF AN ALUMINIUM-LITHIUM ALLOY, THE 8090.

Abstract

The fatigue crack growth (FCG) resistance of the 8090 Al-Li-Cu-Mg-Zr alloy was investigated in humid air, in dry argon and in a salt solution. Results were compared with those of conventional high strength aluminium alloys. Three different tempers have been studied. Particular attention was paid to the FCG behaviour at low crack growth rates. Crack growth mechanisms have been discussed using fractographic observations.

I. INTRODUCTION

Il existe de nombreuses études sur les alliages d'aluminium-lithium caractérisant leur microstructure, ou leur résistance mécanique mais peu de travaux ont été effectués sur l'influence de l'environnement combiné aux sollicitations de fatigue.

Le matériau étudié dans ce document est le 8090, alliage d'aluminium lithium destiné à être utilisé dans l'industrie aéronautique et qui pourrait en particulier remplacer des alliages de la série 7000. Une bonne réponse à des sollicitations de fatigue est de première importance dans le choix de tels alliages.

II. PRESENTATION DU MATERIAU ET DES ESSAIS

Le 8090 est un alliage Al-Li-Cu-Mg-Zr, produit par Péchiney sous forme de largets filés d'épaisseur 13 mm. Ce matériau présente une texture de grains très prononcée avec des grains allongés dans la direction L, comme le montre la figure 1. Les teneurs pondérales de ce matériau sont indiquées table I.

Element	Li	Cu	Mg	Zr	Fe
Poids %	2,2-2,8	1,1-1,7	0,7-1,3	0,08-0,16	< 0,3

Table I. Composition chimique du matériau

Les largets filés sont mis en solution à 540°C, trempés à l'eau, tractionnés de 2% et revenus. Trois états thermiques sont étudiés:

- A : alliage sous-vieilli (2H30 à 160°C)
- B : alliage vieilli au pic de dureté (12H à 190°C)
- D : alliage survieilli (24H à 190°C)

Alliage	Re (MPa)	Rm (MPa)	A%
8090 A	415	480	3,2
8090 B	512	548	4,74
8090 D	430	499	9,9

Table II. Propriétés de traction monotone dans la direction L.

Les essais de fissuration sont effectués en traction ondulée sinusoïdale avec des éprouvettes compactes (CT W75 B12, norme ASTM) usinées en sens LT. Une largeur différente d'éprouvette (B=10mm) a été utilisée pour un seul essai. Le suivi d'avancée de fissure est assuré grâce à deux lunettes optiques situées de chaque côté de l'éprouvette. Tous les essais ont été réalisés à température ambiante avec une fréquence variant de 10 à 40 Hz, sauf pour ceux effectués en eau salée où cette fréquence est fixée à 1Hz.

L'air du laboratoire possède un taux d'humidité moyen de 60%. Cependant de fortes variations peuvent être enregistrées (valeurs extrêmes : 30 et 80%). Les essais effectués dans l'eau salée ont été réalisés avec une solution contenant 30g/l de chlorure de sodium (3,5% NaCl). Le PH mesuré en début d'essai est égal à 6,5. Le potentiel libre de l'alliage dans cette solution est -740mV.

III. RESULTATS

III.1. Essais de fissuration par fatigue effectués dans l'air

La figure 2 indique les vitesses de fissuration du 8090 D et du 7075 T651 [4] testés dans l'air pour un rapport $R=0,1$. Il est à noter le très bon comportement du 8090 au niveau des moyennes et fortes vitesses de fissuration (La même constatation peut être effectuée figure 9 avec l'alliage 7475 T7351). Cependant, le 7075 T651 offre une valeur de seuil plus élevée que l'alliage d'aluminium-lithium. Le comportement au niveau des faibles vitesses de fissuration est nettement amélioré en utilisant un revenu de moindre durée. La figure 3 indique l'influence du traitement thermique sur les basses vitesses de fissuration, pour un rapport $R=0,01$. Pour des vitesses supérieures à 10^{-5} mm/c, les trois traitements thermiques offrent un comportement similaire. En revanche près du seuil de fissuration, l'alliage sous-vieilli se distingue des deux autres états thermiques en affichant une valeur de seuil bien plus élevée ($6 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$).

La figure 4 montre l'évolution des vitesses de fissuration du 8090 D lorsqu'il est soumis à des rapports de charge différents dans l'air. En accord avec ce que l'on connaît de l'influence du rapport R , les vitesses de fissuration augmentent avec R alors que la valeur du seuil diminue. Cependant, il faut noter la présence d'un palier pour lequel les vitesses de fissuration sont très

proches d'un rapport de charge à l'autre. D'une courbe à l'autre, ce palier ne se répète pas pour une gamme de ΔK donnée mais plutôt pour une certaine zone de vitesses de propagation comprise entre 10^{-6} et 10^{-5} mm/c.

La figure 5 présente les vitesses de fissuration du 8090 D, testé avec un rapport $R=0,01$, pour des épaisseurs d'éprouvette différentes (10 et 12 mm). L'éprouvette de moindre épaisseur offre une valeur de seuil plus élevée et un meilleur comportement dans le domaine des faibles vitesses. Au delà de 10^{-5} mm/c, les courbes se superposent.

III.2. Essais effectués en environnement contrôlé

L'influence de l'humidité sur les basses vitesses de fissuration est soulignée figure 6. Le palier de fissuration observé dans l'air disparaît dans l'argon sec, ce qui aboutit à une valeur du seuil plus élevée.

L'influence de l'eau salée sur les fortes vitesses de propagation est donnée figure 7, 8 et 9. On observe que pour $\Delta K=20\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$, $R=0,01$ et à potentiel libre, l'alliage 8090 B se fissure 10 fois plus rapidement dans l'eau salée que dans l'air (figure 7). Les deux courbes se rejoignent vers les vitesses les plus élevées (10^{-2} mm/c). Comparé au 7075 T651 [1] et au 7475 T7351 [2] testés avec une fréquence plus faible (respectivement 0,2 et 1 Hz) et dans une solution A3 (PH=8), le 8090 B présente un très bon comportement en particulier dans le domaine des faibles et moyennes vitesses (figure 8). Cependant l'augmentation de la vitesse de fissuration induite par la présence d'eau salée, est plus forte pour le 8090 que pour les alliages conventionnels d'aluminium (figures 8 et 9).

Les résultats des essais menés dans l'eau salée à potentiels imposés sont donnés figure 7. Sous un potentiel cathodique de -1400mV, les vitesses de fissuration du 8090 B sont plus faibles que celles obtenues à potentiel libre. Cette différence augmente lorsque ΔK diminue. Près de $10\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$, les vitesses sous potentiel cathodique chutent brutalement et deviennent inférieures à celles obtenues dans l'air. Il peut être supposé que le seuil de fissuration est atteint. Sous potentiel anodique, les vitesses de fissuration ne diffèrent pas de celles obtenues à potentiel libre, sauf près de $\Delta K=10\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ où la vitesse chute pour rejoindre celle créée sous potentiel cathodique.

III.3. Observations fractographiques

En microscopie optique, des différences importantes de tailles de grains sont observées dans les directions TL et TC. Au cœur du larget, les grains sont en moyenne 6 fois plus gros qu'au bord.

Une des caractéristiques des faciès de rupture du 8090 est la présence de larges fissures qui apparaissent en fatigue dès que les déformations sont importantes: pour des vitesses de fissuration élevées ($>10^{-3}$ mm/c) et dans les zones de rupture statique. Elles sont d'origine intergranulaire et correspondent toujours à une décohésion des plans L-TL suivant la direction TC [3].

Pour les faibles vitesses de fissuration, la rupture a un aspect transgranulaire. L'observation au MEB des surfaces de rupture d'une éprouvette de 8090 D fissurée à l'air avec un rapport $R=0,01$

montre un changement très net du faciès pour une vitesse de 10^{-5} mm/c (figure 10). Au-dessus de cette vitesse, l'aspect du faciès devient extrêmement cristallographique avec la présence de grandes facettes clivées (figure 10b). Quelle que soit la vitesse de fissuration, l'aspect de la rupture est fragile et cristallographique mais ce caractère est moins prononcé en dessous de 10^{-5} mm/c (figure 10a).

Sur les faciès, on distingue à l'oeil nu des zones sombres d'un aspect mat. Ces zones doivent leur aspect sombre à la présence de nombreux débris tels que ceux présentés figure 10c.

IV. DISCUSSION

IV.1. Mécanismes de fissuration dans l'air

Khirredine et Clavel [12] ont observé en microscopie électronique à transmission des éprouvettes de 8090 B testées en fatigue oligocyclique. Pour les plus courtes durées de vie et donc les plus fortes déformations, la déformation se produit dans des bandes de glissement. Pour les durées de vie les plus longues, les bandes de glissement font place à des veines de dislocations. Ces résultats peuvent être comparés à ceux obtenus en fissuration par fatigue où il semble que les mécanismes de fissuration changent à partir de 10^{-5} mm/c. Au-dessus de cette vitesse, la déformation se produit dans des bandes de glissement intense qui sont nettement visibles en microscopie optique; au-dessous, les faciès ont un aspect beaucoup moins cristallographique. Il faut noter qu'une comparaison des sous structures obtenues en fissuration par fatigue et en fatigue oligocyclique n'a de sens que si l'on admet le modèle de Mc Clintock [11]. Celui-ci énonce que la propagation en fissuration par fatigue résulte d'une accumulation du dommage dans une "process zone" en fond de fissure. De telles comparaisons ont déjà été effectuées dans différents matériaux tels que les superalliages à base Nickel [9] ou les alliages Cu-Al [10].

La figure 3 montre que le seuil le plus bas pour un rapport $R=0,01$ est obtenu avec l'état sous-vieilli. Ceci n'est pas un résultat surprenant. De nombreuses études indiquent que pour un même alliage, les vitesses de fissuration augmentent avec la durée du revenu, tandis que la valeur du seuil diminue [5-6-7-8]. Pour expliquer l'influence du temps de revenu sur la fissuration, deux hypothèses sont généralement avancées :

- Un alliage à l'état sous-vieilli tel que le 8090 A contenant des précipités δ' cohérents et cisailables, offre moins de possibilité de glissement dévié. Or, le glissement planaire permet la réversibilité du glissement, ce qui entraîne une moindre accumulation du dommage à fond de fissure. Ceci n'est vrai que lorsque la taille de la zone plastique est petite devant celle du grain, c'est à dire pour les faibles vitesses de fissuration.

- Les alliages sous-vieillis présentent un chemin de fissuration plus tortueux. Cette rugosité induit un effet de fermeture et diminue ainsi la contrainte effective ressentie à la pointe de la fissure.

Le rôle joué par la taille de grains sur les mécanismes de fissuration par fatigue doit être souligné. Le changement de faciès intervient lorsque la taille de zone plastique devient du même ordre de grandeur que la taille de grain. En effet, le

facteur d'intensité correspondant à une vitesse de 10^{-5} mm/c est $10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$. Pour l'alliage survieilli 8090 D, la valeur de la limite d'élasticité suivant la direction TL est $336 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, la taille de grain à coeur dans la direction TC est $25-45 \mu\text{m}$. La taille de zone plastique cyclique en déformation plane a comme valeur:

$$\Phi_C = (1/12 \Pi) (\Delta K / \sigma_y)^2 = 23 \mu\text{m}$$

L'essai présenté figure 5 montre qu'en utilisant une éprouvette de 10mm d'épaisseur, c'est à dire en supprimant la zone superficielle de petits grains, le comportement de l'alliage est amélioré dans la région des faibles vitesses de fissuration. Lorsque les grains sont gros, l'amplitude des déviations cristallographiques est plus grande et les effets de fermeture dus à la rugosité doivent donc être plus prononcés. Si l'effet de fermeture induite par rugosité est souvent avancé afin d'expliquer les bonnes propriétés de fissuration par fatigue du 8090, une influence déterminante n'a pas été encore clairement établie. L'augmentation de la taille moyenne de grains peut induire un autre effet bénéfique: de gros grains entraînent la formation d'une "process zone" de dimension plus grande. Il a été montré que plus la "process zone" est grande et meilleure est la résistance en fatigue de l'alliage.

Le phénomène de fretting apparaît dans le domaine des moyennes vitesses de fissuration. Il est favorisé par une augmentation de la rugosité des faciès. Ainsi au bord des éprouvettes dans les zones de petits grains, la rugosité est beaucoup plus faible qu'à coeur et les plages sombres ne s'y étendent pas. De plus, les plages sombres se situent toujours dans des zones où la vitesse de fissuration est égale ou supérieure à 10^{-5} mm/c, c'est à dire lorsque les faciès deviennent plus cristallographiques et donc plus rugueux.

IV.2 Influence de l'environnement sur les propriétés de fissuration par fatigue

Dans l'air humide, il peut exister une compétition entre un effet de fermeture dû à la présence d'oxyde qui tend à arrêter la fissuration, et la fragilisation par hydrogène qui fait augmenter les vitesses de fissuration. Il faut noter que globalement dans le cas du 8090, l'effet de l'humidité est néfaste puisque la valeur du seuil est plus élevée sous argon sec, ou dans le vide comme l'ont montré Tintillier et al [4]. L'effet de fragilisation est donc prédominant. Le palier de vitesses de fissuration est un effet d'environnement puisque ce palier disparaît dans l'argon sec.

Dans l'eau salée et sous potentiel cathodique, le seuil de fissuration semble être beaucoup plus élevé que dans l'air. M. Peters et al. [8] ont effectué la même observation sur un alliage 8090 T651 fissuré dans l'eau salée sous potentiel libre pour $R=0,1$. Ils ont montré que ce seuil élevé est dû à une augmentation de la fermeture de fissure en milieu agressif. Pour de faibles rapports R, il y aurait création de débris de corrosion qui induirait un phénomène prononcé de fermeture.

V. CONCLUSION

Dans l'air, l'alliage d'aluminium-lithium 8090 a une résistance en fissuration par fatigue supérieure ou équivalente à celle des

meilleurs alliages de la série 7000.

Le comportement du 8090 peut être amélioré dans le domaine des faibles vitesses de fissuration en utilisant un état sous-vieilli et en augmentant la valeur moyenne de la taille de grains.

Les essais réalisés dans l'air et dans l'argon sec montrent que la présence de vapeur d'eau fait diminuer la valeur du seuil de fissuration, et induit la formation d'un palier de fissuration où les vitesses augmentent peu avec la valeur du facteur d'intensité de contrainte.

Il y a une modification très nette de l'aspect du faciès de rupture des éprouvettes fissurées dans l'air lorsque la vitesse de fissuration atteint 10^{-5} mm/c. Le facteur d'intensité correspondant à cette vitesse induit une taille de zone plastique du même ordre de grandeur que la taille de grain.

Dans l'eau salée et à potentiel libre, le 8090 vieilli au pic de revenu offre des vitesses de fissuration bien inférieures à celles du 7075 T651 ou du 7475 T7351 testés dans les mêmes conditions. Cependant le 8090 présente une grande sensibilité à la présence d'une solution saline puisque la vitesse de fissuration est considérablement accrue dans ce milieu. Les valeurs du seuil de fissuration dans l'eau salée ($10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$) sont beaucoup plus élevées que celles obtenues dans l'air ($4 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$).

VI. REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] CLERIVET A.- Etude des mécanismes de fissuration en fatigue et fatigue-corrosion d'un alliage d'aluminium, Thèse de troisième cycle, UTC, Oct. 1978.
- [2] PHILIPPE J.- Fissuration par fatigue corrosion, P.V. n° 38045/final, Aerospatiale, Février 1979.
- [3] LESPINASSE C. et BATHIAS C.- Fatigue crack growth of the 8090 alloy under overloading, Al-Li IV, SFM, éd. de Physique, Paris, Juin 1987.
- [4] TINTILLIER R., YANG H.S., RANGANATHAN N. et PETIT J.- Near threshold fatigue crack growth in a 8090 lithium containing Al alloy, Al-Li IV, SFM, éd. de Physique, Paris, Juin 1987.
- [5] LAFARIE FRENOT M.-C.- Etude de la fermeture des fissures de fatigue dans le vide, influence des mécanismes de rupture, Thèse E.N.S.M.A., Avril 1986.
- [6] LAWLESS B., ANTOLOVICH S.D., BATHIAS C., and BOURSIER B.- The effect of microstructure on the FCP and overload behavior of Waspaloy at room temperature, Fracture : interactions of microstructure, mechanisms and mechanics, The Metallurgical Society of AIME, February 1984.
- [7] ZAIKEN E. and RITCHIE R.O.- Effects of microstructure on F.C.P. and crack closure behavior in Al alloy 7150, Mat. Sci. and Eng., 70, p 151-160, 1985.
- [8] PETERS M., WELPMANN K., ZINK W. and SANDERS T.H.- Fatigue behavior of Al-Li-Cu-Mg alloy, Al-Li III conference proceedings, Metallurgical Society of AIME, p 239, Paris, 1984.
- [9] Clavel M. and Pineau A.- Mat. Sci. and Eng., 55, 157-180, 1982.
- [10] Saxena A. and Antolovich S.D.- Met. Trans., 6, 1809, 1975.
- [11] Mc Clintock F.A., Drucker D.C. and Gilman J.J. eds.- Fracture of solids, 65. New York, 1963.
- [12] KHIRREDINE D. et CLAVEL M.- Rapport final du contrat DRET n°85.026- étude microstructurale, Janvier 1988.

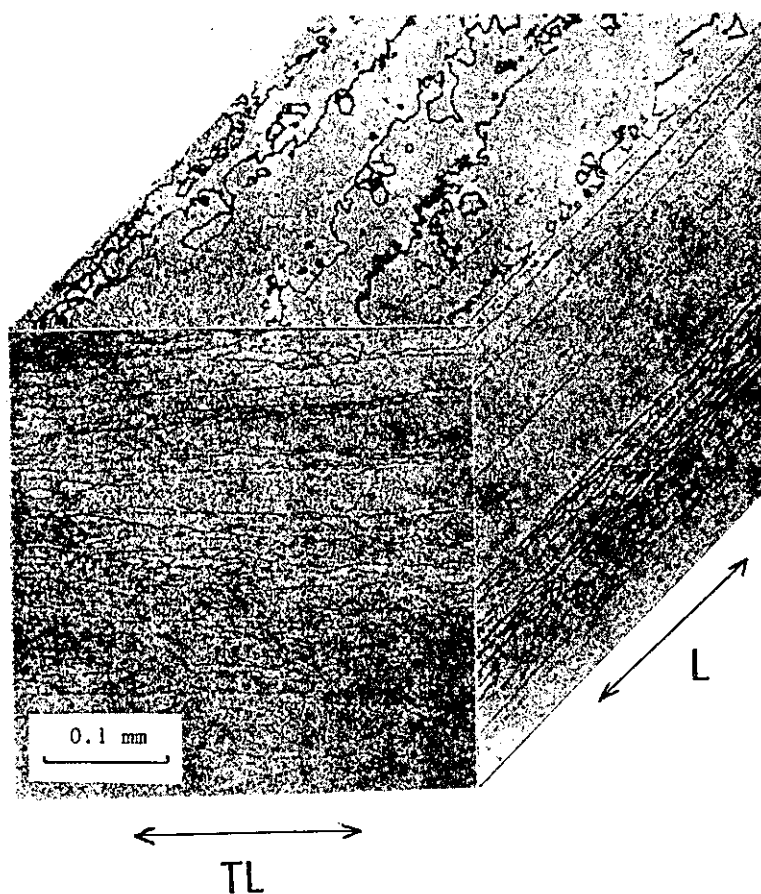


Fig. 1: Structure des grains du 8090

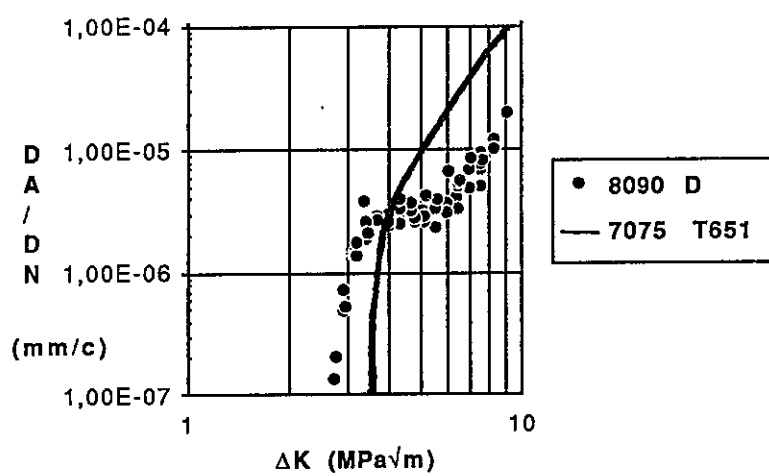


Fig. 2: Vitesses de fissuration du 8090 D et du 7075 T651 [4] testés dans l'air pour un rapport $R=0,1$.

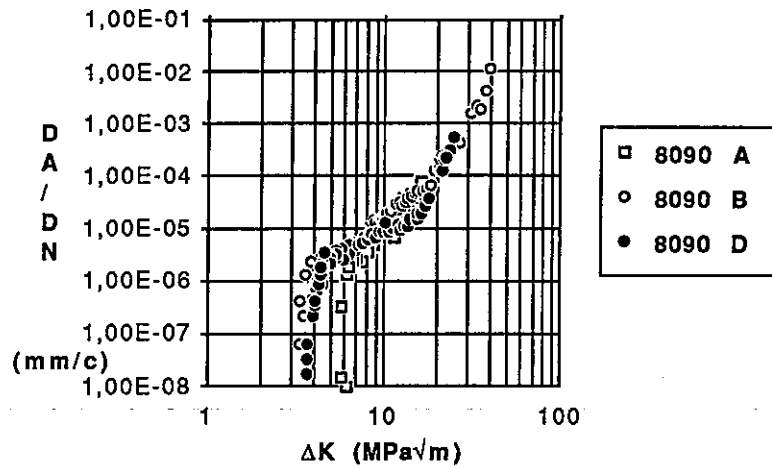


Fig. 3: Influence du traitement thermique sur la fissuration par fatigue du 8090 dans l'air et pour $R=0,01$.

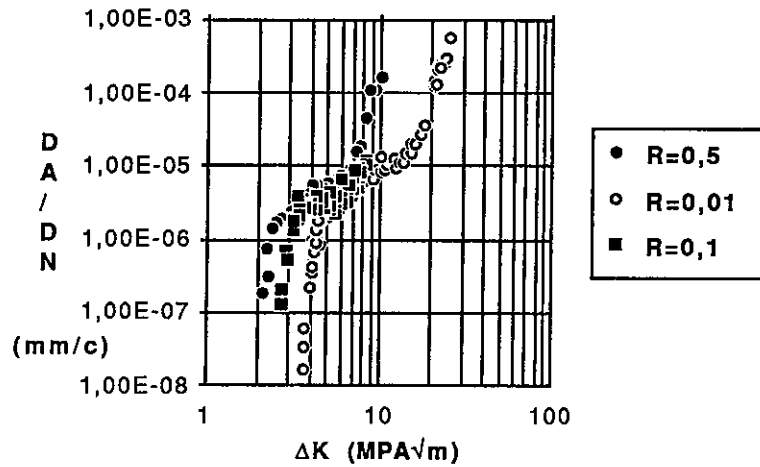


Fig. 4: Influence du rapport R sur la fissuration par fatigue du 8090 D testé dans l'air, $f=20\text{Hz}$ et $RH=60\%$.

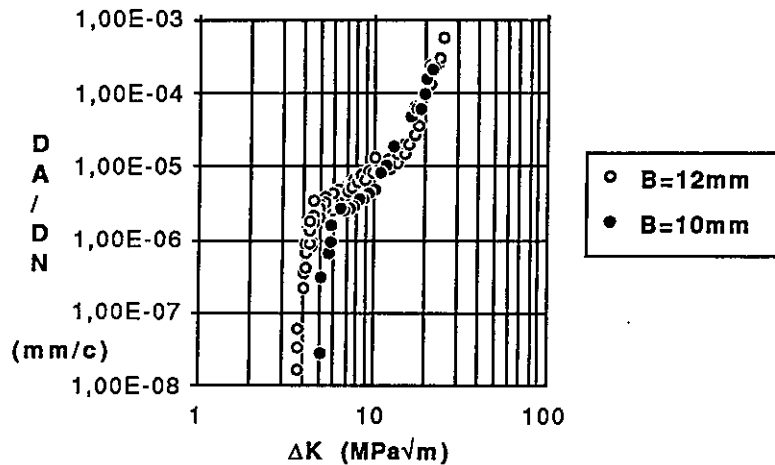


Fig. 5: Vitesses de fissuration du 8090 D pour deux éprouvettes d'épaisseur différentes testées dans l'air pour $R=0,01$.

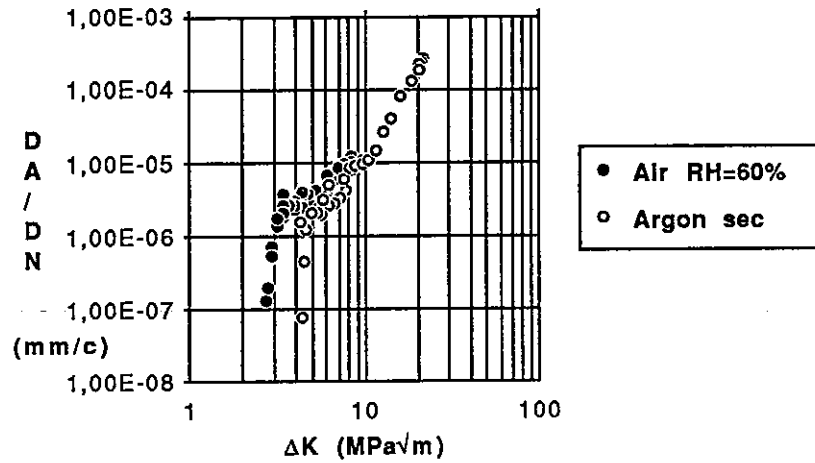


Fig. 6: Courbes de fissuration du 8090 D testé dans l'air et dans l'argon sec pour $R=0,1$ et $f=20\text{Hz}$.

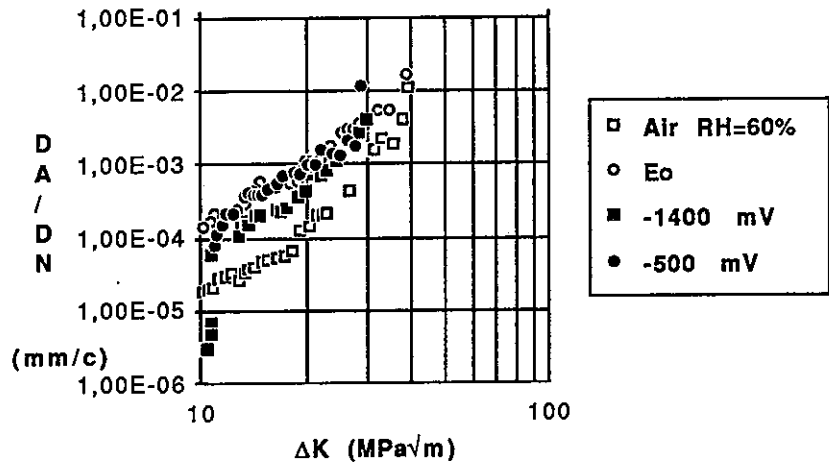


Fig. 7: Courbes de fissuration du 8090 B testé dans l'air et dans l'eau salée (3,5% NaCl) à potentiel libre et à potentiels imposés ($R=0,01$ et $f=1\text{Hz}$).

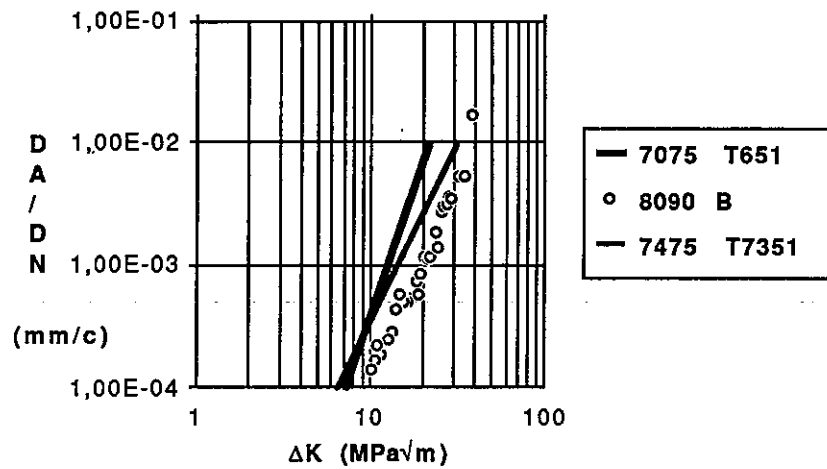


Fig. 8: Courbes de fissuration par fatigue du 8090 B, du 7075 T651 [1] et du 7475 T7351 [2] testés dans une solution 3,5 % NaCl pour $R=0,01$ et à potentiel libre.

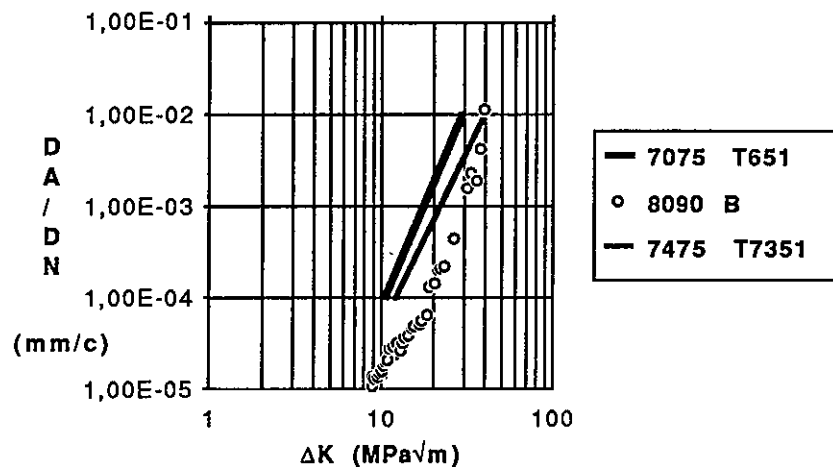


Fig. 9: Courbes de fissuration par fatigue du 8090 B, du 7075 T651 [1] et du 7475 T7351 [2] testés dans l'air pour $R=0,01$.

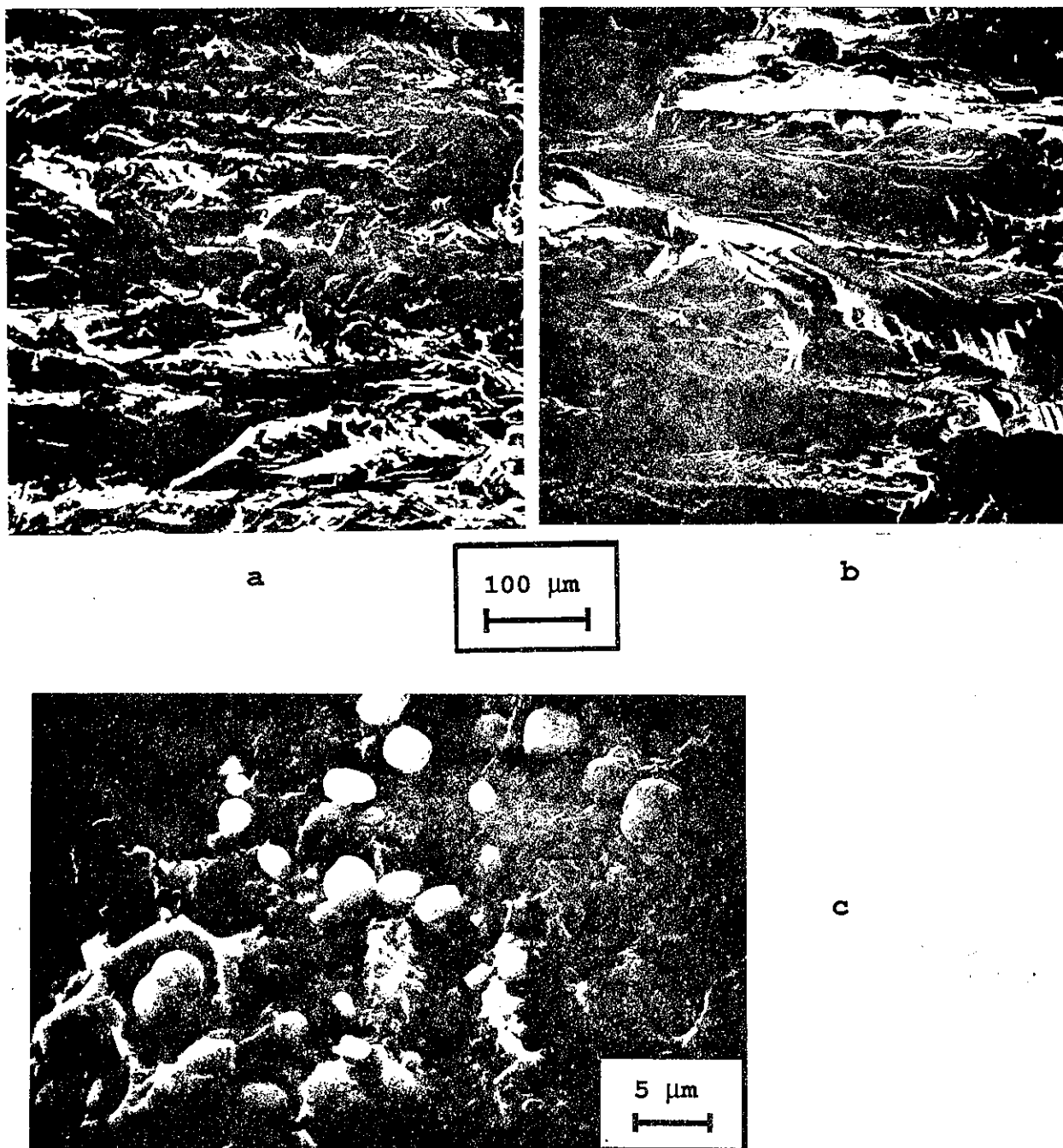
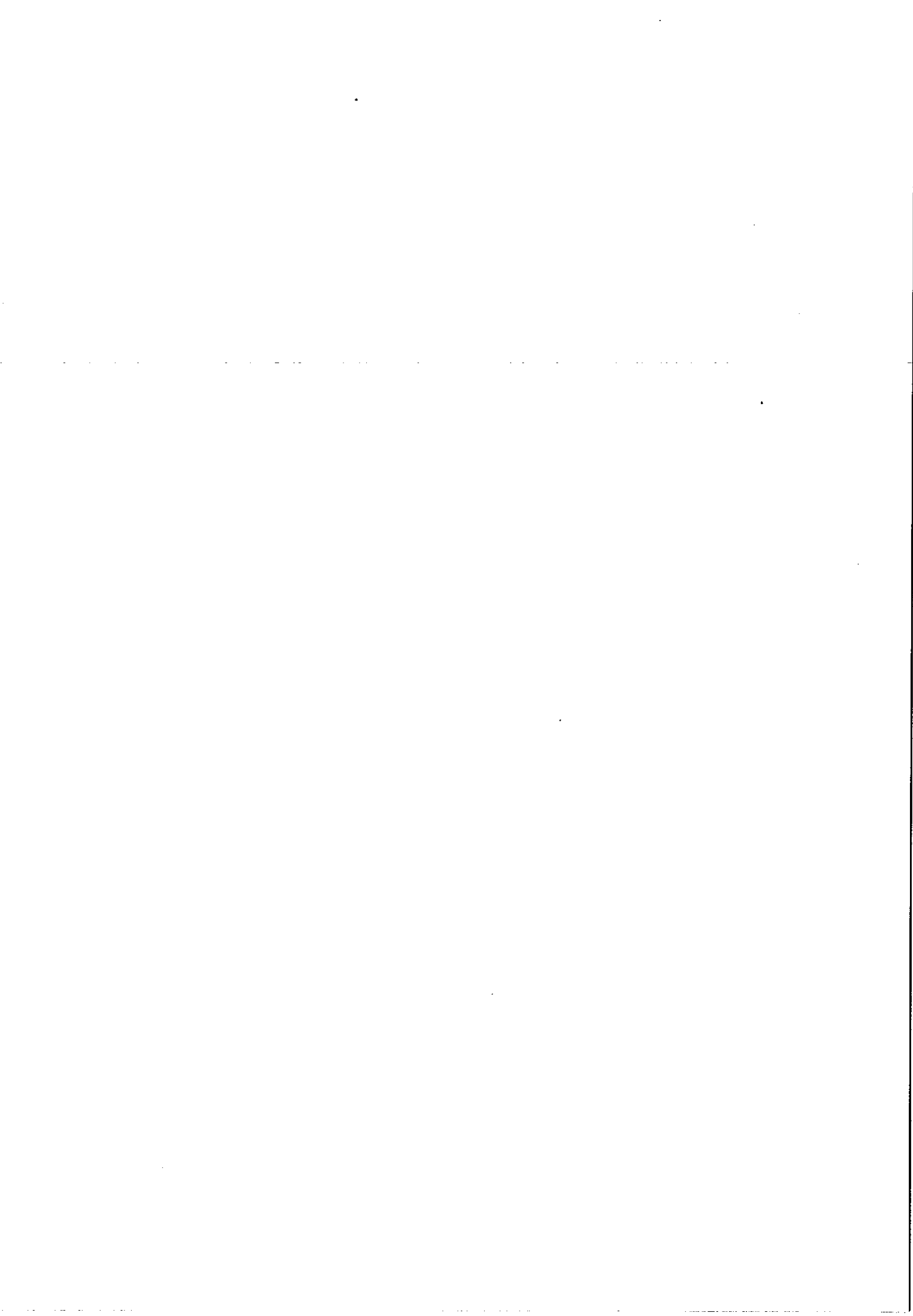


Fig.10: Aspects caractéristiques du faciès d'une éprouvette de 8090 D fissurée à l'air avec un rapport $R=0,01$.

- 10.a: Zone proche du seuil de fissuration ($da/dN = 10^{-7}$ mm/c)
 10.b: Vitesses supérieures à 10^{-5} mm/c ($da/dN = 1,2 \cdot 10^{-5}$ mm/c)
 10.c: Débris de fretting observés à $1,3 \cdot 10^{-5}$ mm/c caractéristiques de vitesses supérieures à 10^{-5} mm/c.



COMPORTEMENT DYNAMIQUE DES FILMS PROTECTEURS

LORS DE LA CORROSION SOUS CONTRAINTE

R.OLTRA et G.M. INDRIANJAFY

Laboratoire de Recherches sur la Réactivité des Solides

U.A. 23 C.N.R.S., BP 138 21004 DIJON

Résumé

Après avoir présenté des résultats qui ont pour objectif de compléter les quelques tentatives de caractérisation de ruptures de films minces d'oxydes (100- 1000Å) en milieu électrolytique, formés sur des éprouvettes de traction, nous discuterons de l'interprétation de la réponse électrochimique supposée provoquée par la rupture en cours de déformation des films protecteurs.

ELECTROCHEMICAL AND MECHANICAL BEHAVIOUR

OF PROTECTIVE FILMS DURING SCC

Abstract

The electrochemical response due to the mechanical breakdown during straining experiments of thin protective films of oxydes (100 - 1000Å) have been studied to complemente the analysis of previous experiments which have been tentatively carried out in order to characterize the mechanical breakdown of the protective films in relation with the stress corrosion cracking (SCC).

INTRODUCTION

Les études de corrosion sous contraintes (csc) ont amené la plupart des auteurs à attribuer un rôle prépondérant à la rupture des films passifs, et celà quel que soit le modèle envisagé (c-à-d indépendamment de la position de cette étape dans les stades séquentiels du mécanisme global). De façon très schématique, on peut considérer que l'existence du film passif peut influencer:

-les processus électrochimiques qui gouvernent la dissolution du métal

-les processus mécaniques de déformation ou d'endommagement du métal

En ce qui concerne l'influence électrochimique de la rupture des films protecteurs, la notion de compétition entre processus passivant et dépassivant est généralement évoquée (1-2). Dans ce cadre, la nature physique des films passifs importe peu et le système est vu uniquement au travers de la cinétique des réactions électrochimiques globales. Le rapport des vitesses des différentes réactions définit le courant de dissolution qu'on assimile comme le paramètre controlant la vitesse de fissuration.

En ce qui concerne l'influence mécanique, ce concept, récemment reformulé (3), reprend les idées relatives à l'interaction environnement-métal (4): une rupture fragile amorcée dans un film mince peut se propager comme une

fissure de clivage dans le métal sous-jacent à des distances significatives. Le film mince peut être soit un film d'oxyde soit une couche mince de composition différente de la composition nominale de l'acier (couche déalliée). Dans le cas des films d'oxydes, une relation d'épitaxie spécifique avec le métal semble indispensable. Cette remarque est importante car elle fixe le domaine d'application de ce concept à un film passif nécessairement structuré. Par ailleurs, l'aspect cinétique de l'évolution des films passifs n'est pas envisagé.

Ces concepts mettent respectivement en avant deux questions relatives:

- à la vitesse de reconstitution du film protecteur
- à la nature physique du film protecteur ainsi que son mode de rupture

La première question a déjà été abondamment discutée et ne sera pas considérée.

Le deuxième point, objet de cette communication, concerne la connaissance des relations existant entre la nature physico-chimique du film et l'éventualité de sa rupture localisée.

I.1 NATURE DES FILMS PASSIFS

Le débat relatif à la nature physique des films passifs a été relancé depuis quelques années compte tenu du développement très important des techniques d'analyses de surface, in-situ et ex-situ, afin de déterminer la composition et la structure des films passifs. Indépendamment du comportement dynamique du film passif, deux conceptions sont actuellement en opposition:

-film d'oxyde cristallisé pouvant être identifié à un oxyde thermique: dans ce modèle le comportement protecteur du film qui se trouve sous forme d'oxydes, est supposé directement relié à sa structure. Dans le cas du fer, le film est soit constitué d'une couche interne Fe_3O_4 et d'une couche externe $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$, soit d'une seule couche $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$. Les entités H_2O détectées au cours des analyses sont souvent considérées comme des molécules adsorbées en surface.

-film d'oxyde hydraté peu organisé de structure gel ou amorphe: ce modèle est caractérisé par le rôle essentiel de l'eau qui transforme les propriétés de l'"oxyde" en celles du film passif. Cependant, l'effet de la présence des entités H_2O a fait l'objet de nombreuses discussions. Le concept essentiellement développé consiste à faire jouer à ces entités un rôle d'amorphisation du film mince. Certains auteurs proposent le terme "polymère", la nature polymérique du film ayant comme principale conséquence de rendre la diffusion des cations métalliques plus difficile à travers le film

(5). Des expériences réalisées plus récemment en EXAFS montrent une probable retransformation du film passif au contact de l'air. En effet, des observations identiques sont constatées pour un film formé à l'air et un film passif après séjour à l'air. D'autre part, le film passif en solution présente des différences structurales par rapport à une analyse à l'air (6). Sur le plan du comportement dynamique, on imagine d'une manière assez "naive" que pour des épaisseurs équivalentes, la probabilité de rupture est plus faible pour ce second modèle.

I.2.COMPORTEMENT DYNAMIQUE DES FILMS SUPERFICIELS

Si on s'intéresse au comportement dynamique des films passifs ou des films d'oxydes en milieu aqueux, on doit d'une part envisager l'aspect purement mécanique lié à leur probabilité de rupture quand le substrat métallique est soumis à une déformation (élastique ou plastique) et d'autre part considérer par la suite que le système film superficiel/métal soumis à cette déformation constitue une "électrode composite" en milieu corrosif, caractérisée particulièrement par des interactions électrochimiques (couplage, repassivation...).

I.31.Rupture mécanique d'un film fragile formé sur un substrat

Indépendamment de la nature chimique du film superficiel on doit considérer deux cas :

+la rupture du film est indépendante du mode de déformation du métal sous-jacent

+la rupture du film est localisée sur les plans d'émergence des glissements ou des macles

GROSSKREUTZ et McNEIL (7) ont proposé un traitement mathématique de ces deux cas.

I.32.Rupture mécanique des films passifs

Comme le note NEWMAN (8) peu de travaux ont été consacrés à l'étude de la ductilité des films passifs. Que l'on se place dans l'hypothèse effet mécanique (induced-clivage) ou dans l'hypothèse effet électrochimique (dissolution métal "frais"), il est important de connaître la déformation critique qui va conduire à la rupture du film passif (fracture strain of surface film) E_f . Les seules données qui existent sur la plasticité en solution des films d'oxydes concernent des films formés en milieu aqueux à haute température (9) ou des films d'oxydes anodiques (10).

Dans le cadre du contrôle de la fissuration par le processus de dissolution anodique, FORD (11) a introduit cette valeur critique E_f dans

le calcul de la vitesse de fissuration en appliquant le modèle de rupture séquentielles du film passif, proposé par SCULLY (2). Les mesures de E_f sont effectuées par déformation rapide (drop weight experiment). Le calcul ainsi que l'aspect expérimental sont résumés à la figure 1.

Avec cette méthode, FORD (11), pour un acier 12Cr 10Ni en milieu 0.01M Na₂SO₄ à 97°C, a obtenu des taux de ruptures pour l'oxyde de l'ordre de 0.002 à 0.004; ces valeurs étant en accord avec celles proposées par VERMILYEA (12-13).

II. CONDITIONS EXPERIMENTALES

Nous nous sommes intéressés à l'application de la méthode de déformation en traction d'une électrode en milieux aqueux, généralement dénommée "Straining electrode experiment" (14). Il s'agissait de comparer avec cette technique le comportement en traction d'électrodes recouvertes soit d'un film passif, soit d'un film superficiel préalablement formés dans les environnements décrits au chapitre précédent.

II.1. MATERIAUX

Dans une première approche, afin de limiter les difficultés et de pouvoir mieux cerner les problèmes fondamentaux, nous avons volontairement choisi de réaliser notre étude sur un métal pur et retenu le fer car il constitue la base des alliages industriels les plus répandus, les aciers. Le matériau utilisé, d'origine industrielle, se présente sous forme de barreaux de 18 x 18 x 200 mm. Il s'agit d'un fer polycristallin employé habituellement pour la réalisation de petites coulées au four à induction. Les éprouvettes de traction obtenues par tournage: diamètre corps 2 mm, longueur utile 16 mm, subissent après usinage un recuit sous vide pendant 2 heures à 950°C afin de réduire les tensions et l'écrouissage qui auraient pu apparaître durant leur fabrication. Elles sont enfin soumises à un polissage électrolytique.

II.2. ELABORATION DES FILMS D'OXYDES.

Les conditions d'obtention des surfaces recouvertes d'oxydes thermiques sont les suivantes:

- température: 150°C
- pression d'oxygène: 16000 Pa après mise sous vide de l'enceinte de réaction à 10⁻⁴ Pa.
- temps d'oxydation : variable de 24 à 72 heures.

L'oxydation est effectuée à une température relativement basse afin d'éviter la modification des caractéristiques mécaniques en cours de traitement. La surface utile des éprouvettes est définie par une isolation du reste de l'échantillon à l'aide d'un vernis suffisamment plastique.

Les films passifs anodiques sont obtenus par immersion des échantillons polarisés à +300 mV/ECS (électrode au calomel saturée) dans une solution mélange de borate de sodium et d'acide borique dont le pH est 8,44 à 25°C. La même solution et les mêmes conditions de polarisation ont été bien évidemment retenues pour les essais sous contraintes et en immersion des échantillons oxydés thermiquement.

II.3. DISPOSITIF EXPERIMENTAL

Les essais de comportement en déformation faits en immersion sont effectués sur une machine de traction classique sur laquelle est montée une cellule électrochimique destinée à recevoir l'électrode-éprouvette de traction (fig. 2). Durant l'expérience, conduite sous contrôle potentiostatique, on mesure le courant circulant entre le métal et la solution, l'effort appliqué sur l'éprouvette ainsi que l'allongement qu'elle subit. Afin de permettre des comparaisons, toutes les grandeurs mesurées ont été ramenées à des grandeurs intensives: force de traction transformée en contrainte, courant en densité de courant, allongement en allongement relatif.

Les résultats présentés expriment la variation du courant de dissolution du métal en fonction de la déformation imposée à l'éprouvette. Pour plus de rigueur, compte tenu de la difficulté à mesurer la déformation vraie de l'éprouvette, l'état de déformation est représenté par la variation de la contrainte en fonction de la durée de traction. Compte tenu du fait que la machine de traction utilisée n'est pas asservie en fonction de la déformation, on doit garder à l'esprit qu'il existe des variations de vitesses de déformation entre le domaine élastique et le domaine plastique (Fig.3).

III. RESULTATS EXPERIMENTAUX

III.1. COMPORTEMENT DYNAMIQUE DES FILMS PASSIFS

En ce qui concerne le comportement du film passif, l'accroissement de courant au cours de la déformation plastique est fonction de la vitesse d'élongation. L'absence de fluctuations du courant analysé à l'oscilloscope laisse supposer qu'il n'y a pas de rupture du film passif. L'hypothèse d'un film passif ductile semble ainsi confirmer les résultats en milieu acide (15).

III.2. COMPORTEMENT DYNAMIQUE DES FILMS D'OXYDES

Par contre, la rupture des films d'oxydes est mise en évidence par les fluctuations du courant de passivité, aux vitesses de déformation lentes (Fig.4) et par son accroissement très important aux vitesses plus élevées. A la vitesse de 7.10^{-3} mm/s, la déformation plastique du métal provoque des

ruptures locales du film qui conduisent à la formation de corrosions locales très actives de type piqûre. Compte tenu de cette corrosion accélérée l'essai de traction a été interrompu afin de pouvoir effectuer des observations microscopiques.

L'examen de la rupture du film est rendu plus facile avec une déformation très avancée (striction) et aux vitesses de déformation plus faibles, compte tenu d'une corrosion plus limitée. Les observations faites au M.E.B. montrent différents types d'endommagement des films d'oxydes qui conduisent à des attaques locales du métal. La décohésion du film peut se produire par décollements en feuillets dus à une perte d'adhérence ou par fissuration le long des traces superficielles des glissements des dislocations (Fig. 5).

Ces premières expériences confirment la probable ductilité des films passifs comparée à la fragilité des films d'oxydes thermiques. Cependant elles ne permettent pas de mesurer le degré de ductilité des films d'oxydes en milieu aqueux compte tenu de leurs modes de rupture apparemment très complexes sur un matériau polycristallin.

III.3. DEFINITION DE ξ_f (fracture strain)

Il est important de remarquer, tant pour les films passifs que pour les films d'oxydes, qu'aucun accroissement du courant de corrosion n'est observé avant la déformation plastique. Ce résultat est assez surprenant dans le cas des éprouvettes oxydées puisqu'à priori on pouvait penser que le module d'Young des films d'oxydes formés était inférieur à celui du substrat métallique.

Un essai de traction à vitesse lente a été réalisé sur une éprouvette écrouie avant oxydation. La variation du courant montre clairement que la rupture de la passivité ne se produit pas pendant la déformation élastique, l'allongement étant cependant deux fois plus important que celui correspondant à la limite élastique sur le matériau non-écroui (Fig.6).

Ce résultat tend à prouver que la rupture de la passivité sur le fer préalablement oxydé serait plus liée au changement de régime de déformation (brusque accroissement de la vitesse de déformation à la transition domaine élastique-domaine plastique) qu'à une déformation critique, comme l'ont proposé FORD en particulier (11). Ce point est important car il met en avant l'influence du mode de déformation du substrat qui pourrait expliquer les différences observées pour les réponses électrochimiques d'un matériau passivé lors d'un essai de traction.

IV. DISCUSSION

Dans le cas d'un film passif, l'interprétation de la réponse électrochimique (le courant de corrosion pour un essai potentiostatique), en cours de déformation imposée (straining electrode experiment) doit tenir compte du fait qu'un accroissement de courant ne signifie pas uniquement rupture du film protecteur. Il semble important de rappeler ici le modèle proposé par KEDDAM et OLTRA (15), qui permet d'expliquer l'accroissement du courant provoqué par un amincissement du film et non par une rupture permanente.

Le film passif formé sur le fer en milieu acide (H_2SO_4 1M), a du point de vue réponse électrochimique en déformation par traction, le même type de réponse en particulier dans la phase élastique, que celui observés sur le fer passivé en milieu borate ou sur les éprouvettes de fer oxydées thermiquement dans ce même milieu. Comme nous avons montré de manière qualitative qu'il existe très probablement une différence de structure entre ces trois films superficiels, les mécanismes de rupture apparaissent comme dépendre principalement du mode de déformation du fer polycristallin.

Dans le domaine de déformation plastique, l'absence de fluctuations du courant de dissolution contraste avec les fluctuations observées lors de la déformation d'éprouvettes recouvertes de couches d'oxydes thermiques. Nous pouvons conclure que même en déformation plastique, il n'existe pas de preuves évidentes de la rupture des films passifs.

Quant au comportement des couches minces d'oxydes, leur probable fragilité est liée à leurs mécanismes de rupture dépendant principalement de la vitesse de déformation du métal sous-jacent.

Il conviendrait de s'interroger sur les propriétés mécaniques de ces mêmes films d'oxyde au contact d'un environnement gazeux afin de déterminer si effectivement la présence d'une solution aqueuse modifie leur comportement mécanique. Leur probabilité de rupture, en particulier dans la phase de déformation élastique du métal de base, pourrait être examinée en effectuant des essais de traction sur des éprouvettes oxydées mises au contact, après déformation, d'un environnement gazeux provoquant la corrosion localisée du métal sous-jacent à l'aplomb des zones endommagées du film d'oxyde.

Cette comparaison du comportement en solution des films d'oxydes thermiques et des films de passivation classiques devrait également permettre de progresser dans la connaissance des phénomènes globaux de la passivation. Elle devrait en particulier permettre de mieux comprendre l'importance de la nature physico-chimique des couches protectrices sur la passivité, due selon les auteurs (5), à la présence soit d'un film d'oxydes cristallisé, soit d'un film hydraté amorphe.

BIBLIOGRAPHIE

- (1)-STAEHLE R.W., Theory of SCC, Ed. J.C. SCULLY, p223, Bruxelles, NATO, (1971)
- (2)-SCULLY J.C., Corrosion Sci., 15, 207, (1975)
- (3)-SIERADSKI K. et NEWMAN R.C, Philosophical Mag. A, 51, 95-132, (1985)
- (4)-De REVIE R.W., Progress in Surf. Sci., 14, 53-12, (1983)
- (5)-POU T.E, MURPHY O.J., YOUNG Y., BOCKRIS J.O'M., TONGSON L.L., J. Electrochem. Soc., 131, 1243, (1984)
- (6)-HOFFMAN R.W., Passivity of Metals and Semiconductors, p147, Ed. M.FROMENT, (1983)
- (7)-GROSSKREUTZ J.C., McNEIL M.B., Journal of Applied Physics, 40, 1, 355, (1969)
- (8)-NEWMAN R.C., Anodic processes and kinetics of scc or cf ,p291-304, "Embrittlement by the localized crack environment", Ed.GANGLOFF R.P., AIME ,(1984)
- (9)-HARRISON P.L., Corrosion Sci., 7, 789, (1967)
- (10)-BUBAR S.F., VERMILYEA D.A., J. Electrochem. Soc., 113, 893, (1966)
- (11)-FORD P., rapport EPRI, NP-2589, (1982)
- (12)-BUBAR S.F., VERMILYEA D.A., J.Electrochem.Soc., 114, 9, 882, (1967)
- (13)-DIEGLE R.B., VERMILYEA D.A., Corrosion, 32, 411, (1976)
- (14)-MURATA T. et STAEHLE R.W., 5 ICMC, TOKYO, p 513, Ed. NACE, (1972)
- (15)-KEDDAM M., OLTRA R., COLSON J.C., DESESTRET A., Corrosion Science, 23 , 449, (1983)

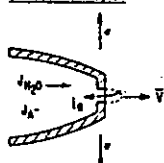
The average crack propagation rate, V , may be predicted if the oxidation charge density is known as a function of time following an oxide rupture event, and if the periodicity of oxide rupture is also known. Therefore, by applying Faraday's laws:

$$V = \frac{M}{\rho F n} \cdot \frac{Q_f}{t_f}$$

where

- M, ρ = atomic weight and density of metal at the crack tip being oxidized
- n = the valence change during the overall oxidation process, which will involve both dissolution and oxide-growth reactions
- F = Faraday constant (= 96,500 coulombs)
- Q_f = the oxidation charge-density passed in t_f , following the oxide rupture event
- t_f = the periodicity of oxide rupture = $\frac{\xi F}{\dot{\epsilon}}$

STRESS-CORROSION



ANALOGY

DROP-WEIGHT EXPERIMENT

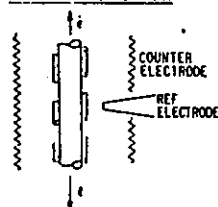


Fig.1-mise en évidence de l'importance de ξ_f qui définit t_f dans le calcul de la vitesse de fissuration V
($\dot{\epsilon}$ = vitesse de déformation en fond de fissure)

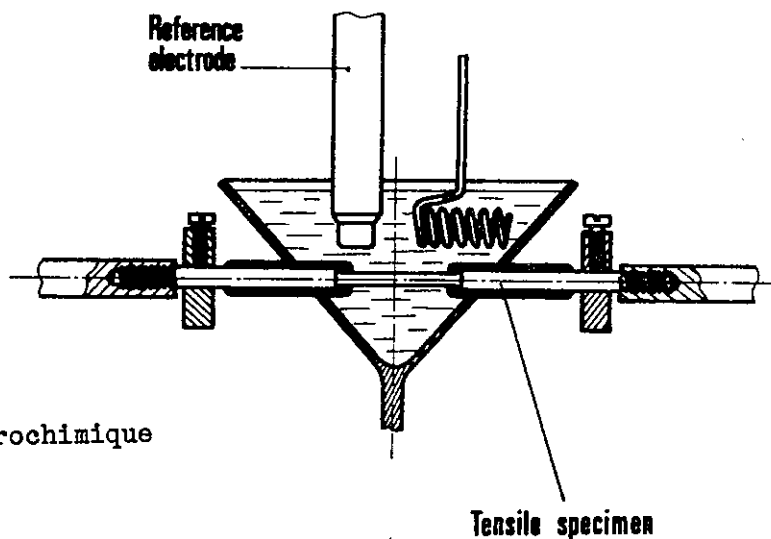


Fig.2- cellule électrochimique

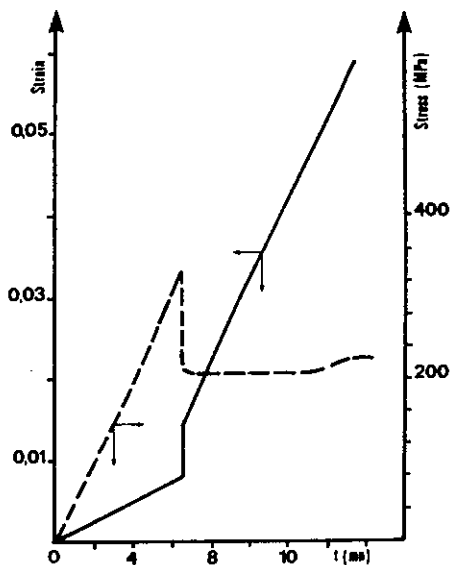


Fig.3- mise en évidence du changement de vitesse de déformation à la transition élastique-plastique

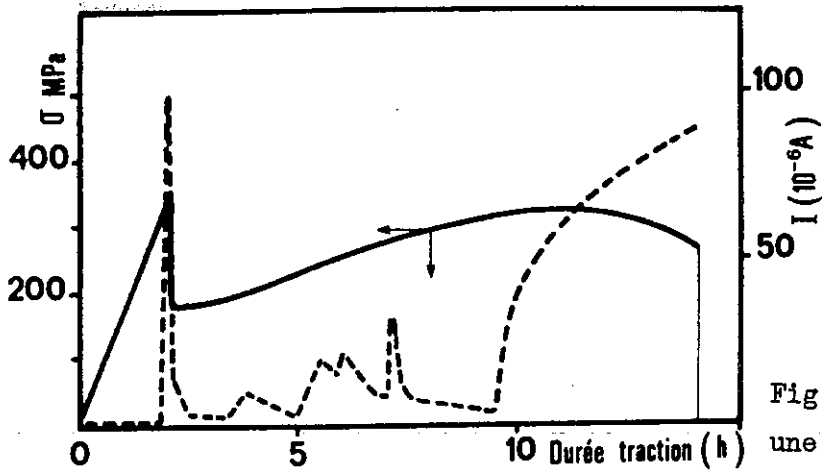


Fig.4- essai de traction sur une éprouvette de traction oxydée à $7 \cdot 10^{-5}$ mm/s

Fig.5- observations des différents types d'endommagements d'un film mince d'oxydes en milieu aqueux (essai de traction Fig.4)

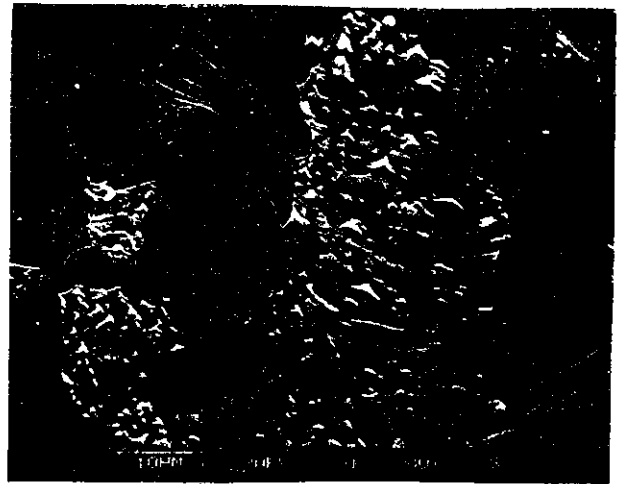
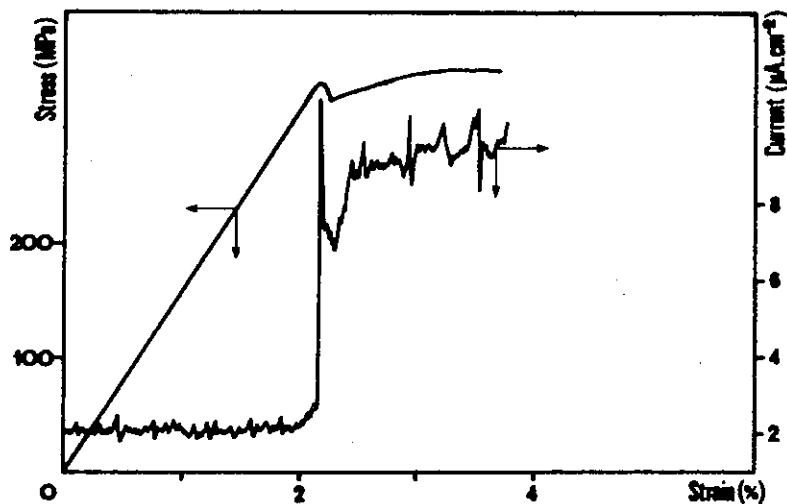


Fig.6- essai de traction sur une éprouvette oxydée après écrouissage



**ETUDE DES TRANSITIONS DE FACIES DE FISSURATION
D'UN ACIER 17-12 Mo DANS LES SOLUTIONS DE MgCl₂**

HASNI L., NOEL D.

EDF, Centre de Recherches des Renardières
Département Etude des Matériaux, Moret sur Loing

Résumé: Le mode de fissuration de l'acier inoxydable 17-12 Mo dans les solutions de MgCl₂ peut passer progressivement d'un faciès transgranulaire à un faciès intergranulaire lorsqu'on modifie soit la chimie du milieu, soit la vitesse de déformation du matériau. Les modifications de la chimie du milieu provoquant cette transition ont pour effet d'abaisser son agressivité, ce qui s'obtient en agissant sur le pH, la température ou le potentiel électrochimique.

A paramètres chimiques constants, des vitesses de déformation élevées favorisent la fissuration intergranulaire. Toutefois, le seuil de vitesse de déformation pour lequel se produit la transition dépend fortement du milieu.

1. INTRODUCTION

Les aciers inoxydables de type 18-10 ou 17-12 Mo sont connus pour leur sensibilité à la corrosion sous contrainte en présence de chlorures, et en particulier dans le réactif de Scheil, solution bouillante de chlorure de magnésium à 44% en poids.

Dans ce réactif, le mode de fissuration des aciers inoxydables est classiquement transgranulaire. Certains auteurs ont cependant signalé qu'une fissuration intergranulaire peut être obtenue lorsque la vitesse de déformation ou le facteur d'intensité de contrainte sont élevés (1, 2). A paramètre mécanique constant, une transition vers une fissuration intergranulaire peut, par ailleurs, être indépendamment obtenue en diminuant la température du milieu ou le potentiel électrochimique appliqué à l'éprouvette (3 à 6).

L'étude dont les résultats sont présentés ici a pour but de mieux comprendre l'effet des paramètres mécaniques et des paramètres physico-chimiques du milieu sur le mode de fissuration. Elle apporte en cela des éléments de réflexion sur les mécanismes impliqués.

2. MÉTHODES EXPERIMENTALES

Matériau étudié et éprouvettes

Les essais ont été réalisés sur un acier inoxydable austénitique Z 2 CND 17-13 dont l'origine et la composition chimique sont reportées sur le tableau I. Le produit utilisé a été traité 1h à 1000°C puis hypertrempé à l'eau en fin de fabrication industrielle.

Après usinage des éprouvettes cylindriques de diamètre utile 4 et 8 mm, destinées aux essais de corrosion sous contrainte (CSC) en traction lente et à charge imposée respectivement, un traitement thermique supplémentaire de 30 min à 1000°C sous vide suivi d'un refroidissement lent a été effectué pour éliminer les contraintes d'usinage. Ce traitement ne sensibilise pas le matériau à la corrosion intergranulaire. Il a été suivi d'un polissage électrolytique sur une épaisseur d'environ 30 μm afin d'éliminer les contraintes superficielles de compression induites par le refroidissement (bain de polissage: HClO_4 10% + éther monobutylique d'éthylène glycol).

TABLEAU I – ORIGINE ET COMPOSITION CHIMIQUE DE L'ACIER Z 2 CND 17-13 ÉTUDIÉ.

Produit	Origine	Composition chimique (% en poids)											
		C	S	P	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	N	B	Co	Cu
Tôle (e = 25 mm)	CAFL	0,022	0,013	0,018	0,38	1,63	13,80	17,01	2,21	0,019	0,002	0,21	0,032

Essais de corrosion sous contrainte

a) Essais à charge constante

Les éprouvettes $\varnothing 8$ mm sont montées sur une machine de laboratoire permettant d'imposer une charge constante jusqu'à 5000 daN. L'allongement des éprouvettes est suivi au moyen d'un capteur de déplacement. Le réactif d'essai est contenu dans une cellule en polytétrafluoréthylène (PTFE), qui est régulée en température et instrumentée pour le suivi du potentiel électrochimique de l'éprouvette, celle-ci étant isolée électriquement de la ligne d'amarrage (figure 1a). La charge est appliquée après passivation et stabilisation du potentiel de l'éprouvette.

b) Essais à vitesse de déformation imposée

Une machine de traction lente permettant des vitesses de déformation comprises entre 10^{-8} et 10^{-3} s^{-1} a été utilisée. L'éprouvette $\varnothing 4 \text{ mm}$ est montée dans une cellule d'essai régulée en température et instrumentée pour la mesure du potentiel de l'éprouvette (figure 1b).

Les variations de l'allongement et de l'effort sont enregistrées au cours des essais et la courbe effort - allongement est traduite sous la forme contrainte vraie en fonction de la déformation rationnelle.

Milieu

Les solutions de chlorure de magnésium ont été préparées à partir d'hexahydrate de MgCl_2 de qualité "pur pour analyses" et d'eau déminéralisée, les additions d'eau étant ajustées de manière à obtenir la concentration en chlorure désirée.

Examens

Les faciès de rupture des éprouvettes ont été examinés après essai en microscopie électronique à balayage.

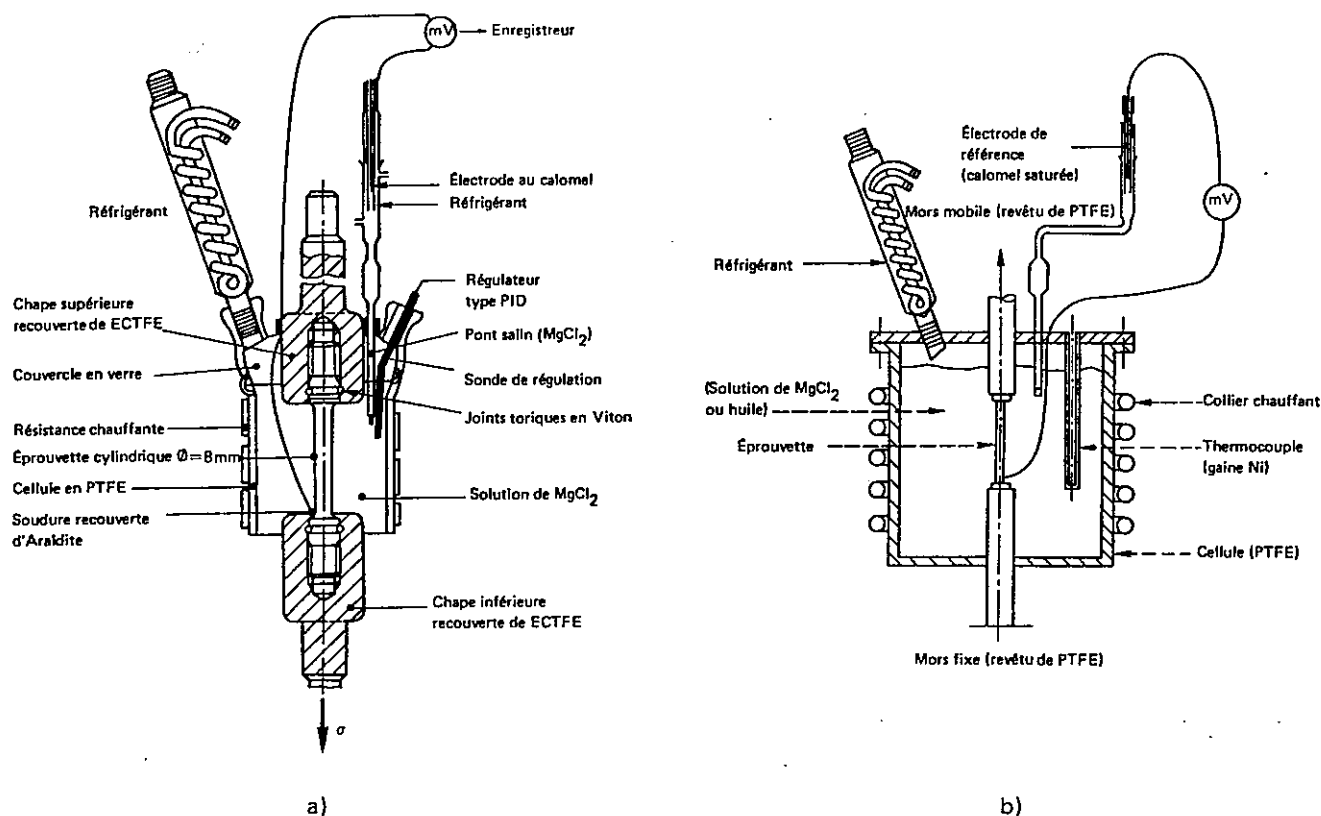


Figure 1 — Cellules et dispositifs d'essai utilisés pour :

- a - les essais à charge imposée,
- b - les essais à vitesse de déformation imposée.

3. RESULTATS

3.1 Influence des paramètres physico-chimiques du milieu sur le mode de fissuration

L'influence de la physico-chimie du milieu a été étudiée à charge imposée pour une contrainte de 250 MPa.

Dans le réactif de Scheil (MgCl_2 44%, 153°C), à pH et potentiel libres, le faciès de fissuration obtenu est classiquement transgranulaire (figure 2).

Effet de la température d'ébullition du milieu

Lorsqu'on diminue la température d'ébullition du milieu - donc en baissant sa concentration -, il y a apparition progressive d'un faciès intergranulaire, qui devient prépondérant à basse température. La transition entre les deux types de faciès est déjà perceptible à 126°C (MgCl_2 35%), avec un faciès principalement transgranulaire et quelques zones de fissuration mixte (figure 3); elle est beaucoup plus marquée à 115°C (MgCl_2 28%) où de larges zones à dominante intergranulaire apparaissent (figure 4). Ce résultat est en accord avec la littérature (3).

Effet du pH du milieu

Une étude que nous avons conduite récemment sur les propriétés chimiques des solutions de MgCl_2 (7) a montré que l'acidité de ces solutions ainsi que leur échelle d'acidité (domaine d'acidité accessible) diminuent beaucoup lorsque la température et la concentration baissent, du fait du déplacement d'une réaction d'hydrolyse. Cette étude a montré en outre que les modifications de la cinétique de fissuration et des caractéristiques des films passifs observées simultanément sont dues essentiellement aux modifications du pH d'équilibre des solutions (7). On s'est donc demandé si les transitions de faciès observées en diminuant la température d'ébullition ne pouvaient pas être obtenues, à température constante, en faisant varier le pH des solutions.

Cette hypothèse a été vérifiée dans des solutions de MgCl_2 44% à 153°C et 42% à 143°C dont les échelles d'acidité et les pH d'équilibre, mesurés à 130°C (7), sont représentés sur la figure 6. Le pH de ces solutions a été ajusté par addition de base $\text{Mg}(\text{OH})_2$ ou d'acide HCl ; les valeurs de pH indiquées dans ce qui suit sont mesurées à 130°C, par rapport à un état standard défini comme ayant un pH égal à 1 pour une concentration en HCl de 10^{-1}M .

- Dans MgCl_2 44% à 153°C, on obtient en milieu acidifié à pH 1 le même faciès transgranulaire qu'à pH libre (pH = 2,2), tandis qu'en milieu plus basique (pH=3-3,2), apparaissent quelques petites fissures intergranulaires dans un faciès principalement transgranulaire. Il aurait été sans doute nécessaire d'aller vers des milieux plus basiques



Figure 2 — Faciès de fissuration obtenu dans MgCl_2 44 % à 153°C .
pH et potentiel libres, essais à charge imposée.

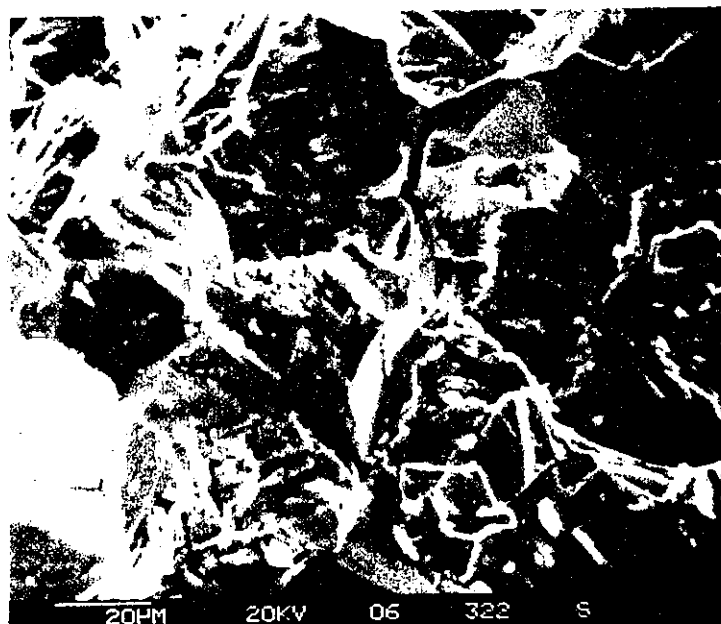


Figure 3 — Faciès de fissuration obtenu dans MgCl_2 35 % à 126°C .
pH et potentiel libres, essais à charge imposée.

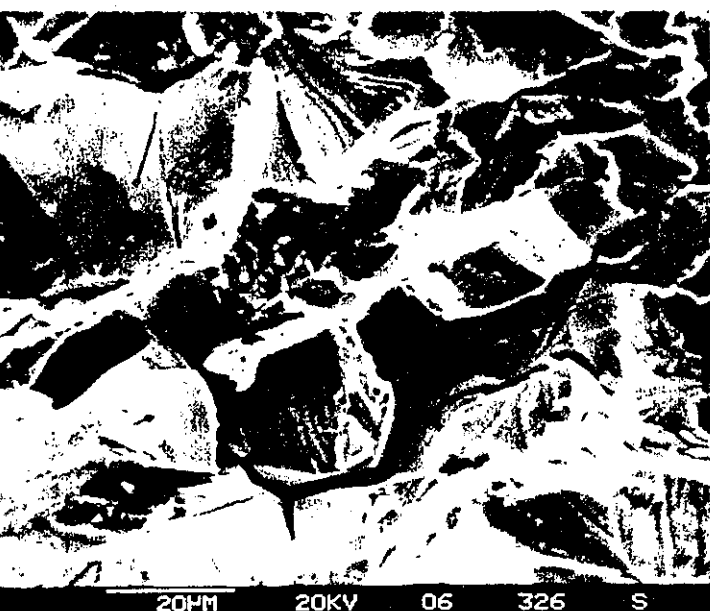


Figure 4 — Faciès de fissuration obtenu dans MgCl_2 28 % à 115°C .
pH et potentiel libres, essais à charge imposée.

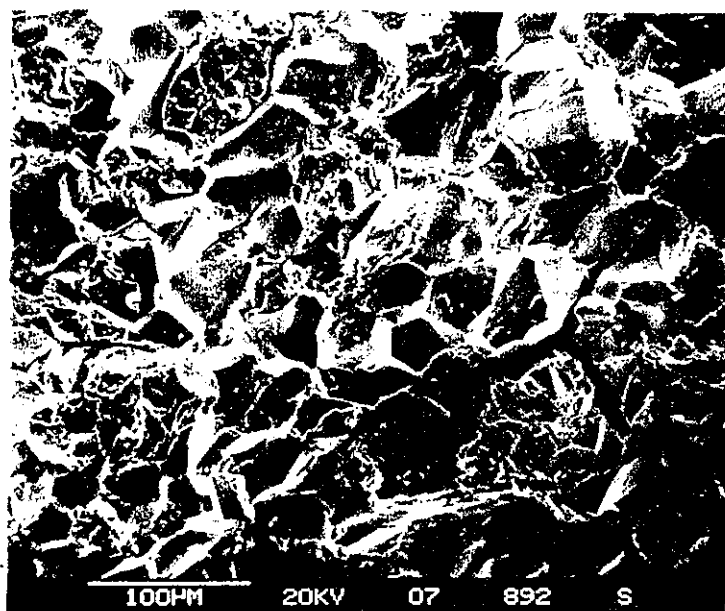


Figure 5 — Faciès de fissuration obtenu dans MgCl_2 42 % à 143°C ,
pH imposée de 4,2 (limite basique).

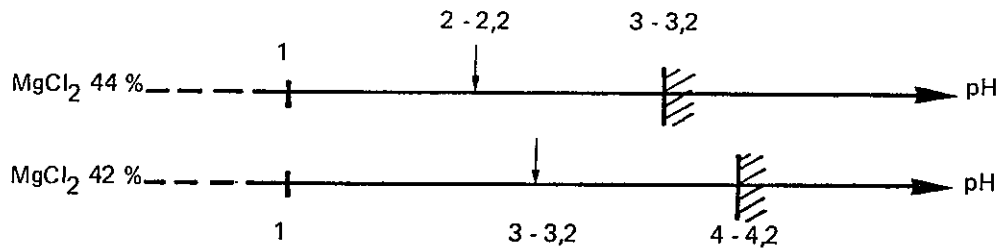


Figure 6 — Échelle d'acidité et pH d'équilibre mesurés à 130°C des solutions de $MgCl_2$ à 44 % et 42 % en poids.

↓ : pH d'équilibre. ▨ : limite basique de l'échelle.

pour observer un effet plus net mais la limitation basique de l'échelle d'acidité ne l'a pas permis.

- Dans $MgCl_2$ 42% à 143°C, le faciès de fissuration, transgranulaire à pH libre (pH ≈ 3), devient principalement intergranulaire en milieu basique (pH ≈ 4,2) (figure 5).

On démontre donc ainsi qu'une augmentation du pH du milieu à température constante favorise la transition vers un faciès intergranulaire.

Effet du potentiel

L'effet du potentiel sur le faciès de fissuration a été étudié à 153°C ($MgCl_2$ 44%, pH libre) sous une contrainte de 250 MPa.

A potentiel libre la fissuration est transgranulaire.

En polarisant cathodiquement le matériau 20 mV en dessous de son potentiel de corrosion (après passivation), quelques fissurations mixtes apparaissent dans un faciès principalement transgranulaire, alors qu'à 40 mV en dessous du potentiel de corrosion, la fissuration présente un caractère intergranulaire plus marqué.

A l'inverse, le faciès reste transgranulaire lorsqu'on polarise anodiquement le matériau (+ 20 ou + 50 mV au-dessus du potentiel de corrosion).

Parallèlement, les temps à fissuration augmentent avec une polarisation cathodique croissante et diminuent avec une polarisation anodique croissante.

Interprétation de l'effet des paramètres physico-chimiques

Ces résultats montrent qu'il apparaît une tendance croissante à la fissuration intergranulaire lorsqu'on:

- abaisse la température d'ébullition, ce qui augmente le pH du milieu;
- augmente le pH à température constante;
- diminue le potentiel.

A l'inverse, la fissuration demeure transgranulaire lorsqu'on diminue le pH ou augmente le potentiel.

Sachant que l'agressivité du milieu vis-à-vis du matériau diminue lorsque le pH augmente, ou lorsque la température ou le potentiel diminuent, il apparaît donc une corrélation très nette entre la corrosivité du milieu et le caractère de la fissuration. La diminution de l'agressivité du milieu, quelque soit son origine, accroît la tendance à la fissuration intergranulaire de l'acier inoxydable.

3.2. Influence de la vitesse de déformation

L'effet de la vitesse de déformation sur le faciès de fissuration a été étudié par des essais de traction lente à des vitesses de déformation comprises entre $2 \cdot 10^{-8}$ et 10^{-4} s^{-1} . Les paramètres mesurés étaient la contrainte à la charge maximale, l'allongement et le temps à rupture. Deux milieux, MgCl_2 28% à 115°C et MgCl_2 44% à 153°C ont été utilisés. Les résultats sont présentés sur la figure 7.

Les courbes donnant l'allongement ou la contrainte maximale à la rupture en fonction de la vitesse de déformation présentent une allure classique, avec une baisse de ces paramètres en dessous d'une vitesse de déformation critique, celle-ci étant plus élevée à 153 qu'à 115°C .

Dans MgCl_2 44% à 153°C , la fissuration est entièrement transgranulaire aux basses vitesses de déformation (10^{-8} - 10^{-6} s^{-1}) tandis que quelques zones mixtes apparaissent aux vitesses plus élevées. Dans MgCl_2 28% à 115°C , la fissuration est principalement transgranulaire aux faibles vitesses ($2 \cdot 10^{-8} \text{ s}^{-1}$) et devient principalement intergranulaire lorsque la vitesse de déformation augmente (10^{-7} s^{-1}). Ainsi, pour les deux milieux, une augmentation de la vitesse de déformation provoque une tendance croissante à la fissuration intergranulaire; le seuil de vitesse de déformation pour lequel se produit la transition dépend du milieu.

4. DISCUSSION

Les résultats obtenus montrent qu'une transition d'un faciès transgranulaire vers un faciès intergranulaire peut être obtenue en agissant soit sur la physico-chimie du milieu de manière à diminuer son agressivité (température, pH, potentiel), soit sur la vitesse de déformation du matériau.

Ces paramètres ne sont toutefois pas indépendants et la transition de faciès ne dépend pas tant de la valeur absolue de l'un ou l'autre de ces paramètres que de leur valeur relative. Cela est illustré sur la figure 8 où sont reportés les résultats de l'ensemble

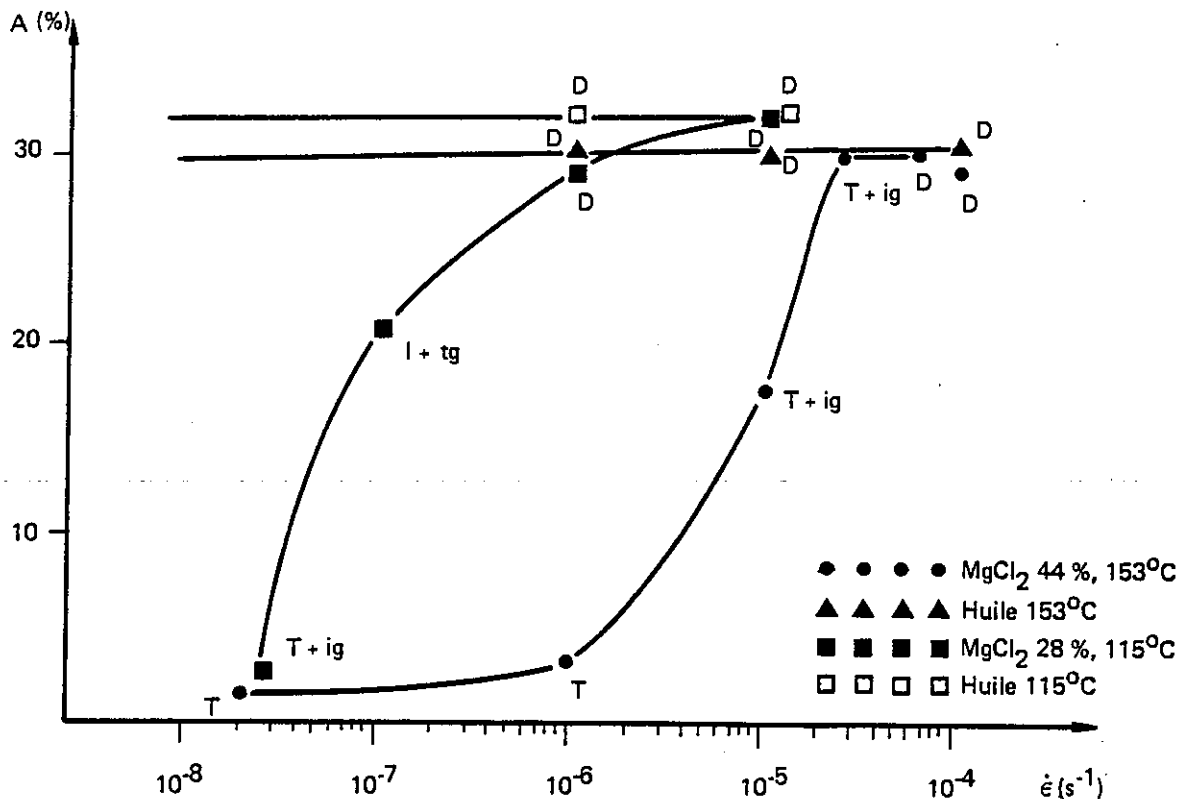


Figure 7 — Essais de traction lente sur l'acier 316L dans les solutions de $MgCl_2$. Variation de l'allongement à la rupture avec la vitesse de déformation, $\dot{\epsilon}$ (s^{-1}). Coordonnées semi-logarithmique.

T : transgranulaire - I : intergranulaire - T + ig : transgranulaire avec quelques fissures intergranulaires - D : ductile - I + tg : intergranulaire avec quelques fissures transgranulaires.

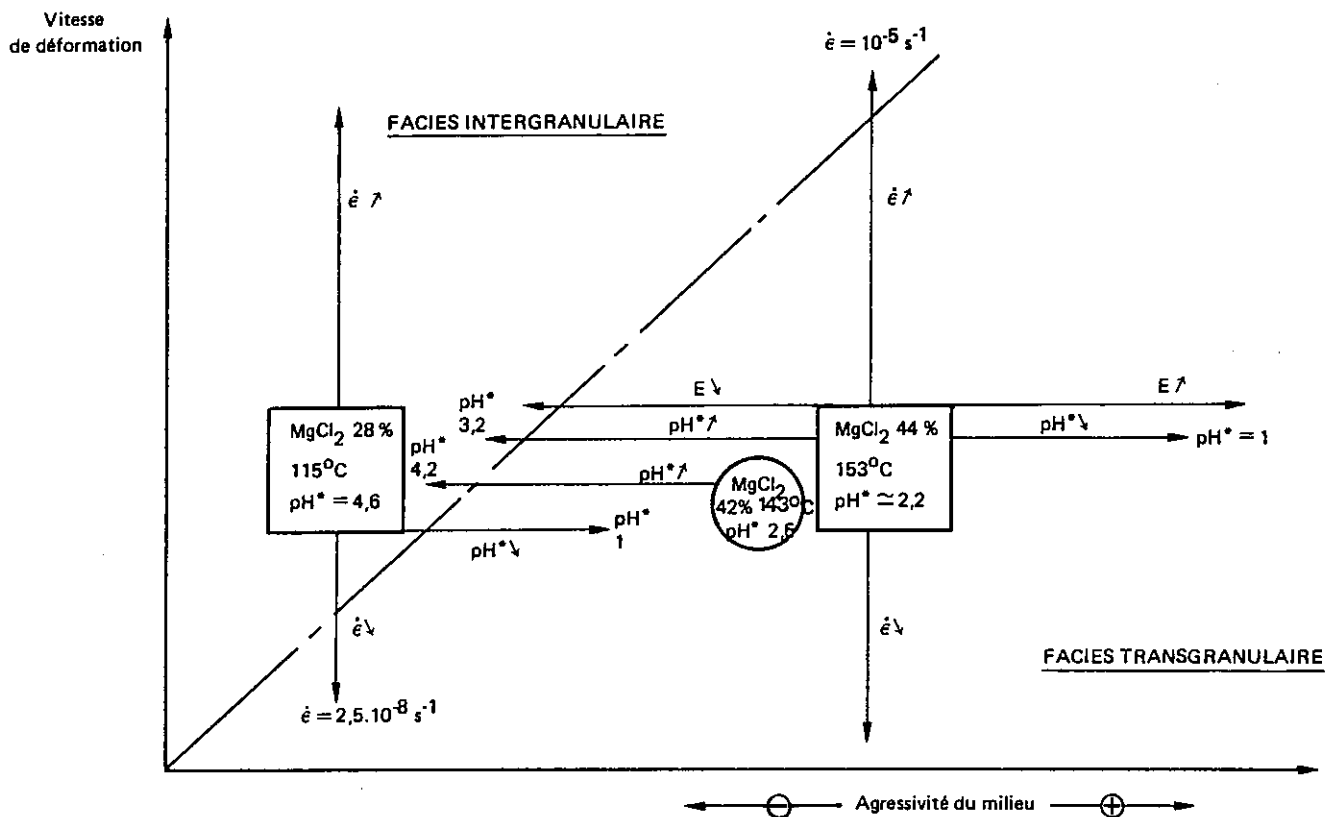


Figure 8 — Représentation schématique des transitions de faciès observées de l'acier 316L dans les solutions aqueuses de $MgCl_2$ par modification de l'agressivité du milieu (essais de corrosion sous contrainte à charge imposée) et de la vitesse de déformation (Traction lente).

des essais selon deux axes qualitatifs "agressivité du milieu" et vitesse de déformation. L'agressivité est probablement reliée à un paramètre plus fondamental en rapport avec le taux de repassivation (i) du métal mis à nu, i diminuant quand la corrosion augmente; la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$ est quant à elle reliée au taux de création de surface dépassivée.

La figure 8 montre donc que la transition de faciès transgranulaire/intergranulaire dépend de la valeur du produit $\dot{\epsilon}i$: pour des valeurs de i élevées (milieu peu corrosif), la transition se produit dès les vitesses de déformation $\dot{\epsilon}$ faibles, alors que des valeurs de i faibles (milieu corrosif) nécessitent des valeurs de $\dot{\epsilon}$ plus élevées pour obtenir la transition. Un comportement analogue du laiton dans les solutions ammoniacales a été rapporté par Scully (8).

Les explications de ces transitions de faciès avancées dans la littérature sont généralement basées sur des arguments mécaniques et métallurgiques. D'après OLTRA (1), il se produit aux vitesses de déformation élevées une concentration de dislocations aux joints de grains qui favorise une dépassivation intergranulaire. D'après KESSLER et KAESCHE (5), les contraintes locales élevées résultant de la concentration de dislocations aux joints de grains peuvent en faire des puits à hydrogène, la fragilisation par l'hydrogène étant supposée impliquée dans le mécanisme de CSC. Ces théories ne paraissent cependant pas pouvoir expliquer pourquoi la fissuration intergranulaire apparaît pour des vitesses de déformation plus faibles en milieu peu corrosif qu'en milieu corrosif. A priori, elles suggèreraient le contraire.

Une hypothèse plus en accord avec nos résultats a été proposée par TAKANO (2), pour qui la transition de faciès est gouvernée par le facteur limitant du processus de CSC. La fissuration serait transgranulaire lorsqu'elle est limitée par la vitesse d'émergence des marches de glissement, et intergranulaire lorsqu'elle est limitée par la vitesse de corrosion. On comprendrait ainsi que l'étape limitante dépende des deux facteurs mécanique et chimique, et qu'une limitation du processus par la vitesse de corrosion (fissuration intergranulaire) se produise facilement en milieu peu corrosif et nécessite des vitesses de déformation plus élevées en milieu très corrosif.

Cette hypothèse implique donc un mécanisme de CSC par dissolution localisée. Cependant, le concept d'étape limitante suppose que la vitesse d'émergence des marches de glissement et la vitesse de corrosion à ces endroits soient des étapes successives et indépendantes; ceci ne paraît pas vérifié. En effet, la plupart des modèles de CSC par dissolution localisée supposent que la vitesse de corrosion dépend du taux d'émergence des dislocations. La théorie de Takano n'explique pas en outre pourquoi chaque facteur limitant provoque un faciès de fissuration (intergranulaire ou transgranulaire) qui lui est propre.

En définitive, il semble que l'explication complète des phénomènes observés soit encore à trouver.

5. CONCLUSION

Cette étude des faciès de fissuration par corrosion sous contrainte de l'acier 17-12 Mo dans les solutions bouillantes de $MgCl_2$ a montré qu'on peut passer d'un faciès transgranulaire à intergranulaire en modifiant la chimie du milieu de manière à diminuer sa corrosivité, ce qui peut être obtenu en abaissant soit la température d'ébullition, soit le potentiel, soit en augmentant le pH. Par ailleurs, une augmentation de la vitesse de déformation, à paramètres chimiques constants, provoque également cette transition.

Il a été montré que les paramètres chimiques et mécaniques ne sont toutefois pas indépendants et que la transition de faciès est obtenue pour des vitesses de déformation plus faibles dans un milieu peu corrosif que dans un milieu très corrosif.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- (1) R. OLTRA - Thèse de Doctorat d'Etat, Université de Dijon, 1984
- (2) M. TAKANO - Corrosion 30, 441, (1974)
- (3) H. OKADA, Y. OSOI - Nippon Kinzoku Gakkai 37, 197, (1973)
- (4) D. DESJARDINS et al - Mém. Sc. Rev. Met. n°6, p 315, (1984)
- (5) K.J. KESSLER, H. KAESCHE - Werkstoffe und Korrosion 35, 171, (1984)
- (6) J.R. GALVELE et al - Corrosion Science 27, 887, (1984)
- (7) A. HASNI - Thèse de Docteur-Ingénieur, Paris VI, 1988
- (8) J.C. SCULLY - Corrosion Science 20, 997, (1980)

23 ème G. F. R. de BORDEAUX 88

CONTRAINTES INITIALES DANS LE BETONJ. M. TORRENTI, P. ACKER, C. BOULAY, D. LEJEUNE
LCPC, 58, bld lefevre, Paris XV ème.**Résumé:**

Toute consommation d'eau dans un béton s'accompagne d'une diminution de volume: le retrait. Celui-ci n'est jamais libre ce qui entraîne la naissance de contraintes initiales. Grâce à une expérience originale, utilisant un granulats comme capteur, nous avons tenté de les évaluer. Si les résultats obtenus à l'aide d'éprouvettes séchées ont été conformes à notre attente, ceux obtenus avec des éprouvettes humides ont montré qu'il existait un fort couplage entre l'action mécanique du retrait et la présence d'eau.

INITIAL STRESSES IN CONCRETE**Abstract:**

Because of water consumption there is shrinkage in concrete. Volumic deformations due to this phenomenon are never free and induce initial stresses. An original experiment, using an aggregate as a sensor, help us to exhibit its. If results obtained with dried samples are in agreement with our analysis these obtained with wet specimens show that exists a coupling between water content of concrete and mechanical effects of shrinkage.

1. INTRODUCTION

La réaction d'hydratation du ciment s'accompagne d'une diminution de volume: le retrait. La contraction Le Chatelier en est une composante: le volume des hydrates formés est inférieur à la somme des volumes de ciment et d'eau. La différence est de l'ordre de 10% ce qui correspondrait à un retrait linéique égal à 3%. Or cette valeur n'est jamais observée car, au cours de la réaction d'hydratation, un squelette minéral se constitue. Lorsque celui-ci devient continu (prise du ciment) le retrait est gêné, d'autant plus que le squelette se rigidifie. Ce dernier, au cours de sa croissance, est donc graduellement contraint.

Dans le cas du béton, constitué d'une matrice en pâte de ciment et de granulats, le retrait entraîne des champs de contrainte de distribution complexe et d'intensité croissante avec l'âge, qui ne sont pas sans effet sur le comportement mécanique du matériau [1]. Les granulats, non soumis au retrait et plus rigides que la matrice, constituent des capteurs qui permettent, par une approche expérimentale appropriée, d'évaluer ces champs.

A l'aide d'un disque de mortier contenant un granulats cylindrique en son centre, nous avons mis en évidence ces contraintes pour deux états hygrométriques différents du mortier. Ce sont ces expériences, leurs résultats, et les questions qu'elles font apparaître que nous allons décrire.

2. LE RETRAIT, SES EFFETS MECANIQUES.

Afin de bien comprendre les résultats de nos expériences et l'interprétation que nous en faisons, il nous semble nécessaire de nous attarder sur le phénomène de retrait. De nombreux auteurs se sont déjà penchés sur le problème (voir [2], [3], [4], ...) aussi nous nous contenterons ici de le décrire de manière schématique. On peut alors résumer le phénomène en disant que toute consommation d'une partie de l'eau présente dans le béton, due au séchage ou à la réaction d'hydratation du ciment, s'accompagne d'une diminution du volume apparent. BUIL [2] a montré que les valeurs du retrait dû à la réaction d'hydratation du ciment, que l'on enregistre après prise, sont du même ordre que celles d'un *retrait de dessiccation* (dû au séchage) qui correspondrait à une diminution de teneur en eau égale à celle qui résulte de l'hydratation, d'où le nom de *retrait d'auto-dessiccation*. Mais, si les effets locaux sont similaires, les effets de structure ne le sont pas. En effet, le retrait d'auto-dessiccation est la conséquence d'un phénomène s'appliquant de façon volumique alors que le retrait de dessiccation est lié au séchage, qui s'effectue à travers des surfaces. Nous devons donc dissocier l'étude de leurs effets mécaniques.

2.1 EFFETS MECANIQUES DU RETRAIT D'AUTO DESSICCATION [12].

On peut distinguer, du point de vue de l'évolution du matériau lors de sa prise, trois phases :

- la phase de **suspension** : au début de la prise, des grains solides, isolés, dans une phase liquide connexe ; l'hydratation se fait par la surface des grains de ciments : ceux-ci se recouvrent d'une couche d'hydrates, croûte de plus en plus épaisse qui ralentit de plus en plus la réaction d'hydratation elle-même (fig.1) :

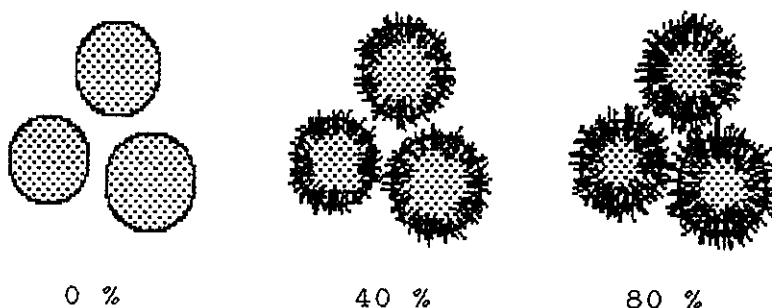


Fig. 1 : état des grains de ciment à différents degrés d'hydratation (les distances relatives sont respectées).

Tant que les grains sont isolés mécaniquement, le retrait macroscopique qui apparaît est proportionnel au degré d'avancement de l'hydratation (ou **degré d'hydratation**, α , défini, à un état donné, comme le rapport actuel de la quantité d'eau consommée dans les réactions d'hydratation, divisée par la quantité d'eau consommable par hydratation totale du ciment).

- la phase de prise : le développement des hydrates autour

des grains établit ensuite des contacts, il y a coalescence des cristaux.

- la phase de **durcissement** : il n'y a, dans les bétons courants, pas de fin à l'hydratation : la couche d'hydrates qui se forme autour des grains de ciment est de plus en plus épaisse et étanche, ce qui ralentit la réaction sans jamais vraiment l'arrêter; on a donc un matériau dont les propriétés physiques et mécaniques évoluent. Sur le plan structural, la poursuite de l'hydratation a essentiellement deux conséquences :

- la croissance du squelette
- la diminution de la teneur en eau, donc de la phase liquide, dans l'espace des pores (phénomène d'auto-dessiccation).

Conséquences sur le plan mécanique (cf figure 2)

- tant qu'il n'y a pas continuité du squelette rigide (phase de suspension AB), la réaction d'hydratation induit une diminution du volume total proportionnelle au degré d'avancement de la réaction d'hydratation (retrait "plastique", avant prise)

- lorsque le squelette minéral est constitué dans tout le volume (phase de durcissement CD), l'hydratation se poursuit mais le retrait d'origine chimique est alors progressivement gêné par une structure de plus en plus rigide. Cette gêne est d'autant plus importante que le squelette est rigide: au cours de sa croissance le squelette solide est donc graduellement contraint. Dans le cas du béton, les granulats vont encore rigidifier le squelette et donc contribuer, parce qu'ils gênent le retrait, à la naissance de contraintes internes (les déformations sont 10 fois plus faibles dans un béton que dans une pâte de ciment). On peut considérer qu'une semaine après la prise, tout retrait d'hydratation supplémentaire est empêché (tangente nulle en D).

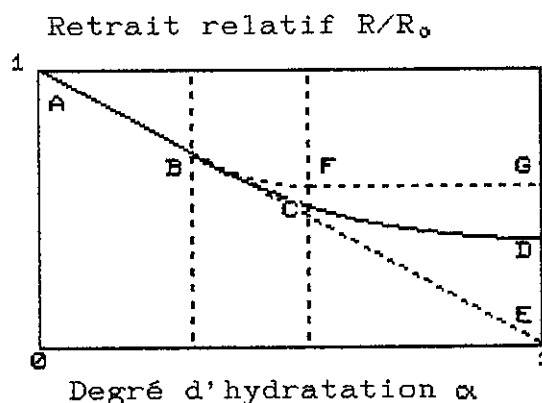


Fig. 2 : évolution schématisée du retrait d'hydratation en fonction du degré α d'avancement de la réaction d'hydratation (où R_0 est le retrait théorique, résultant du seul bilan volumique de la réaction d'hydratation).

- dans la phase intermédiaire BC (phase de prise), où les premiers "amas" se forment, les deux mécanismes coexistent : retrait d'hydratation gêné à l'intérieur des amas, libre ailleurs.

2.2 EFFETS MECANIQUES DU RETRAIT DE DESSICCATION

Pour mettre en évidence ces effets, étudions le cas d'une éprouvette séchant librement. Il est clair que c'est l'eau située en peau qui s'évaporerait tout d'abord. La répartition de la teneur en eau dans l'éprouvette est alors fortement hétérogène (fig. 3a) [5],[6]. Découpons, par la pensée, notre éprouvette en cylindres concentriques, tels que chacun soit homogène par rapport à sa teneur en eau. Nous constatons alors qu'il y a un retrait différent dans chaque cylindre (figure 3b).

Dans la réalité le retrait n'est pas libre et l'évaporation va donc entraîner des contraintes internes. Celles-ci sont de fortes tractions dans la périphérie de l'éprouvette et peuvent être mises en évidence par une technique de libération de contraintes [7]. En surface, la limite locale de résistance en traction est certainement atteinte: il y a microfissuration du matériau (figure 3c). Retenons donc les deux effets mécaniques du retrait de dessiccation: champ de contrainte hétérogène et endommagement du matériau en peau.

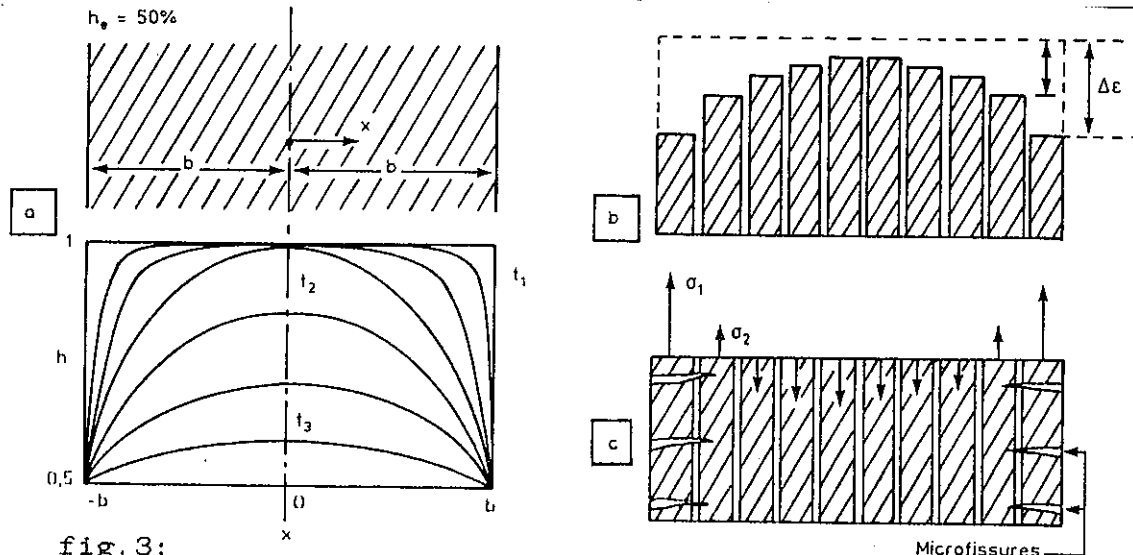


fig. 3:

- a) distribution des teneurs en eau en cours de séchage
 b) retrait libre c) retrait gêné et microfissuration

3. L'ETUDE EXPERIMENTALE [8],[9]

Cette étude visait à estimer, pour une géométrie simple, les contraintes initiales existant dans le béton. Pour cela, nous avons utilisé des disques de mortier de diamètre 16cm et d'épaisseur 12mm contenant en leur centre un granulat idéalisé, cylindre carotté de diamètre 20mm, en quartzite. Compte tenu des différents effets mécaniques du retrait, les modes de conservation ont été de deux types: deux éprouvettes ont été enduites de résine pour empêcher l'évaporation d'eau et deux éprouvettes ont pu sécher librement.

Sur les éprouvettes âgées d'un mois, des jauges extensométriques de faible longueur (2mm) et compensées en température, ont été collées et disposées de manière radiale et orthoradiale à 13.5 (1R & 1θ) et 20.5 mm (2R & 2θ) du centre (figure 4). Nous avons ensuite pratiqué un essai de fendage qui avait pour but de libérer les contraintes initiales pour les évaluer à partir des déformations des jauges (figure 5).

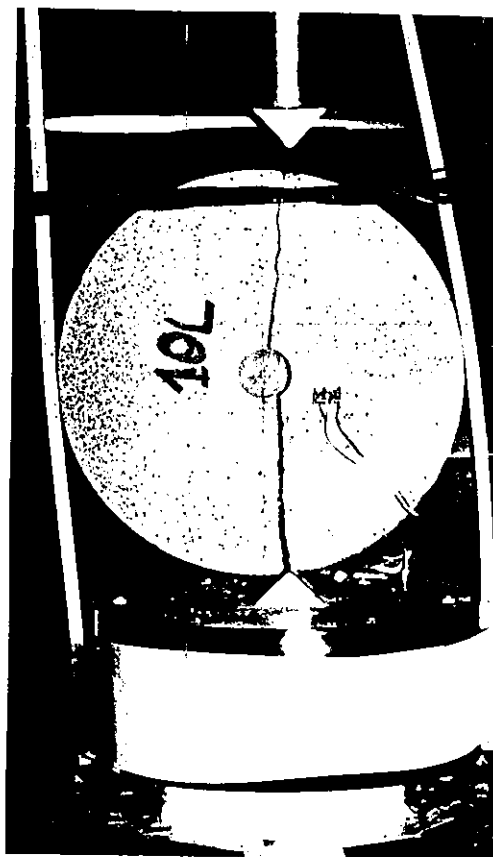
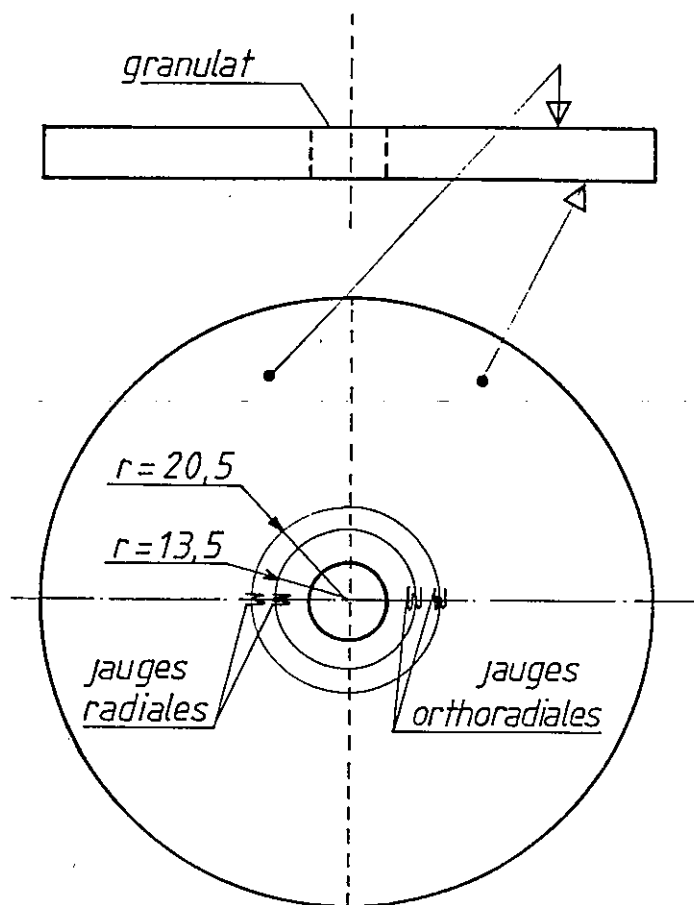


fig.4: implantation des jauges. fig.5: l'essai de fendage.

3.1 EPROUVETTES A SECHAGE LIBRE

Les déformations obtenues après fendage sont rassemblées dans le tableau 1. On notera la forte intensité des déformations mesurées.

épreuve → jauges	1L	2l	moyenne (en micro-déformations)
1R	278	243	260
2R	42	48	45
1θ	-225	-167	-196
2θ	-71	-62	-66

à tableau 1: déformations à la rupture - cas des éprouvettes séchage libre.

Ces résultats montrent que le mortier était comprimé dans la direction radiale alors qu'il était étiré dans la direction orthoradiale. Pour un rayon donné, ces contraintes sont d'un ordre de grandeur voisin. Les enregistrements poursuivis après le fendage indiquent une stabilisation complète des déformations. Une étude photoélastique complémentaire a également permis la mise en évidence de l'existence des contraintes initiales (figure 6).

Les résultats d'un calcul utilisant la méthode des éléments finis et le programme CESAR du LCPC, considérant l'aspect tridimensionnel du problème (l'hypothèse des déformations planes n'étant pas valable ici) en élasticité linéaire, mais ne considérant pas la non uniformité du séchage, confirme nos expériences (figure 7).

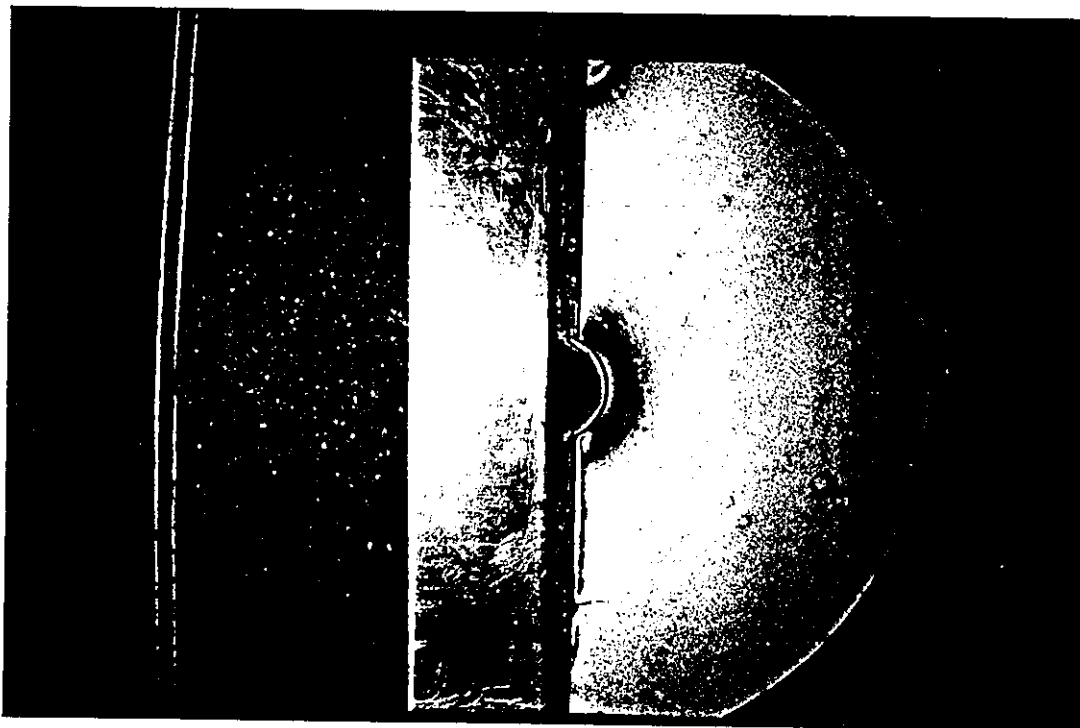


figure 6: franges d'isocisaillement

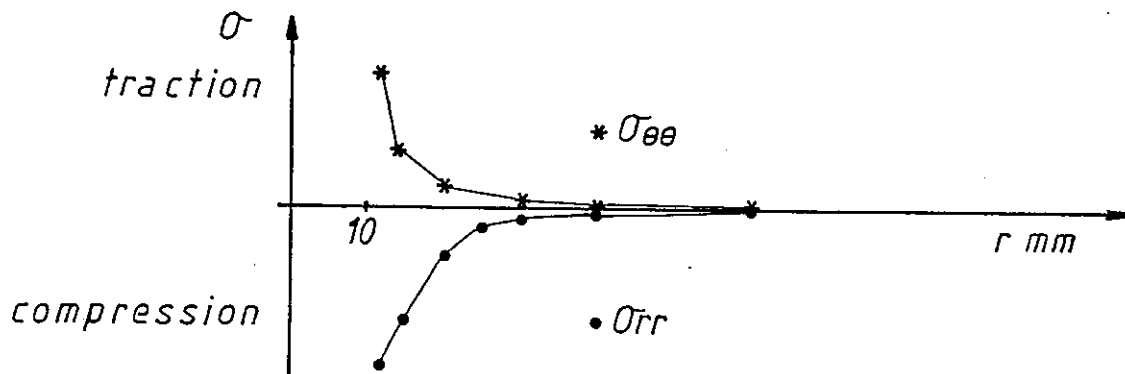


figure 7: résultats de la simulation par éléments finis (sans effet du séchage)

Nous avons vu précédemment que les effets du séchage sont très importants. Nous avons donc réalisé une étude numérique tenant compte de ce paramètre. Celle-ci utilise le programme BIDIF pour créer un fichier des teneurs en eau aux différents âges du béton [10]. En liant teneur en eau et retrait, on obtient les déformations initiales imposées. Les contraintes qu'elles induisent, notamment en peau et dans la direction orthoradiale, sont des tractions très largement supérieures à la résistance en traction du mortier. Il y a donc microfissuration du mortier près du granulat. Cet endommagement peut être pris en compte de deux façons différentes: soit on admet qu'il est localisé, et la fissuration est simulée, par exemple, à l'aide du modèle

stochastique de ROSSI [11] (ACKER [12]), soit on suppose la fissuration suffisamment diffuse, ce qui peut s'envisager ici où l'on est dans un cas de déformation imposée, à fort gradient, et l'on peut utiliser un modèle d'endommagement, celui de MAZARS [13] par exemple (TORRENTI [14]).

Utilisons cette seconde hypothèse. La relation contrainte déformation en traction est peu affectée par la faible composante de compression. Nous pouvons donc utiliser la relation uniaxiale proposée par MAZARS. La contrainte correspondante peut alors être estimée: ainsi pour $r=13.5\text{mm}$ on obtient $\sigma_{\theta\theta} = 1.3\text{ MPa}$ (figure 8).

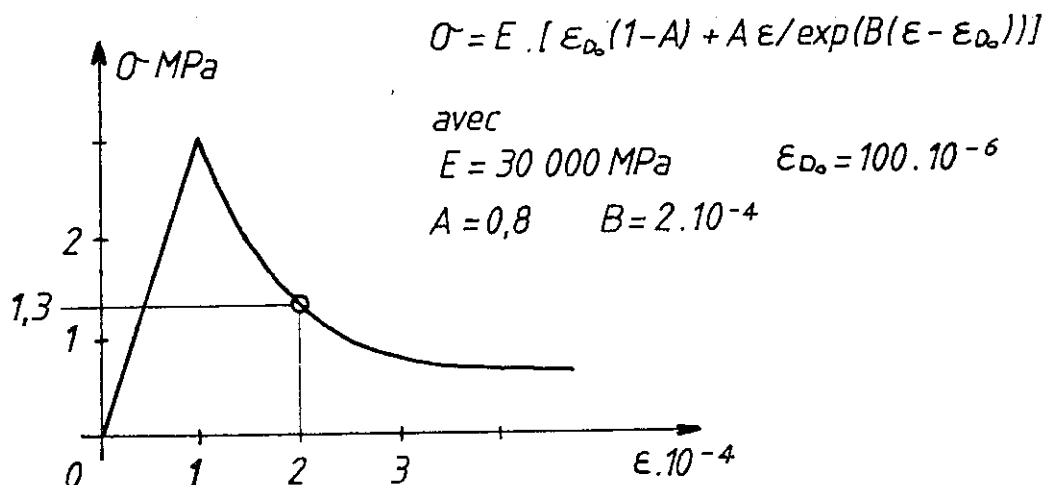


figure 8: détermination de la contrainte orthoradiale à l'aide du modèle d'endommagement de MAZARS [13].

3.2 EPROUVETTES ETANCHES

Les résultats obtenus après fendage de ces éprouvettes ont été fort déconcertants. En effet, celles-ci, qui n'avaient pas subi de fissuration de peau imputable au séchage, auraient dû indiquer des déformations en accord avec le calcul élastique aux éléments finis. Or il n'en est rien. Les déformations radiales sont de signes opposés: compression près du granulat mais traction plus loin (cf tableau 2). De plus, les ordres de grandeurs entre déformations radiales et orthoradiales ne sont plus les mêmes.

éprouvette jauge	1E	2E	moyenne
	(en micro déformations)		
1R	23	62	42
2R	-38	-44	-42
1θ	-116	-210	-163
2θ	-31	-76	-53

tableau 2: déformations à la rupture - cas des éprouvettes étanches.

Egalement remarquable est l'évolution très rapide des déformations après fendage, lorsqu'une nouvelle surface d'évaporation a été créée (fig. 9). L'effet est ici imputable au séchage qui provoque un fort retrait de dessiccation. A celui-ci

pourrait venir s'ajouter un retrait thermique dû au fait que l'eau, en s'évaporant, refroidit l'éprouvette (une variation de température de quelques degrés a pu être observée). Lorsque l'on empêche, au moins en partie, l'évaporation à travers la surface créée par le fendage, l'évolution des déformations est modifiée: les quatre jauges évoluent de manière identique et indiquent un raccourcissement, indépendamment de l'évolution de la température.

Outre un avatar expérimental toujours possible (par exemple un séchage local lors du collage des jauges), ceci ne peut s'expliquer que par un **couplage entre action mécanique (ici le retrait) et la présence d'eau dans le mortier**. Afin d'éliminer la première hypothèse de nouveaux essais sont en cours. L'explication physique du couplage action mécanique - eau ne paraît pas évidente. Une première idée consisterait à supposer qu'il y a, à cause du retrait, une mise en pression de l'eau interstitielle. Cette idée, très séduisante car elle explique l'allure des courbes observées, résiste mal au fait que le retrait, lié à une consommation d'eau, s'accompagne d'une dépression capillaire [15]. Pour l'instant, nous ne pouvons donc affirmer qu'une seule chose: le phénomène physique mis en jeu est intimement lié à la présence d'eau, et il est très intense.

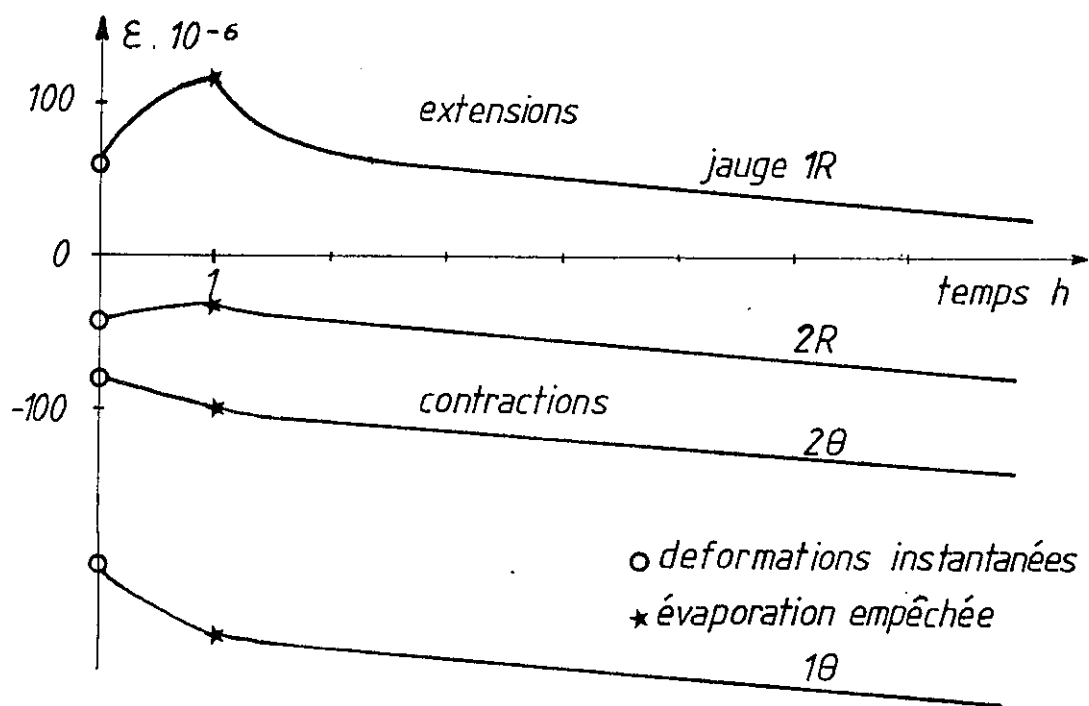


figure 9: évolution des déformations après fendage. cas des éprouvettes étanches.

4. CONCLUSIONS

Grâce à une méthode originale, utilisant un granulats comme capteur, nous avons pu mettre en évidence d'importantes contraintes initiales dans le béton. Celles-ci sont liées à l'action mécanique des retraits: le retrait d'autodessiccation qui provoque une mise en contraintes du squelette granulaire et le retrait de dessiccation qui induit un champ de contraintes hétérogènes ainsi qu'une fissuration de peau. Si les essais réalisés sur des éprouvettes, qui ont séché librement, ont donné

des résultats conformes à notre attente et que l'on sait interpréter, par exemple à l'aide d'un modèle d'endommagement, ceux réalisés avec des éprouvettes étanches n'ont pu être interprétés de manière complètement satisfaisante. Toutefois, il est clair que c'est la présence d'eau qui est la clé du problème, ce paramètre apparaissant une fois de plus comme fondamental dans la compréhension du comportement différé du béton.

REMERCIEMENTS:

Les auteurs tiennent à remercier Mme SANTINI et MM. SALHI, DELAHOUSSE, DUBUET du service de Mécanique du LCPC pour leur aide dans la réalisation de l'étude photoélastique.

REFERENCES:

1. ACKER, BOULAY, ROSSI - "On the importance of initial stresses in concrete and of resulting mechanical effects", Cement and Concrete Research, vol.17, n°5, 1987
2. BUIL - "Contribution à l'étude du retrait de la pâte de ciment durcissante", Rapport de recherche LPC, n°92, 1979
3. BARON - " Les retraits de la pâte de ciment", in "Le béton hydraulique", Presses de l'ENPC, 1982
4. WITTMANN - "Mechanisms of creep and shrinkage", preprints of the fourth RILEM International Symposium on creep and shrinkage of concrete, mathematical modelling, Evanston, 1986
5. MENSI, ACKER, ATTOLOU - "Séchage du béton: analyse et modélisation", Matériaux et Constructions, vol.21, n°3-12, 1988
6. WITTMANN - "Deformation of concrete at variable moisture content", in "Mechanics of Geomaterials", BAZANT ed., Wiley, 1985
7. ABDUNUR - "Mesure directe des contraintes dans le béton", rapport d'activités LCPC, 1984
8. ZIDI - "Evaluation des contraintes internes dans le béton à partir des déformations résiduelles", mémoire de DEA, ENPC, 1986
9. CHAOUI - "Evaluation des contraintes internes dues au retrait du béton", mémoire de DEA, ENPC, 1987
10. ACKER - "Drying of concrete: consequences for the evaluation of creep tests" in "Fundamental research on creep and shrinkage of concrete", Martinus Nijhoff, 1982
11. ROSSI, RICHER - "Stochastic modelling of concrete cracking" in "Constitutive laws for engineering materials - Theory and application", DESAI ed., Elsevier, 1987
12. ACKER - "Comportement mécanique du béton: apport de l'approche physico-chimique", Thèse de l'ENPC, 1987
13. MAZARS - "Application de la mécanique de l'endommagement au comportement non linéaire et à la rupture du béton hydraulique", Thèse d'Etat, Paris VI, 1984

14. TORRENTI - "Comportement multiaxial du béton: aspects expérimentaux et modélisation", Thèse de l'ENPC, 1987

15. WITTMANN - "Surface tension shrinkage and strength of hardened cement paste", *Materiaux et Constructions*, vol.1, n°16, 1968

23ème Colloque du G.F.R. - Bordeaux 1988

PROBLEME DE L'INCLUSION HETEROGENE VISCOPLASTIQUE

BRULE Annick, MOLINARI Alain, CANOVA Gilles, AHZI Saïd
 Laboratoire de Physique et Mécanique des Matériaux (URA CNRS 301)
 Institut Supérieur de Génie Mécanique et Productique
 UNIVERSITE DE METZ, Ile du Saulcy, 57045 - METZ CEDEX 01

RESUME

La présente étude a pour objet de généraliser les résultats de Gilormini et Montheillet à des problèmes tridimensionnels (inclusion ellipsoïdale viscoplastique, matrice environnante newtonienne sollicitée à l'infini de façon uniforme) en s'attachant à décrire tout particulièrement :

- l'évolution des conditions qui permettent de mettre en oeuvre l'hypothèse de Taylor dans le processus d'homogénéisation d'un polycristal (effets de forme, du matériau, du chargement),
- les courbes de déformabilité liées à la forme de l'inclusion.

ON THE PROBLEM OF THE HETEROGENOUS VISCOPLASTIC INCLUSION

ABSTRACT

The aim of the present study is to generalize Gilormini and Montheillet's results to three dimensional problems (ellipsoïdal viscoplastic inclusion, Newtonian neighbouring matrix loaded uniformly at infinity) and particularly to describe :

- the evolution of the conditions that enable us to apply Taylor's assumption in the homogenization process of a polycristal (effect of shape, material, loading),
- deformability curves linked to the inclusion shape.

I. INTRODUCTION

Les inclusions jouent un rôle prédominant puisque l'on observe que c'est dans leur voisinage que l'endommagement apparaît sous forme d'une rupture de l'inclusion ou de la matrice environnante, ou encore d'une décohésion entre matrice et inclusion.

On s'intéresse donc aux conditions qui régissent l'amorçage

de l'endommagement en visant à optimiser l'architecture inclusionnaire du matériau (forme, dureté, etc ... des inclusions) ainsi qu'à la perturbation des contraintes et des déformations dues à la présence d'une inclusion.

Nous nous limiterons aux inclusions suffisamment grandes (de dimensions supérieures à quelques microns) et ne présentant pas de relations cristallographiques avec la matrice environnante, ce qui exclut de cette étude les précipités.

Enfin, le problème de l'inclusion largement traité pour des matériaux élastiques, viscoélastiques ou élastoplastiques est très peu abordé en viscoplasticité. Seuls, Gilormini et Montheillet [17] ont apporté une solution analytique exacte au problème d'une inclusion viscoplastique isolée au sein d'une matrice newtonienne infinie, sollicitée de façon uniforme à l'infini, dans les deux cas particuliers suivants :

- inclusion cylindrique (déformation plane à l'infini),
- inclusion ellipsoïdale de révolution (déformation axisymétrique à l'infini).

Problème résolu en utilisant dans le premier cas la méthode du potentiel complexe, dans le deuxième la solution développée par Edwards (1951) en élasticité.

Nous nous proposons ici de généraliser ces résultats à des problèmes tridimensionnels. La démarche utilisée est la suivante :

- une première approche analytique consiste à se ramener au problème d'une inclusion hétérogène linéaire dans une matrice viscoplastique linéaire.
- une deuxième approche numérique, inspirée par Mura [27] repose sur la détermination des fonctions de Green de la matrice environnante.

II. PRESENTATION DU PROBLEME

Nous considérons une inclusion ellipsoïdale de comportement viscoplastique au coeur d'une matrice infinie de comportement newtonien sollicitée de façon uniforme à l'infini. (fig. 0)

Le déviateur des contraintes est donc lié au tenseur des vitesses de déformation par la loi de l'écoulement :

$$\text{- dans la matrice} \quad : \quad \underline{S} = \mu_0 \underline{D} \quad (1)$$

$$\text{- dans l'inclusion} \quad : \quad \underline{S} = \mu_1 \underline{D}_e^{m-1} \underline{D} \quad (2)$$

où m désigne le coefficient de sensibilité à la vitesse ($0 \leq m \leq 1$)

De la vitesse de déformation équivalente au sens de Von
 Misès : $D_e = \sqrt{\frac{2}{3}} D_{ij} D_{ij}$ (3)

μ_0, μ_1 : constantes rhéologiques

La démarche principale est alors la suivante : on impose à la matrice à l'infini une sollicitation uniforme définie par :

- un champ de vitesses \underline{D}^∞ vérifiant la condition d'incompressibilité ($D_{kk}^\infty = 0$)

- une pression hydrostatique p^∞

et le problème consiste à déterminer le tenseur des vitesses de déformation ainsi que la pression régnant dans l'inclusion.

III. RESOLUTION

Eshelby [37] a traité formellement le problème du comportement d'une inclusion élastique au sein d'une matrice élastique. L'analogie viscosité-élasticité qui consiste à traiter des matériaux élastiques incompressibles (coefficient de Poisson égal à 0.5) permet alors de résoudre le problème d'une matrice newtonienne et d'une inclusion pseudoplastique. En effet, l'uniformité de la vitesse de déformation dans l'inclusion démontrée par Gilormini [47] permet de considérer l'inclusion pseudoplastique comme un matériau newtonien de viscosité $\mu_2 = \mu_1 D_e^{m-1}$, D_e dépendant bien sûr de μ_0 , μ_2 et de la vitesse de déformation imposée à l'infini \underline{D}^∞ .

Résoudre le problème équivaut alors à résoudre l'équation implicite $\mu_2 = \mu_1 D_e^{m-1} (\mu_0, \mu_2, \underline{D}^\infty)$ (4)
 Nous proposons ici une approche différente. Compte tenu des équations (1) et (2), le comportement du milieu peut s'écrire :

$$\underline{S}(r) = \mu_0 \underline{D}(r) + [\mu_1 D_e^{m-1}(r) \underline{D}(r) - \mu_0 \underline{D}(r)] \Theta(r)$$

où Θ est la fonction indicatrice

$$\Theta(r) = \begin{cases} 0 & \text{si } r \notin V_I \\ 1 & \text{si } r \in V_I \end{cases} \quad (5)$$

$$\text{soit } \underline{S}(r) = \alpha(r) \underline{D}(r) \quad (6)$$

$$\text{avec } \alpha(r) = \mu_0 + (\mu_1 D_e^{m-1}(r) - \mu_0) \Theta(r) \quad (7)$$

Le tenseur des contraintes de Cauchy $\underline{\sigma}$ qui, par définition est lié au déviateur par la relation : $\underline{\sigma} = \underline{s} - p \underline{I}$, vérifie donc :

$$\underline{\sigma} (r) = \alpha(r) \underline{D} (r) - p(r) \underline{I} \quad (8)$$

où p désigne la pression hydrostatique, \underline{I} le tenseur identité du deuxième ordre.

L'équilibre étant vérifié dans tout le milieu, cela se traduit en l'absence de forces de volume par les 3 équations :

$$\sigma_{ij,j} = 0 \quad (9)$$

En posant $\mu^*(r) = (\mu_1 D_e^{m-1}(r) - \mu_0) \theta(r)$ et en tenant compte des équations (7,8,9), l'équilibre s'écrit :

$$\mu_0 D_{ij,j}(r) + [\mu^*(r) D_{ij}(r)]_{,j} - p_{,i}(r) = 0 \quad (10)$$

soit, compte tenu de l'incompressibilité du milieu :

$$\frac{\mu_0}{2} v_{i,jj}(r) + [\mu^*(r) D_{ij}(r)]_{,j} - p_{,i}(r) = 0 \quad (11)$$

On aboutit ainsi aux équations de Navier :

$$\frac{\mu_0}{2} \Delta v_i + f_i - p_{,i} = 0 \quad (12)$$

$$\text{en posant } f_i = [\mu^*(r) D_{ij}(r)]_{,j} \text{ considérés} \quad (13)$$

comme des efforts volumiques fictifs.

En résumé, nous avons trois équations auxquelles il convient d'ajouter l'équation d'incompressibilité :

$$v_{k,k} = 0 \quad (14)$$

soit un système de 4 équations non linéaires à 4 inconnues : $v_i (i = 1,2,3)$ et p .

Pour résoudre ce système, nous utilisons les fonctions de Green du milieu homogène infini (matrice) G_{ij} et F_i définies par le système d'équations :

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{\mu_0}{2} G_{ik,jj}(r,r') - F_{k,i}(r,r') + \delta_{ki} \delta(r-r') = 0 \\ G_{ki,k} = 0 \text{ (incompressibilité)} \\ \underline{G} \text{ et } \underline{F} \text{ nuls à l'infini} \end{array} \right. \quad (15)$$

où $\delta(r-r')$ désigne la fonction de Dirac au point r' .

$\delta_{ki} \delta(r-r')$ représente, à k fixé, la $i^{\text{ème}}$ constante d'une force unité appliquée au point r' dans la direction k .

De plus, la matrice étant supposée infinie, les fonctions de Green vérifient :

$$\begin{cases} G_{ij}(r, r') = G_{ij}(r-r') \\ F_i(r, r') = F_i(r-r') \end{cases} \quad (16)$$

Les solutions V_i et p du système d'équations (12) et (14) s'écrivent alors :

$$\begin{cases} V_i(r) = V_i^\infty + G_{ij} * f_j(r) \\ p = p^\infty + F_i * f_i(r) \end{cases} \quad (17)$$

$$\begin{cases} p = p^\infty + F_i * f_i(r) \end{cases} \quad (18)$$

où le symbole * désigne le produit de convolution :

$$G_{ij} * f_i(r) = \int G_{ij}(r-r') f_i(r') dr' \quad (19)$$

Après différentiation de (17) et en utilisant l'expression (13) de f_i , on obtient, suite à une intégration par parties ($G=0$ à l'infini).

$$D_{ij}(r) = D_{ij}^\infty + \int_{V_I} \gamma_{ijmn}(r-r') \mu(r') D_{mn}(r') dr' \quad (20)$$

où γ : tenseur d'ordre 4 dont les composantes sont définies par

$$\gamma_{ijmn} = \frac{1}{4} \left[G_{im,nj} + G_{jm,ni} + G_{in,mj} + G_{jn,mi} \right] \quad (21)$$

$$\mu(r) = \mu_1 D_e^{m-1}(r) - \mu_0 \quad (22)$$

Un raisonnement analogue nous donne pour la pression :

$$p(r) = p^\infty + \int_{V_I} F_{i,j}(r-r') \mu(r') D_{ij}(r') dr' \quad (23)$$

Admettons provisoirement que les vitesses de déformations sont uniformes dans l'inclusion, les équations (20) et (23) s'écrivent alors :

$$D_{ij}(r) = D_{ij}^\infty + \mu \Gamma_{ijmn}(r) D_{mn} \quad (24)$$

$$p(r) = p^\infty + \mu B_{ij}(r) D_{ij} \quad (25)$$

$$\text{avec } \Gamma_{ijmn}(r) = \int_{V_I} \gamma_{ijmn}(r-r') dr' \quad (26) \text{ et}$$

$$B_{ij}(r) = \int_{V_I} F_{i,j}(r-r') dr' \quad (27)$$

Il est connu que ces coefficients sont indépendants de la position r dans l'ellipsoïde. Par conséquent, la solution \underline{D} et p du système non linéaire (24), (25) (μ dépend de \underline{D}) est bien indépendante de la position dans l'ellipsoïde et fournit la solution du problème (la réciproque étant évidente).

Pour calculer Γ et B , nous avons utilisé la méthode déjà employée par Faivre [5], Berveiller et al. [6] qui consiste à déterminer tout d'abord les transformées de Fourier des fonctions de

Green définies par les équations (15). Enfin, le système d'équations (24) et (25) est résolu numériquement (méthode de Newton-Raphson). Les effets de forme vont naturellement intervenir. Les fonctions Γ et B dépendent en effet de la forme de l'inclusion par l'intermédiaire du volume d'intégration V_I (équations (26) et (27)).

IV. RESULTATS

1. Notations

Nous avons défini deux rapports de forme de l'inclusion : λ, λ' (Fig. 1) de la façon suivante :

$$\lambda' = \frac{a}{c} \quad \text{et} \quad \lambda = \frac{b}{c} \quad (28)$$

Deux paramètres sont introduits :

- La déformabilité relative δ définie comme le rapport des vitesses de déformation équivalentes dans l'inclusion et dans la matrice à l'infini

$$\delta = \frac{D_e^I}{D_e^\infty} \quad (29)$$

- La dureté relative Σ définie comme le rapport des contraintes d'écoulement de l'inclusion et de la matrice pour une vitesse de déformation égale à celle imposée à l'infini

$$\Sigma = \frac{\mu_I (D_e^\infty)^{m-1}}{\mu_0} \quad (30)$$

Sauf mention contraire, les résultats présentés ici concernent une inclusion ellipsoïdale parfaitement plastique ($m \approx 0$) et une matrice sollicitée à l'infini par une traction dans la direction z (Fig. 1).

2. Comparaison des résultats avec le modèle de Taylor.

Proposé en 1938 [7], ce modèle, très utilisé dans la prédiction des textures en grandes déformations, stipule l'uniformité des déformations et plus précisément une déformation dans l'inclusion égale à la déformation imposée à la matrice à l'infini.

Ce modèle prévoit donc une déformabilité relative (29) égale à 1. Les figures 2 soulignent l'influence de 4 facteurs essentiels :

- la forme de l'inclusion (par l'intermédiaire de λ),
- la sensibilité à la vitesse m ,
- la dureté de l'inclusion,
- l'orientation de l'inclusion.

En effet, comme le montrent les Figs. 2-a et 2-b, que l'inclusion soit axisymétrique (Fig. 2-a) ou non (Fig. 2-b), molle ($\Sigma = 0.5$) ou dure ($\Sigma = 1.5$), nous observons que pour une forme prononcée de l'inclusion, c'est-à-dire soit allongée ($\lambda < 1$), soit aplatie ($\lambda > 1$), l'effet stabilisateur est plus important : la déformation est plus homogène. Ces résultats se trouvent justifiés dans les annexes A et B. Par ailleurs, on notera (Fig. 2-c) qu'un cylindre très aplati, de section circulaire ou elliptique vérifie assez bien l'hypothèse de Taylor. Ce résultat semble confirmer que le rapport entre le volume et la surface de l'inclusion est d'une grande influence et que plus ce rapport diminue, plus on se rapproche du modèle de Taylor.

D'autre part, à géométrie fixée (λ constant), nous nous rapprochons d'autant mieux du modèle de Taylor que m est grand. Cet effet stabilisant de la sensibilité à la vitesse de déformation est un phénomène que l'on retrouve dans diverses situations, par exemple dans les problèmes d'instabilité viscoplastique.

Enfin, les Figs. 2-d et 2-e illustrent une inclusion subissant une rotation autour de la direction x et montrent que plus l'inclinaison est voisine de 45° , moins l'hypothèse de Taylor est vérifiée, pour une inclusion molle (Fig. 2-d) comme pour une inclusion dure (Fig. 2-e).

3. Déformabilité relative

Les résultats, en bon accord avec ceux de Gilormini $[\bar{I}]$ pour une inclusion ellipsoïdale de révolution, confirment l'existence pour toute inclusion ellipsoïdale d'un seuil de dureté relative au-delà duquel la déformabilité est nulle, comme le montrent les Fig. 3-a et 3-b. La valeur de cette dureté critique est liée à la forme de l'inclusion. On observe en effet que les inclusions parfaitement plastiques ($m = 0$) allongées ($\lambda > 1$) ou aplaties ($\lambda < 1$) restent déformables pour des valeurs de Σ toujours plus élevées que celles d'inclusions plus globulaires (Figs. 3 et 4).

De façon générale, l'inclusion sphérique est celle qui présente la plus grande déformabilité aussi bien dans le problème examiné par Gilormini et Montheillet où il y avait symétrie de révolution (Fig. 4-a) que sur la Fig. 4-b où l'on considère une inclusion présentant un axe de révolution perpendiculaire à l'axe de traction.

Dans le cas des Figs. 4-c et 4-d, les ellipsoïdes ont trois axes de longueurs différentes en général. La plus grande déforma-

bilité s'obtient lorsque le rayon variable b prend une valeur proche de celle du plus grand rayon.

Tous ces résultats peuvent s'interpréter au moyen des coefficients Γ_{ijkl} introduits dans l'équation (26) qui tiennent compte de la forme, comme nous l'avons fait dans le paragraphe précédent (Annexes A et B).

ANNEXE A - JUSTIFICATION DES RESULTATS (Figs. 2-a et 2-b)

La vitesse de déformation dans l'inclusion et les coefficients Γ_{ijkl} sont liés par la relation (24) :

$$D_{ij} = D_{ij}^{\infty} + \mu \Gamma_{ijkl} D_{kl} \quad (A-1)$$

soit, après vectorisation (cf. annexe B) :

$$D_i = D_i^{\infty} + \mu \Gamma_{ij} D_j, \quad i = 1, 5 \quad (A-2)$$

Compte tenu du fait que Γ est diagonal, on a en particulier

$$D_2 = D_2^{\infty} + \mu \Gamma_{22} D_2 \quad (A-3)$$

Or, les résultats concernant la Fig. 2-a sont les suivants :

$$\lambda = 0.1 \quad \Gamma_{22} = -0.0466$$

$$\lambda = 10 \quad \Gamma_{22} = -0.1848$$

$$\lambda = 1 \quad \Gamma_{22} = -0.4$$

Portons ces résultats dans l'équation (A-3). On constate bien que plus Γ_{22} est proche de zéro ($\lambda = 0.1$), plus D_2 est proche de D_2^{∞} et par suite D_{33} de D_{33}^{∞} . Compte tenu d'une part de la symétrie de révolution du problème autour de l'axe de traction, d'autre part de l'incompressibilité ($D_{11} = D_{22} = -\frac{D_{33}}{2}$), quand D_{33} tend vers D_{33}^{∞} , D_e^I tend vers D_e^{∞} : ce qui est en parfaite concordance avec les résultats de la Fig. 2-a.

ANNEXE B - VECTORISATION

Le tenseur des déformations, symétrique, peut être représenté par un vecteur \vec{D} de composantes :

$$\vec{D} : (D_{11}, D_{22}, D_{33}, D_{23}, D_{13}, D_{12}) \quad (B-1)$$

Du fait de l'incompressibilité, ce vecteur peut être remplacé par un vecteur \vec{D}' à 5 composantes indépendantes :

$$\vec{D}' : \left(\frac{D_{22} - D_{11}}{\sqrt{2}}, \sqrt{\frac{3}{2}} D_{33}, \sqrt{2} D_{23}, \sqrt{2} D_{13}, \sqrt{2} D_{12} \right) \quad (B-2)$$

Les vecteurs \vec{D} et \vec{D}' sont liés par les relations :

$$D_i = \beta_{ij} D'_j \quad \text{ou} \quad D'_j = \alpha_{ij} D_i \quad (B-3)$$

où $i = 1, 6$ correspond aux six composantes de \vec{D}

$j = 1,5$ correspond aux cinq composantes de \vec{D}'

Les deux matrices de passage α et β sont données par :

$$\alpha = \begin{pmatrix} -1/\sqrt{2} & 1/\sqrt{2} & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \sqrt{3}/2 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 1/\sqrt{2} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 1/\sqrt{2} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 1/\sqrt{2} \end{pmatrix} \quad (B-4) \quad \beta = \begin{pmatrix} -1/\sqrt{2} & -1/\sqrt{6} & 0 & 0 & 0 \\ 1/\sqrt{2} & -1/\sqrt{6} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & \sqrt{2}/3 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \sqrt{2} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \sqrt{2} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \sqrt{2} \end{pmatrix} \quad (B-5)$$

Le tenseur Γ_{ijkl} étant symétrique $\%_{ij}$ et $\%_{kl}$, on peut représenter ij par m ($m = 1,6$) et kl par n ($n = 1,6$) et la transformation en un tenseur d'ordre 5 s'écrit :

$$\Gamma'_{ij} = \alpha_{im} \Gamma_{mn} \beta_{nj}, \quad \begin{matrix} i = 1,5 \\ j = 1,5 \end{matrix} \quad (B-6)$$

Cette vectorisation a plusieurs avantages :

- elle vérifie le critère de normalité
- la norme du vecteur \vec{D}' est égale au 2^{ème} invariant.

REFERENCES

- [1] GILORMINI P. et MONTHEILLET F.- J. Mécanique Théorique et Appliquée, 3,563, 1984
- [2] MURA T.- Micromechanics of Defects in Solids. Second revised edition, 1987
- [3] ESHELBY J.D.- The Determination of the Elastic Field of an Ellipsoidal Inclusion and Related Problems, Proc. Roy. Soc., A241, 376, 1957
- [4] GILORMINI P.- Le Problème de l'Inclusion en Viscoplasticité. Application à l'Amorçage de l'Endommagement, Thèse de Dr ès Sci., Institut National Polytechnique de Grenoble, 1985
- [5] FAIVRE G.- Journal de Physique, 32, 325, 1971
- [6] BERVEILLER M.- Thèse d'Etat, Paris Nord, 1978
- [7] TAYLOR G.I.- J. Inst. Metals, 62, 143, 1938

LEGENDE DES FIGURES

Figs. 0 et 1 : Géométrie du problème

Fig. 2 : Evolution de la déformabilité relative δ en fonction de la sensibilité à la vitesse m d'une inclusion ellipsoïdale au sein d'une matrice newtonienne sollicitée à l'infini en traction (dans la direction z)

Fig. 2-a : Cas d'une inclusion ellipsoïdale de révolution ($\lambda = \lambda'$)
autour de l'axe de traction

Fig. 2-b : $\lambda' = 10$

Fig. 2-c : $\lambda' = 0.1$

Fig. 2-d et 2-e : Inclusion ellipsoïdale de révolution ($\lambda = \lambda' = 10$)
subissant une rotation d'un angle α autour de l'axe x

Inclusion molle ($\Sigma = 0.5$) - Fig. 2-d

Inclusion dure ($\Sigma = 1.5$) - Fig. 2-e

Fig. 3 : Evolution de la déformabilité relative δ en fonction de
la dureté relative Σ d'une inclusion ellipsoïdale parfaitement
plastique ($m = 0$) de révolution autour de l'axe y, dans une ma-
trix newtonienne sollicitée en traction (z) à l'infini.

Fig. 3-a : Inclusion allongée ($\lambda \leq 1$)

Fig. 3-b : Inclusion aplatie ($\lambda > 1$)

Fig. 4 : Evolution de la dureté relative critique Σ_c en fonction
du rapport de forme λ dans le cas d'une inclusion ellipsoïdale
parfaitement plastique ($m = 0$) isolée dans une matrice newto-
nienne sollicitée en traction (z)

Fig. 4-a : Inclusion de révolution autour de l'axe de traction
($\lambda = \lambda'$)

Fig. 4-b : Inclusion de révolution autour de l'axe y ($\lambda' = 1$)

Fig. 4-c : $\lambda' = 10$

Fig. 4-d : $\lambda' = 0.1$

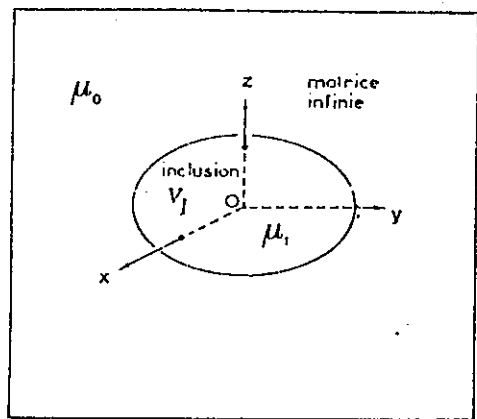


Fig. 0

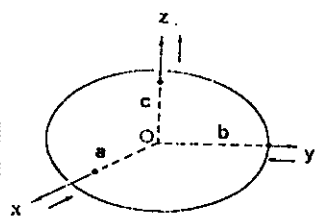


Fig. 1

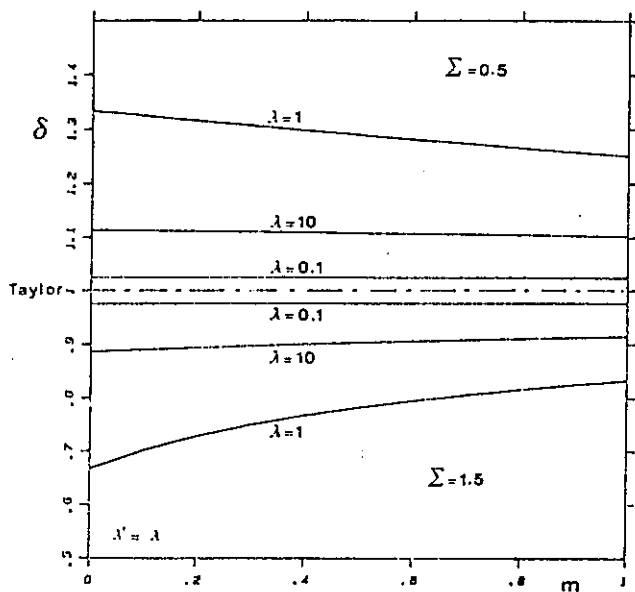
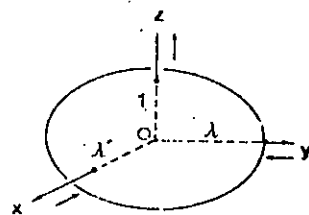


Fig. 2a

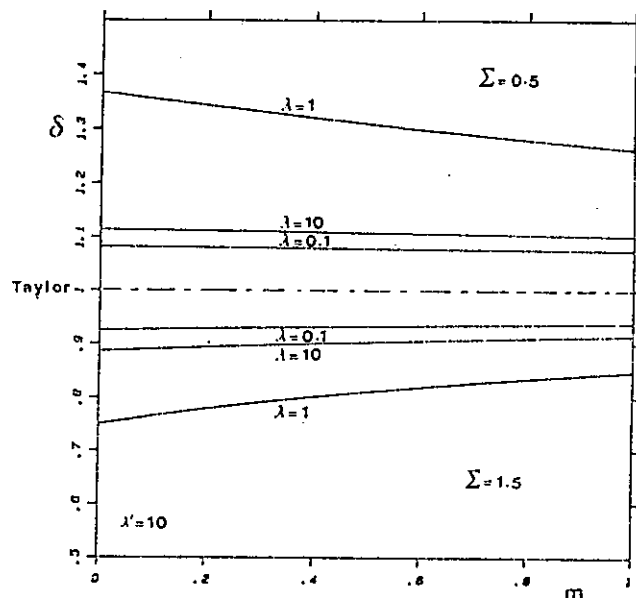


Fig. 2b

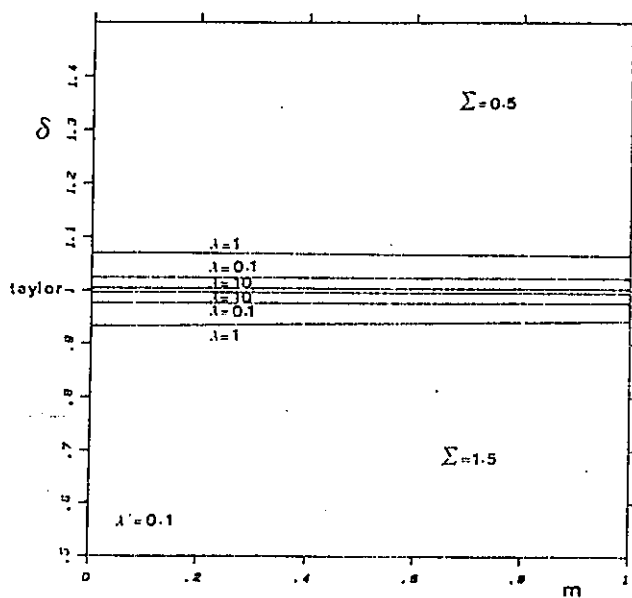


Fig. 2c

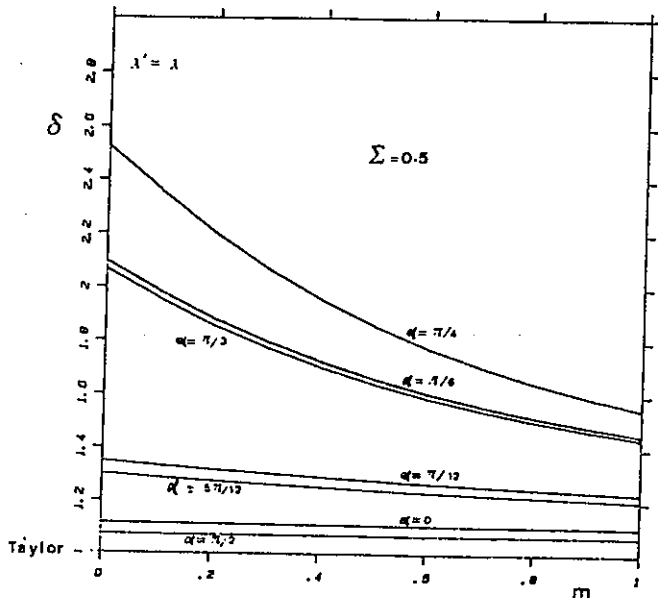


Fig. 2d

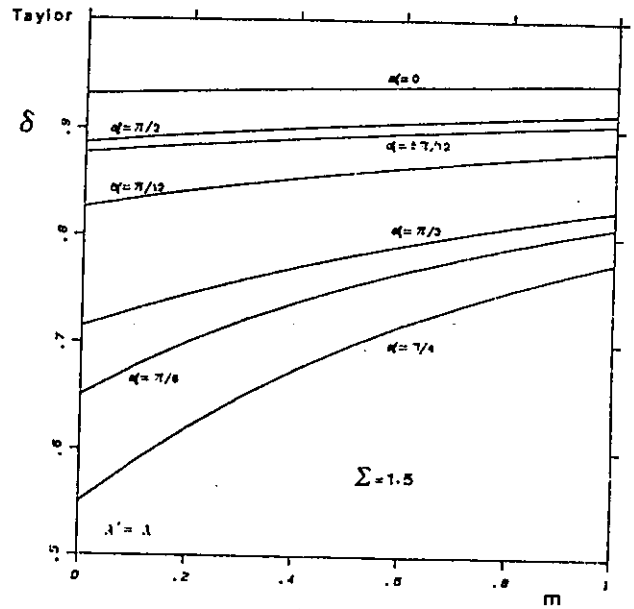


Fig. 2e

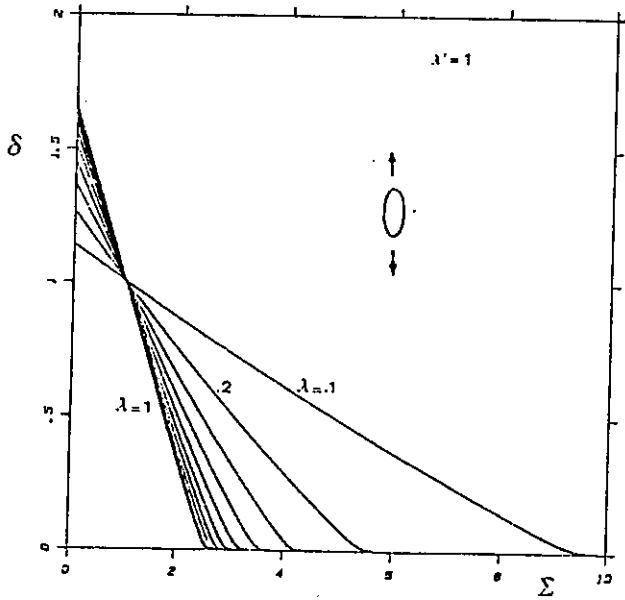


Fig. 3a

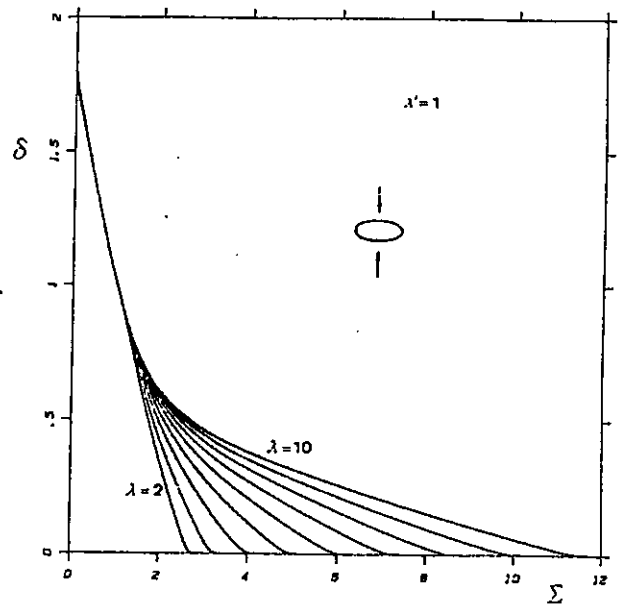
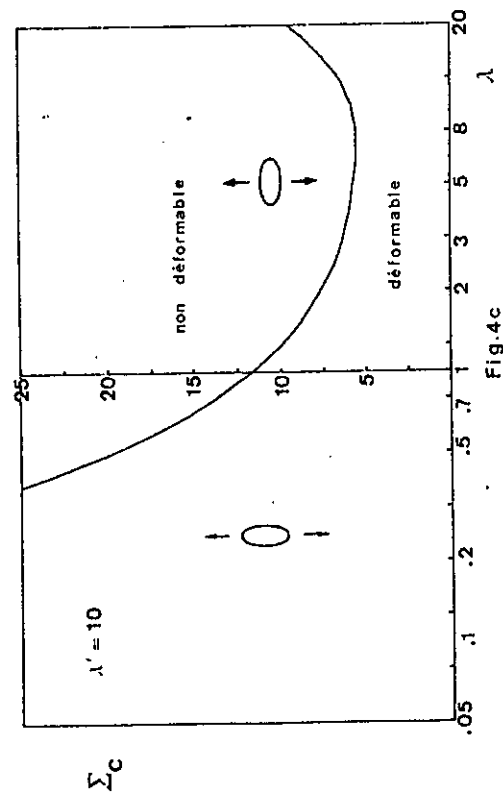
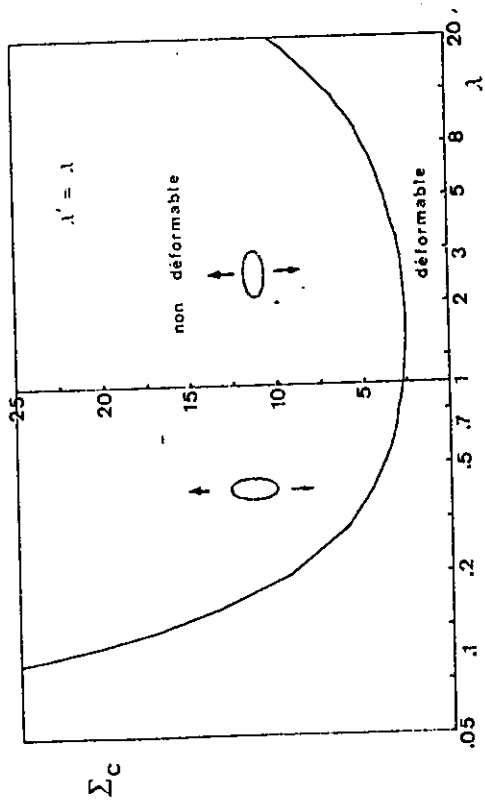
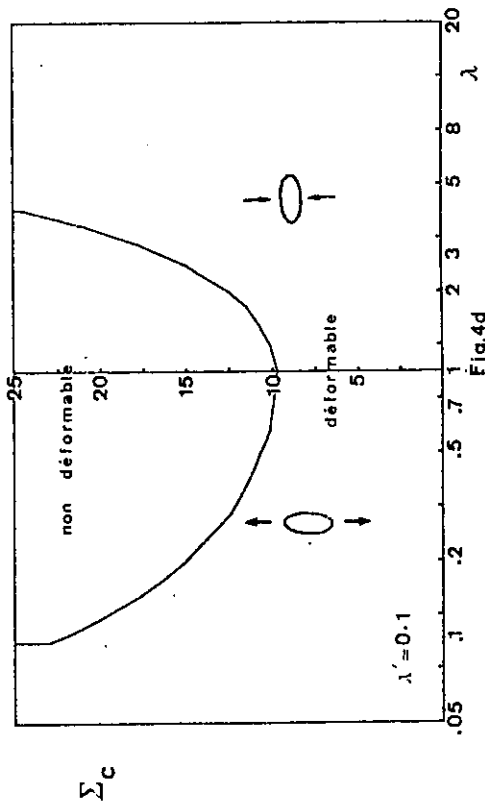
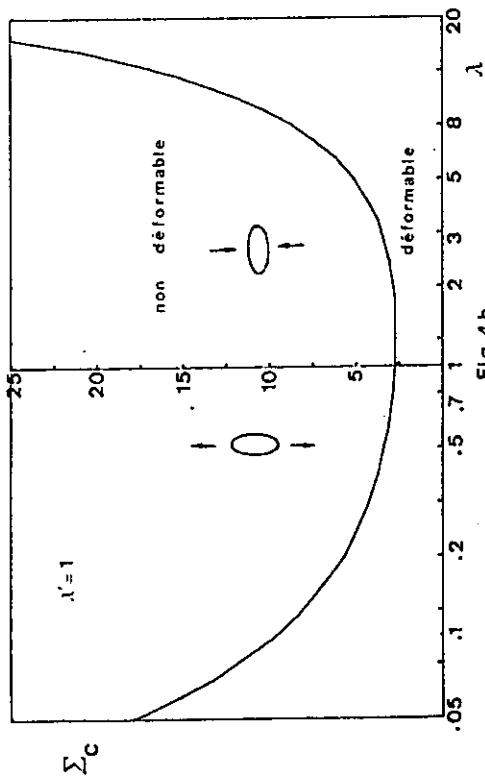
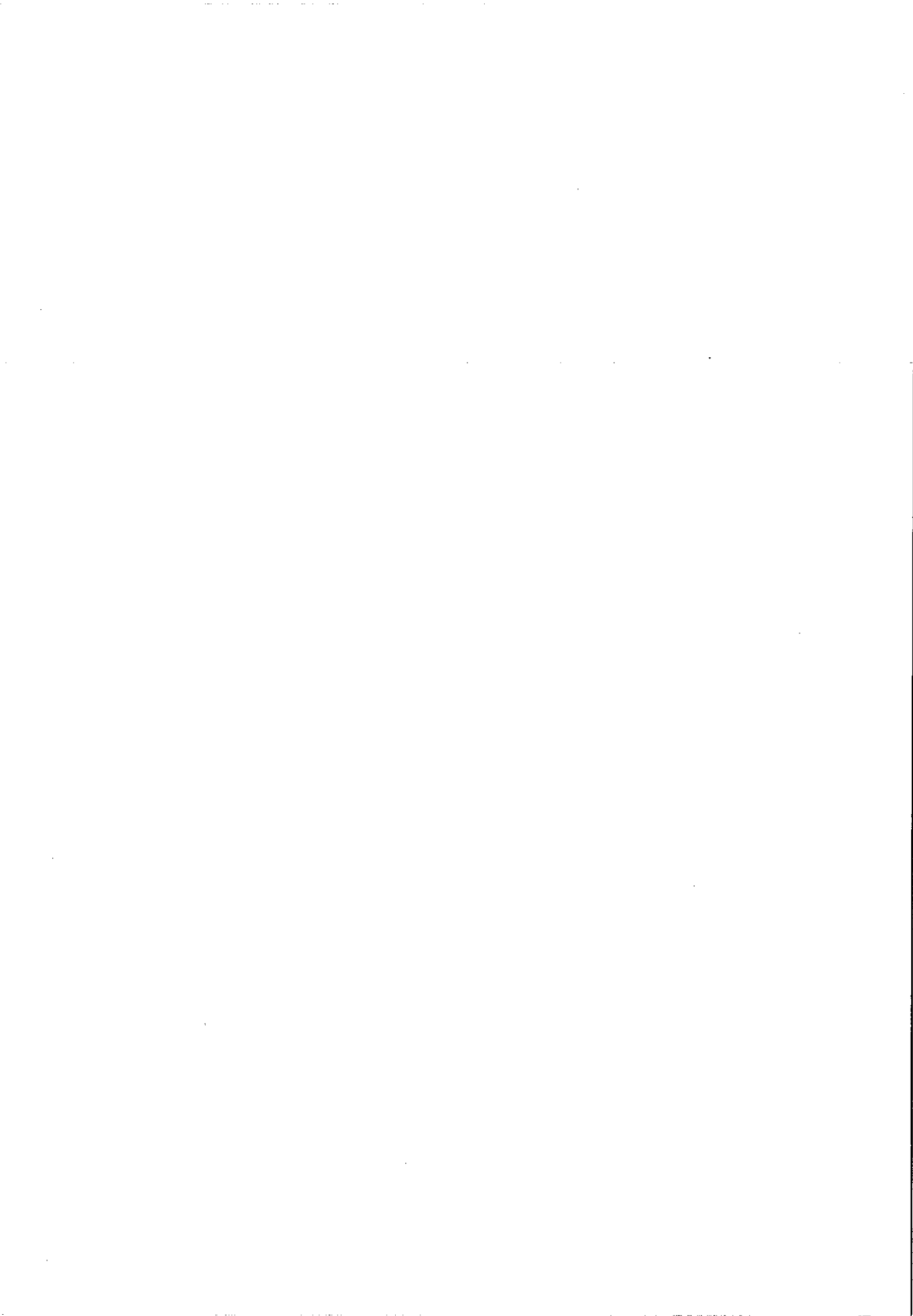


Fig. 3b





COMPORTEMENT DES ROCHES A FORTE SUSCEPTIBILITE DE FISSURATION - GRES DE FONTAINEBLEAU

IKOGOUI Samuel, SIBAI Malek, HENRY Jean-Pierre

Laboratoire de Mécanique de Lille
Département de Mécanique des Matériaux Fragiles
Ecole Universitaire d'Ingénieurs de Lille

59 655 - Villeneuve d'Ascq Cédex (FRANCE)

Résumé :

Dans cet article, nous étudierons d'abord le comportement expérimental du grès de Fontainebleau à partir d'essais triaxiaux de révolution, (monotone, cyclique, essai de fermeture de fissures). Dans le cadre des sollicitations de structures à chargement proportionnel, nous proposons un modèle rhéologique incrémental orthotrope. Ce modèle est utilisé pour simuler les essais.

BEHAVIOUR OF ROCKS WITH GREAT SUSCEPTIBILITY OF FISSURATION - FONTAINEBLEAU SANDSTONE .

Abstract :

In this article, we shall study at first experimental behaviour of sandstone of Fontainebleau from conventional triaxial tests (monotonous, loading-unloading, crack closure tests). Within sollicitations of structures in proportionnal loading, we propose a rheological incremental orthotropic model. This model is used to simulate tests.

I - INTRODUCTION

L'étude des ouvrages dans les massifs rocheux nécessite la connaissance du comportement rhéologique des roches. Des essais triaxiaux de révolution sur le grès de Fontainebleau ont été effectués à différentes pressions de confinement sous sollicitations monotones et avec chargement-déchargement. L'étude du comportement de la fissuration est étudiée par les essais de fermeture de fissure.

Les résultats obtenus ont permis de mettre en évidence que la non-linéarité du comportement est due essentiellement à la microfissuration. Cette fissuration est caractérisée par une naissance très précoce et une

orientation très marquée dans la direction des charges qui induit une forte dilatance. Les cycles chargement-déchargement montrent une forte diminution de la raideur du matériau dans la direction transversale au chargement et des déformations permanentes quasiment nulles (1).

Avec ce type de comportement, les modèles élasto-plastiques classiques sont inefficaces pour décrire correctement le comportement. Dans le cadre des sollicitations de structures à chargement proportionnel, nous proposons un modèle incrémental orthotrope basé sur trois chemins fondamentaux. Les modules sont alors déterminés à partir d'essais triaxiaux conventionnels et dérivés (2).

Ce modèle est utilisé actuellement pour simuler les résultats expérimentaux.

II - ETUDE EXPERIMENTALE

Les essais de caractérisation ont été menés en essais triaxiaux de révolution. Les chemins de type A correspondent à des essais triaxiaux conventionnels. Le chemin B est obtenu par déchargement à différents niveaux de déviateur, puis rechargement, augmentation du déviateur, puis déchargement et ainsi de suite. Les chemins C sont obtenus par chargement à différents déviateurs de la pression de confinement dans la cellule.

Essais	Contraintes			Invariants			Déviateur
	σ_1	σ_2	σ_3	I_1	I_3	J_2	$q = \sigma_1 - \sigma_3$
A	σ_1	$\sigma_2 = \sigma_3$	$\sigma_3 = \text{cte}$	↗	↗	↗	↗
B	σ_1	$\sigma_2 = \sigma_3$	$\sigma_3 = \text{cte}$	↘	↘	↘	↘
C	$\sigma_1 = \text{cte}$	$\sigma_2 = \sigma_3$	σ_3	↗	↗	↘	↘

Tableau 1 : Essais triaxiaux

Les essais ont été effectués sur échantillons de diamètre 37,5 mm et de hauteur 75 mm. Les échantillons saturés sous vide en méthanol sont équipés de deux jauges longitudinales et de deux jauges transversales. La vitesse d'essai est de l'ordre de $\dot{\epsilon} = 1,2 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$.

Résultats

Chemin A

La figure 2 représente les résultats pour les pressions de confinement de 5 et 10 MPa. A la lecture des courbes contraintes-déformations, on peut faire les remarques suivantes :

- la microfissuration transversale est d'autant plus importante que la pression de confinement est faible.
- le seuil de microfissuration est d'autant plus bas que la pression de confinement est faible.
- le module longitudinal est presque constant jusqu'à 80 % de la charge de pic, ce qui démontre que la fissuration est axiale jusqu'à des contraintes très proches du pic.

Chemin B (figure 3)

Pour des pressions de confinements inférieures ou égales à 10 MPa, il y a apparition de déformations transversales permanentes d'autant plus importantes que la pression de confinement est faible. Au-delà de 10 MPa, les déformations permanentes sont nulles mais les boucles d'hystérésis commencent à croître avec la pression pour atteindre des modules de déchargement infini ou négatif. Ce phénomène est lié à la rhéologie de l'évolution des microfissures dont la vitesse provoque une déformations transversale plus rapide que celle induite par la vitesse de déchargement. On propose alors d'utiliser les modules sécants pour caractériser ces chemins.

Chemin C (figure 4)

Ces essais permettent d'étudier la fermeture des fissures après un chargement jusqu'à une contrainte σ_1 . On constate que la pente des courbes contraintes-déformations transversales varie avec la valeur du déviateur : la pente diminue lorsque le déviateur augmente.

III - MODELE INCREMENTAL ORTHOTROPE

En vue de modéliser le comportement du grès de Fontainebleau suivant les chemins A, B et C, nous utilisons un modèle incrémental orthotrope, choisis par rapport au mécanisme de fissuration. Il a été observé une fissuration fortement axiale (figure 1), c'est-à-dire perpendiculairement à la plus petite

contrainte principale. Cette fissuration peut s'ouvrir ou se développer sous l'augmentation de σ_1 avec $\sigma_3 = \text{constante}$ (chemin A ou essai triaxial conventionnel) ou plus généralement si $d(\sigma_1 - \sigma_3) > 0$ avec σ_1 contrainte maximale et σ_3 contrainte minimale. Cette fissuration peut se fermer soit en diminuant σ_1 à $\sigma_3 = \text{constante}$ (chemin B, $d(\sigma_1 - \sigma_3) < 0$) soit en augmentant σ_3 à $\sigma_1 = \text{constante}$ (chemin C, $d(\sigma_1 - \sigma_3) < 0$).

Avec ces hypothèses, les relations contraintes-déformations s'écriront pour les trois chemins dans le cas d'essais triaxiaux de révolution.

Chemin A

$$d\varepsilon_1 = 1/E_1 d\sigma_1$$

$$d\varepsilon_3 = - 1/K_C d\sigma_1$$

avec E_1 module d'Young longitudinal supposé constant et K_C module tangent transversal. Le module d'Young dépendra de σ_3 et le module K_C de $\sigma_1 - \sigma_3$ et de σ_3 . Les figures 8, 7, 6 permettent de traduire les relations : module d'Young-pression de confinement, module tangent transversal initial-pression de confinement et le module tangent transversal-déviateur.

Chemin B

$$d\varepsilon_1 = 1/E_1 d\sigma_1$$

$$d\varepsilon_3 = - 1/K_d d\sigma_1$$

où K_d est le module de déchargement en cours de détermination. Il dépendra de $\sigma_1 - \sigma_3$ et σ_3 .

Chemin C

$$d\varepsilon_1 = - 1/E_f d\sigma_3$$

$$d\varepsilon_3 = 1/K_f d\sigma_3$$

où E_f est le module tangent de fermeture des fissures considéré constant (module indépendant du point de chargement et de la pression de confinement) et

K_f module tangent de fermeture des fissures qui dépend du point de chargement (Figures 9 et 10).

III.1 Critère de rupture

Le critère de rupture utilisé est celui de Lade (3) qui s'écrit:

$$(\bar{I}_1^3/\bar{I}_3 - 27) (\bar{I}_1/P_a)^m - R = 0$$

où \bar{I}_1 est le premier invariant et \bar{I}_3 le troisième invariant du tenseur des contraintes dans le nouveau repère obtenu par :

$$\bar{\sigma}_{ij} = \sigma_{ij} + C_0 P_a \delta_{ij}$$

avec C_0 paramètre de résistance en traction simple déterminé par un essai Brésilien. P_a est la pression atmosphérique, R et m sont deux paramètres de rupture sans dimension. La figure 5 montre la comparaison entre les états de contraintes à la rupture.

III.2 Calcul des modules

Sur le chemin A, nous proposons les relations empiriques suivantes :

$$E_1 = E_0 \sigma_3^{\alpha_1}$$

$$K_{CO} = \exp (\sigma_3^{\alpha_2} \times \text{Log } K_{CO0})$$

$$K_C = \exp ((\sigma_1 - \sigma_3)^{\alpha_3} \times \text{Log } K_{CO})$$

avec K_{CO} module tangent transversal correspondant à $\sigma_1 - \sigma_3 = 1$ et K_{CO0} module tangent initial correspondant à $\sigma_3 = 1$.

et sur les chemins de fermeture de fissures, les relations :

$$K_f = K_{fo} \exp (\alpha_4 (\sigma_1 - \sigma_3)) \text{ et } K_{fo} = K_{foo} \sigma_3^{\alpha_5}$$

avec K_{foo} module tangent transversal initial et $\alpha_1, \alpha_2, \alpha_3, \alpha_4$ et α_5 les

pentés des courbes log-log de E en fonction de σ_3 , de K_{CO} en fonction de σ_3 , de $\text{Log } K_C$ en fonction de $\sigma_1 - \sigma_3$, de K_f en fonction de $\sigma_1 - \sigma_3$ et de K_{f0} en fonction de σ_3 .

Les modules de déchargement sur le chemin B sont en cours de détermination.

III.3 VALIDATION DU MODELE SUR LES CHEMINS A ET C

La figure 8 permet de constater une bonne simulation du modèle sur les chemins A et C de la courbe contrainte déformation transversale. La courbe contrainte déformation longitudinale a été simulée en tenant compte du module de Young initial (figure 11).

IV CONCLUSION

L'étude expérimentale a eu pour but d'établir finement le comportement du squelette du grès de Fontainebleau afin de proposer une modélisation qui tient compte de la fissuration.

Le modèle incrémental orthotrope permet de décrire le comportement sous chargement monotone et de prendre en compte des changements de sens de sollicitation (Chemin C). La détermination du module de déchargement transversal permettra de décrire les charges-décharges.

Une loi incrémentale à déterminer relative au squelette sera ensuite proposée pour traduire le comportement du grès suivant différents chemins de sollicitations.

BIBLIOGRAPHIE

- (1). Ikogou S., HENRY J.P. - " Comportement du grès de Fontainebleau en essai triaxial - Interaction fluide structure" - GRECO, Rhéologie des géomatériaux, Rapport scientifique, pp 35-42, 1986.
- (2). Sibaï M., Ikogou S., HENRY J.P. - " Comportement du grès de Fontainebleau en essai triaxial - Interaction fluide structure" - GRECO, Rhéologie des géomatériaux, Rapport scientifique, pp 63-66, 1987.
- (3). Lade P.V. - "Behaviour and Plasticity Theory for Metals and Frictional Materials - Theory and Applications, Vol.1, Editors C.S. Desai et Al, pp 327-334, 1987.

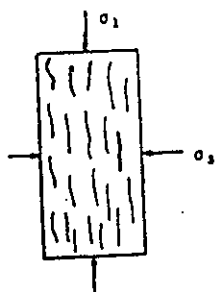


Figure 1 : Schéma de fissuration

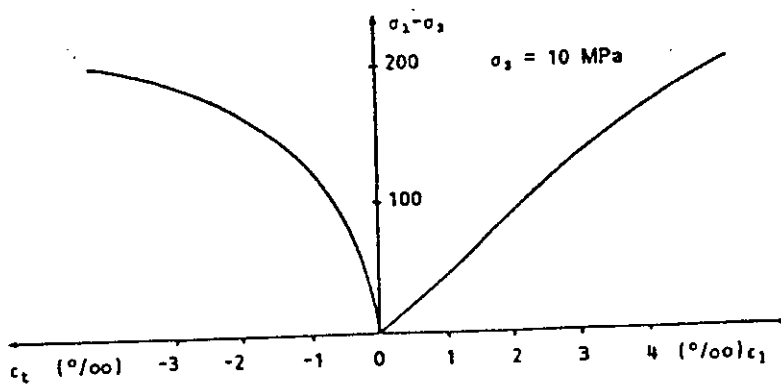
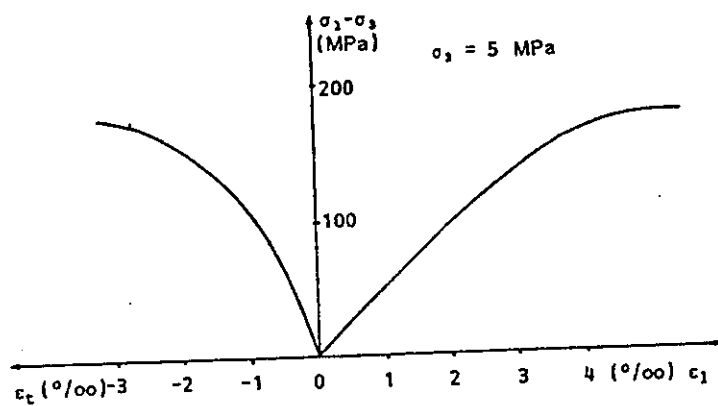


Figure 2 : Courbes contrainte-déformations longitudinales et transversales en chargement montone

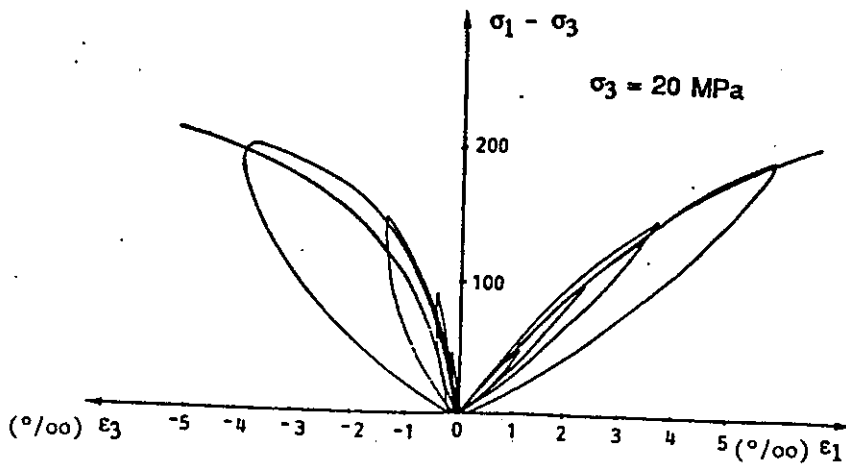
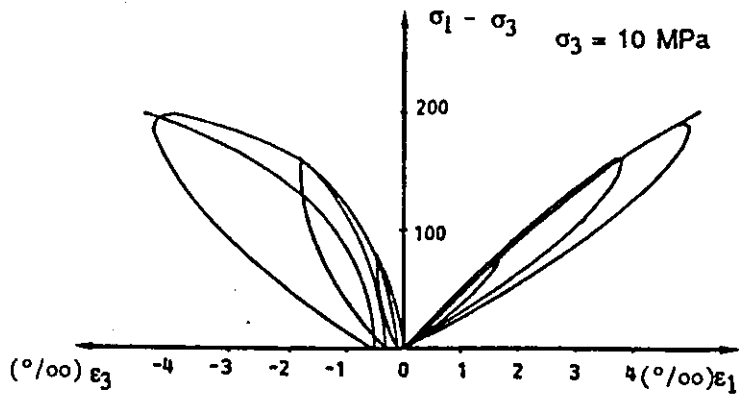


Figure 3 : Courbes contrainte-déformations longitudinales et transversales en chargement déchargement

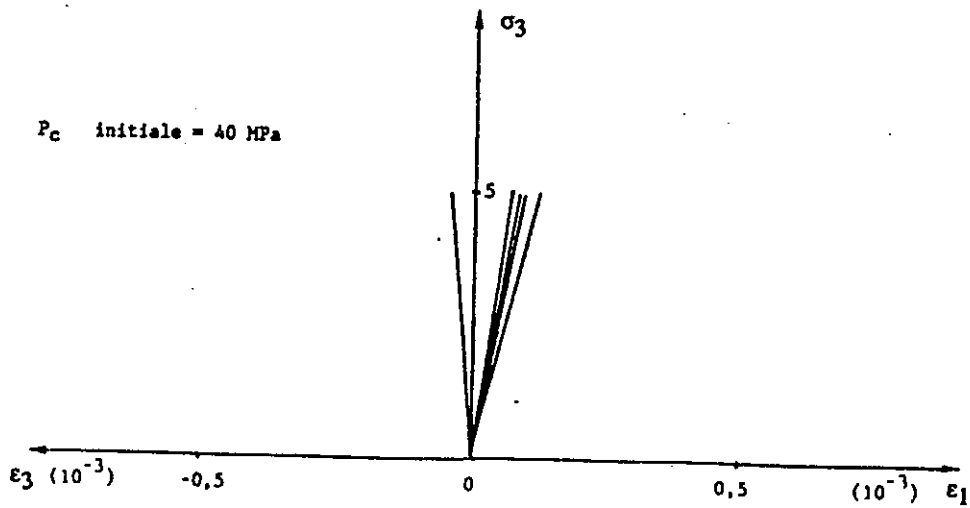


Figure 4 : Courbes contrainte-déformations en fermeture de fissures

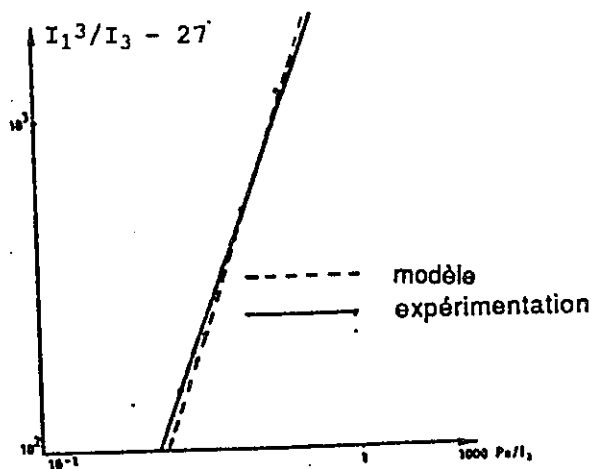


Figure 5 : Critère de rupture de Lade

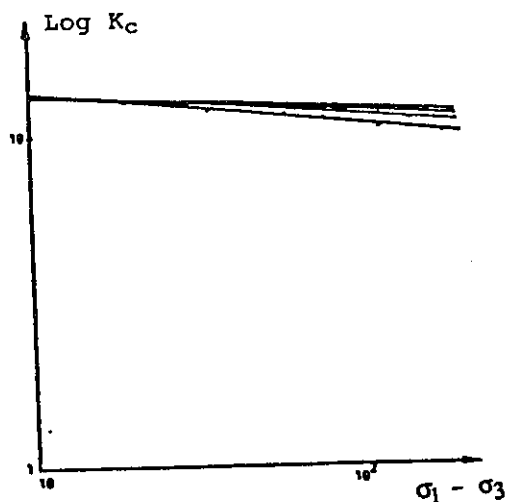


Figure 6 : Courbes Log-Log du module tangent transversal en fonction du déviateur

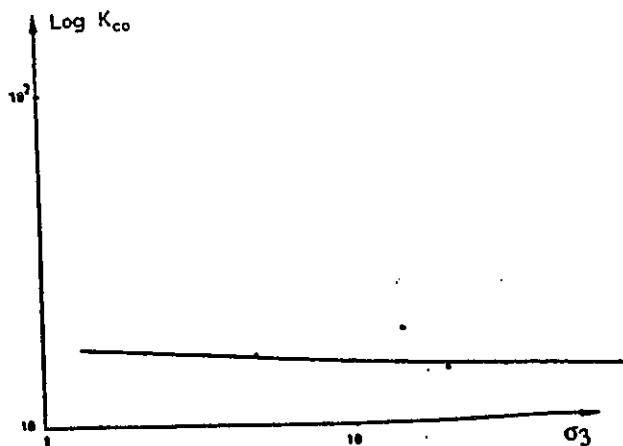


Figure 7 : Courbe Log-Log du module tangent initial en fonction de la pression de confinement

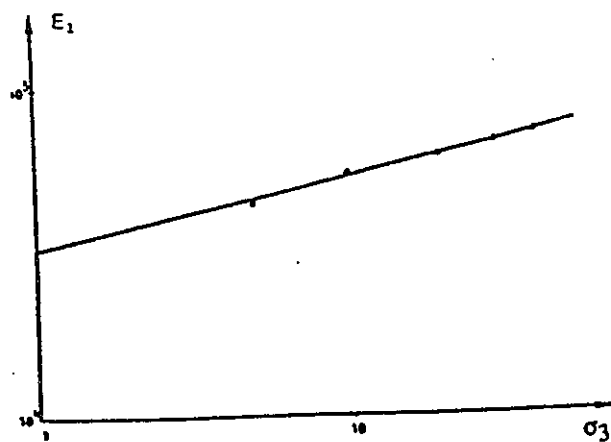


Figure 8 : Module d'Young en fonction de la pression de confinement

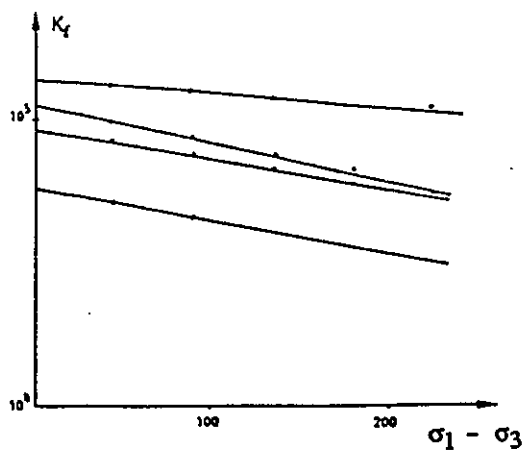


Figure 9 : Modules tangents de fermeture, de fissures en fonction du déviateur

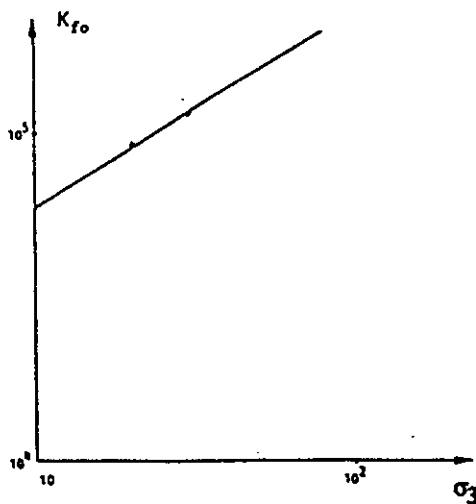


Figure 10 : Module initial tangent de fermeture en fonction de la pression de confinement

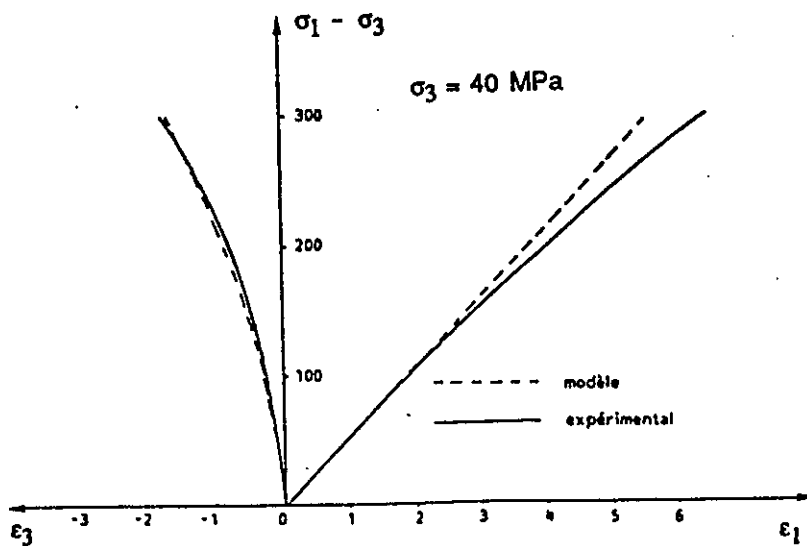
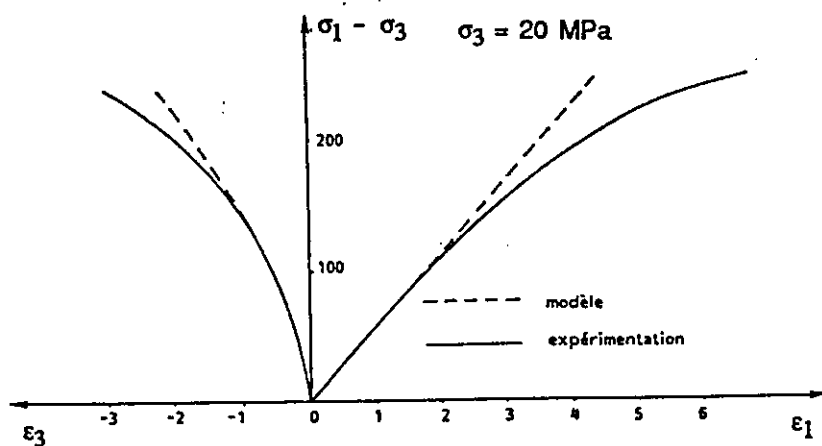


Figure 11 : Courbes de comparaison : expérimentation, modèle