



HAL
open science

Effet de la variabilité microstructurale sur le comportement d'un composite UD verre/PA11 : de la caractérisation expérimentale à la modélisation multi-échelle

Pierre-Alexis Poulet

► **To cite this version:**

Pierre-Alexis Poulet. Effet de la variabilité microstructurale sur le comportement d'un composite UD verre/PA11 : de la caractérisation expérimentale à la modélisation multi-échelle. Matériaux. PSL Research University, 2017. Français. NNT : 2017PSLEM050 . tel-01906203v1

HAL Id: tel-01906203

<https://pastel.hal.science/tel-01906203v1>

Submitted on 26 Oct 2018 (v1), last revised 31 Oct 2018 (v2)

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

THÈSE DE DOCTORAT

de l'Université de recherche Paris Sciences et Lettres
PSL Research University

Préparée à MINES ParisTech

Effet de la variabilité microstructurale sur le comportement d'un composite UD verre/PA11 : de la caractérisation expérimentale à la modélisation multi-échelle.

École doctorale n°432

SCIENCES DES MÉTIERS DE L'INGÉNIEUR

Spécialité MÉCANIQUE

Soutenue par **Pierre-Alexis POULET**
le 24 novembre 2017

Dirigée par **Lucien LAIARINANDRASANA**
et **Sébastien JOANNÈS**

COMPOSITION DU JURY :

M. Renald BRENNER Institut Jean le Rond d'Alembert	Président
M. Stéphane ANDRÉ Université de Lorraine	Rapporteur
M. Lionel GÉLÉBART CEA Saclay	Rapporteur
Mme Ida RAOULT PSA Peugeot-Citroën	Examineur
M. Nicolas SAINTIER Arts et Métiers ParisTech	Examineur
M. Gilles HOCHSTETTER ARKEMA	Examineur
M. Sébastien JOANNÈS MINES ParisTech	Examineur
M. Lucien LAIARINANDRASANA MINES ParisTech	Examineur



Le seul, le vrai, l'unique voyage c'est de changer de regard

Marcel Proust

Remerciements

Plusieurs semaines après avoir terminé l'aventure de la thèse, je reprends la rédaction le temps d'un instant pour un exercice délicat : celui des remerciements. La richesse de la thèse tient en grande partie à toutes les rencontres faites au cours de ces années de travail intense mais passionnant. Je tenterai donc, par ces quelques lignes, de remercier toutes celles et ceux qui ont contribué (peut-être même sans le savoir !) à la réussite de ce projet. Je tâcherai d'être bref et de faire de mon mieux pour n'oublier personne !

En premier lieu, je tiens à remercier très chaleureusement l'ensemble des membres du jury pour la lecture et l'examen de mes travaux, pour la pertinence de leurs remarques et questions exprimées dans leur rapport ou pendant la soutenance. Merci à Renald Brenner d'avoir accepté de faire partie de ce jury et de m'avoir fait l'honneur de présider ma soutenance. Je remercie Ida Raoult et Nicolas Saintier d'avoir examiné avec minutie mon manuscrit. Un vif merci à Lionel Gélébart pour son travail de rapporteur, pertinent et rigoureux. Enfin, j'adresse des remerciements particuliers à Stéphane André que j'ai pu rencontrer à plusieurs occasions pendant ma thèse. Merci pour ton aide sur les méthodes FFT, pour nos échanges toujours très enrichissants et pour ton travail très pointilleux et précieux de rapporteur.

Gilles, un grand merci pour ton encadrement industriel, pour ta confiance, pour nos discussions stimulantes et pour tes idées et questions toujours foisonnantes. J'en profite pour remercier sincèrement le groupe Arkema, pour la fourniture des matériaux mais aussi et surtout pour la liberté accordée vis-à-vis des travaux menés au cours de cette thèse. Merci à tous les acteurs du projet Fiabilin, piloté par Arkema, avec qui j'ai eu des échanges très enrichissants.

Enfin, je tiens à remercier deux personnes capitales qui ont tracé la voie de ces travaux de thèse, qui m'ont orienté pendant ces quatre années et aidé à construire ce manuscrit : mon directeur, Lucien, et mon maître de thèse, Sébastien. Votre complémentarité a participé à la réussite de mon aventure, merci infiniment pour nos discussions passionnantes et passionnées, ce fut un réel plaisir de travailler avec vous.

Merci Sébastien pour ta grande rigueur, ta curiosité, ton enthousiasme sans faille ou encore pour tes idées toujours fructueuses.

Merci Lucien pour ta confiance de la première heure (lors de l'entretien pour la thèse !), pour ta disponibilité, pour ton implication sans borne, pour ta bonne humeur et pour nos échanges quasi-quotidiens relatifs au travail (ou pas) !

Je souhaite également remercier l'ensemble des personnels du Centre des Matériaux. Sans cette structure idéale pour nous les étudiants, les thèses ne seraient pas ce qu'elles sont. Les compétences et la pluridisciplinarité des équipes sont des atouts indéniables qu'il faut rappeler.

La liste de toutes les personnes serait trop longue, mais je tiens à remercier particulièrement Henry Proudhon pour son accès au monde merveilleux de la tomographie en synchrotron et son fantastique outil Pymicro. Merci à Jean-Christophe Teissèdre et Stéphanie Dang pour votre grande aide lors de mes campagnes expérimentales. Merci aussi à François Willot du CMM de m'avoir éclairé sur certains concepts obscurs sur la morphologie mathématique.

Merci à la foultitude de doctorants et post-docs croisés au cours de ces quatre années. Dans un désordre complet : Son Cao, Yang, Tzz, (papi) Olivier, Mariem, Sicong, (Master) Yin, Fang, Yann Lebaupin, David Moreau, Judith, Yannick Nziakou, Nicolas Tran et Tanguy Choupin.

Les journées du thésard ne seraient pas toujours roses sans des collègues thésards fantastiques. Merci à vous tous pour ces pauses café (ou pas), ces déjeuners, ces heures² passées dans le bus, ces discussions scientifiques (ou pas)...!

Merci beaucoup au Noyau Dur formé dès les premiers jours au CDM : Florent, Fabien, Vincent et Hélène. Nos interactions ont été à la fois humainement très riches et fertiles pour le boulot! Remerciements spéciaux à François et Quentin, ~~compagnons d'infortune~~ courageux rédacteurs de quatrième année. François, fin joueur de binou à ses heures perdues et tireur de doigt invétéré, merci pour nos nombreux échanges de tuyaux musicaux (entre autres). Quentin, merci pour ton scepticisme constructif (sérieusement!), pour toutes les discussions (f)utiles et pour ton rôle ô combien primordial de bêta-testeur de la suite PAPstyle! Merci mon petit Nico d'avoir partagé ta passion du rayon X (notamment) un dimanche matin au synchrotron... Merci Thibaut, quand on croit être au fond du trou, c'est toujours agréable de trouver que quelqu'un s'y trouve déjà et continue de creuser vigoureusement! Merci Juanito del Fuego d'avoir apprécié mon accent de l'enfer et d'avoir suivi avec engouement mes cours de Français ou d'expressions françaises.

Pour conclure la catégorie "doctorants et vie du CDM" il s'agit maintenant de remercier ceux avec qui j'ai partagé une grande partie de mes journées dans l'incroyable bureau B106. Merci aux différents protagonistes : Guillaume, (il campione) Davide, Maxime et Anna. Merci H-A pour les bons moments, pour ta thèse inspirante et ton aide depuis Arkema. Merci Hayat d'avoir intégré le B106 alors que je traversais la périlleuse mission rédaction, tu as égayé notre univers! Merci enfin à mon gros Nathan, pour ces excellents moments dans le bureau, je repense notamment à notre incroyable virée à Ausgang en Allemagne, à la campagne intense au synchrotron Soleil ou encore à l'odeur répugnante de tes pieds.

Je n'oublierai pas de remercier mes amis de prépa (le clan élargi;)) : Benjamin, Maria, Adrian, Anne-Charlotte, Benoît, Axelle, Yoann et Camille. Merci! Ils m'ont pris pour un fou au début de cette aventure et m'ont souvent demandé des nouvelles des fibres de lin... J'espère qu'ils me pardonnent les dîners ou weekends manqués pour le bien de cette thèse... :)

Aussi, 2013 marqua le passage du CDV au CDM. Merci à mes voisins et amis du CDV : Tiger (mention spéciale pour la surprise le jour de la soutenance!), Yannick, Clément, Thomas pour votre soutien moral au cours de cette aventure!

Petit clin d'œil à mes camarades des fairways (ou des roughs), merci mon Totof et Maître Rollin!

Merci Béné pour ton amitié de longue date qui vaut de l'or et pour ta présence le jour J!

Enfin, mes derniers remerciements sont adressés à mes proches. À commencer par mes parents, merci de m'avoir permis de réaliser ces (longues) études et pour votre soutien sans faille. Merci à ma sœur et Guillaume pour leurs encouragements. Merci à ma famille pour leur présence jusqu'au jour de la soutenance! Merci aussi à la famille de Laure, qui a suivi mes péripéties de très près!

J'en viens maintenant aux ultimes remerciements adressés à celle qui partage ma vie depuis près de sept ans : Laure. Tu m'as encouragé à poursuivre dans cette voie et tu as su me supporter dans les périodes difficiles de cette aventure. Je n'ai pas de mots pour te remercier à la hauteur de ce que tu m'apportes chaque jour.

PAP



Table des matières

	Page
Table des figures	vii
Liste des tableaux	xix
Liste des abréviations et notations	xxi
Introduction générale	1
Contexte de l'étude	1
Objectifs et plan du manuscrit	3
Première partie Matrice thermoplastique PA11 – de la caractérisation expérimentale à la modélisation numérique	5
Chapitre 1 La matrice thermoplastique PA11 – étude expérimentale	7
1.1 Éléments bibliographiques	7
1.1.1 Les polymères semi-cristallins	7
1.1.1.A Généralités sur les polymères	7
1.1.1.B Organisation microstructurale des polymères semi-cristallins	7
1.1.1.C Caractéristiques des polymères semi-cristallins	8
1.1.2 Mécanismes d'endommagement dans les polymères semi-cristallins	9
1.1.2.A Des phénomènes à plusieurs échelles	9
1.1.2.B La cavitation	10
1.1.2.C Mise en évidence expérimentale	14
1.1.3 Mécanique des éprouvettes axisymétriques entaillées	17
1.1.4 Le polyamide 11	19
1.1.4.A Généralités	19
1.1.4.B Principales propriétés et applications du Rilsan® PA11	20
1.1.4.C Éléments bibliographiques sur le PA11	20
1.2 Démarche d'étude et matériau considéré	21
1.2.1 Démarche proposée	21
1.2.2 Matériau de l'étude	22
1.2.2.A Grade et mise en forme	22
1.2.2.B Structure cristalline	22
1.2.2.C Température de transition vitreuse et taux de cristallinité	23
1.3 Le PA11 : comportement mécanique et mise en évidence de la cavitation	25
1.3.1 Géométrie des éprouvettes CNRB considérées	25
1.3.2 Essais de traction monotone sur éprouvettes CNRB	25
1.3.2.A Protocole expérimental	26

1.3.2.B	Résultats expérimentaux	26
1.3.3	Comportement macroscopique observé et interprétation	28
1.4	Suivi <i>in situ</i> par tomographie aux rayons X d'un essai de traction	29
1.4.1	Protocole expérimental	30
1.4.1.A	Tomographie aux rayons X	30
1.4.1.B	Paramètres d'essai	30
1.4.1.C	Essais de traction suivis <i>in situ</i>	34
1.4.2	Vers une analyse quantitative	38
1.4.2.A	Analyse des volumes par la transformée de Fourier	38
1.4.2.B	Traitement d'images volumiques	44
1.4.2.C	Visualisation des scans	45
1.4.3	Analyse quantitative des cavités	47
1.4.3.A	Représentation globale	47
1.4.3.B	Choix et définitions pour la représentation locale	49
1.4.3.C	Représentation locale	53
1.5	Conclusions partielles	61
Chapitre 2 La matrice thermoplastique PA11 – étude numérique		65
2.1	Modèle Gurson-Tvergaard-Needleman (GTN)	65
2.1.1	Choix du modèle et éléments bibliographiques	65
2.1.2	Description du critère	66
2.1.2.A	Le critère de plasticité initial du modèle GTN	66
2.1.2.B	Loi d'évolution de la déformation plastique	68
2.1.2.C	Loi d'évolution de la porosité	69
2.1.2.D	Contrainte scalaire effective	71
2.1.3	Modélisation de l'élasto-visco-plasticité	72
2.1.3.A	Tenseur des déformations	72
2.1.3.B	Loi d'écrouissage	73
2.1.3.C	Bilan du modèle	74
2.2	Identification des coefficients du modèle	75
2.2.1	Essais de traction monotone sur éprouvettes lisses	75
2.2.1.A	Protocole et résultats expérimentaux	75
2.2.1.B	Mise en données du calcul et identification des paramètres de comportement	76
2.2.1.C	Résultats	78
2.2.2	Essais de traction monotone sur éprouvettes CNRB	79
2.2.2.A	Protocole et résultats expérimentaux	79
2.2.2.B	Mise en données du calcul et identification des paramètres d'endommagement	80
2.2.2.C	Résultats	82
2.2.3	Choix de calcul	83
2.2.3.A	Convergence et dépendance au maillage	83
2.2.3.B	Traitement des points endommagés	86
2.3	Comparaison des résultats expérimentaux et numériques	87
2.3.1	Approche qualitative	87
2.3.1.A	Comparaison des courbes macroscopiques	87
2.3.1.B	Comparaison des profils de l'entaille	88
2.3.2	Approche quantitative	89
2.3.2.A	Distribution et évolution de la porosité	89

2.3.2.B	Distribution de la triaxialité des contraintes	91
2.3.2.C	Évolution des grandeurs locales	92
2.3.2.D	Variation de volume	93
2.3.3	Bilan de la comparaison expérimental-numérique	95
2.4	Perspectives – vers une prise en compte de l’anisotropie des cavités : le modèle GVAR .	96
2.4.1	Identification des paramètres du modèle	96
2.4.2	Calibration du modèle GVAR	98
2.4.2.A	Exemple de calibration du modèle GVAR sur un essai de référence . .	98
2.4.2.B	Base d’essais numériques pour la calibration complète	99
2.4.2.C	Résultats de la calibration complète du modèle GVAR	100
2.4.3	Calculs de structure	101
2.4.3.A	Stratégie de calcul sur structure	101
2.4.3.B	Suivi des variables internes sur un élément de volume au cœur de l’entaille	101
2.4.3.C	Potentialités du modèle	102
2.5	Conclusions partielles	103

Seconde partie Composite unidirectionnel PA11-FV – modélisation multi-échelle 105

Chapitre 3 Représentation et calculs micromécaniques en élasticité linéaire 107

3.1	Éléments bibliographiques	107
3.1.1	Matériaux hétérogènes multiphasés et approches multi-échelles	107
3.1.1.A	Généralités	107
3.1.1.B	Grandeurs moyennées, lemme de Hill et conditions aux limites . . .	110
3.1.1.C	Modélisations multi-échelles	112
3.1.2	Matériaux composites	115
3.1.2.A	Constituants, interface et interphase	115
3.1.2.B	Les composites unidirectionnels	116
3.1.2.C	Enjeux et essor des matrices thermoplastiques	119
3.1.3	Volume Élémentaire Représentatif	121
3.1.3.A	Définitions	121
3.1.3.B	Génération de microstructures	122
3.1.3.C	Descripteurs morphologiques	125
3.1.4	Portée intégrale	132
3.1.4.A	Ergodicité et stationnarité	133
3.1.4.B	Définition de la portée intégrale	133
3.1.4.C	Relation entre volume considéré et précision de calcul de la grandeur apparente	135
3.2	Stratégie retenue pour la présente étude	135
3.2.1	De la microstructure réelle aux calculs micromécaniques	136
3.2.1.A	Caractérisation expérimentale de la microstructure	136
3.2.1.B	Génération de cellules représentatives et calculs micromécaniques .	137
3.2.2	Vers une homogénéisation numérique du matériau d’étude	137
3.2.2.A	Homogénéisation numérique en élasticité linéaire	137
3.2.2.B	Homogénéisation numérique en non-linéaire	137
3.2.3	Hypothèses et spécificités de l’étude	138
3.3	Microstructures : génération, maillage et mise en données de calculs EF	139

3.3.1	Génération de microstructures aléatoires	139
3.3.1.A	Outil de génération implémenté	139
3.3.1.B	Modifications de l'algorithme et génération de maillages	141
3.3.1.C	Temps de calcul	143
3.3.2	Descripteurs morphologiques – Cas d'application : représentation d'un matériau d'étude	144
3.3.2.A	Principe de l'équivalence entre microstructures digitale et réelle	144
3.3.2.B	FV-PA11 – Microstructure réelle	145
3.3.2.C	FV-PA11 – Microstructures réelle, digitale et descripteurs	146
3.3.3	Cadre Éléments Finis et mises en données	147
3.3.3.A	Homogénéisation en élasticité linéaire	147
3.3.3.B	Maillages et propriétés des constituants	149
3.3.3.C	Écriture des conditions aux limites sous ZeBuLoN	151
3.4	Calculs en élasticité linéaire et représentativité	151
3.4.1	Cellule aléatoire de 56 fibres	151
3.4.1.A	Application de l'homogénéisation en élasticité linéaire sur une unique cellule aléatoire	152
3.4.1.B	Application de la portée intégrale	152
3.4.2	Vers les propriétés effectives	155
3.4.2.A	Représentativité : une double exigence	155
3.4.2.B	Évolution de l'erreur relative avec le nombre de fibres considérées	155
3.4.2.C	Propriétés effectives	157
3.4.3	Comparaison des résultats à d'autres cellules ou modèles	160
3.4.3.A	Application de l'homogénéisation en élasticité linéaire sur une cellule idéalisée au motif hexagonal	160
3.4.3.B	Comparaison à différents modèles de la littérature	161
3.4.3.C	Distributions des grandeurs locales au sein des cellules	162
3.5	Conclusions partielles	163
Chapitre 4 Calculs micromécaniques en non-linéaire – vers l'homogénéisation numérique		169
4.1	Calculs micromécaniques en non-linéaire	169
4.1.1	Éléments bibliographiques	169
4.1.1.A	Apport de la micromécanique en non-linéaire	169
4.1.1.B	Matériaux, interfaces et représentativité des microstructures	170
4.1.1.C	Confrontation calcul/expérimental	173
4.1.2	Premiers résultats des calculs micromécaniques en non-linéaire	177
4.1.2.A	Choix et paramètres de calcul	177
4.1.2.B	Résultats sur la base des essais élémentaires de l'élasticité linéaire	180
4.1.2.C	Distribution des grandeurs locales	182
4.1.3	Paramètres influents en non-linéaire	191
4.1.3.A	Dépendance au maillage	191
4.1.3.B	Influence de la vitesse de chargement	193
4.2	Représentativité du VER en non-linéaire	194
4.2.1	Évolution de la représentativité d'une grandeur calculée au cours du chargement	194
4.2.1.A	Essai de traction transverse	195
4.2.1.B	Essai de cisaillement plan	197
4.2.1.C	Généralisation et utilisation de la méthode	198
4.2.2	Comparaison de plusieurs cellules aléatoire et cellule retenue	199
4.3	Homogénéisation numérique du matériau d'étude	201

4.3.1	Choix d'une Loi Homogène Équivalente	201
4.3.1.A	Méthode utilisée	201
4.3.1.B	Caractéristiques de la LHE	201
4.3.1.C	Loi de comportement et formulation du critère de plasticité	202
4.3.2	Paramètres et méthode d'identification du modèle	203
4.3.2.A	Nécessité d'enrichir la base d'identification	203
4.3.2.B	Dépouillement des chargements multi-axiaux	204
4.3.2.C	Résultats de l'élasticité linéaire	206
4.3.3	Identification des paramètres de la LHE	206
4.3.3.A	Paramètres relatifs à la non-linéarité et premiers résultats	206
4.3.3.B	Comparaison des surfaces de charge et de densité de travail plastique	208
4.3.3.C	Bilan de la LHE et domaine d'utilisation en vue du calcul de structure	212
4.4	Application aux calculs de structure	213
4.4.1	Essai de compression diamétrale	213
4.4.1.A	Géométrie de l'éprouvette et mise en données	213
4.4.1.B	Résultats et points critiques considérés	214
4.4.1.C	Relocalisation	215
4.4.2	Éprouvettes composites stratifiés	216
4.4.2.A	Géométrie de l'éprouvette, empilement des plis et mise en données du calcul	217
4.4.2.B	Résultats	220
4.4.2.C	Relocalisation	221
4.4.3	Synthèse de la démarche appliquée	222
4.5	Conclusions partielles	223
	Conclusions générales	227
	Travail réalisé et objectifs atteints	227
	Perspectives	228
	Annexe A Cellules aléatoires ou idéalisées : descripteurs morphologiques	231
	Annexe B Rappel des conditions aux limites sous ZeBuLoN	235
	Annexe C Généralités sur les matériaux composites	237
	Bibliographie	241

Table des figures

1	Schéma de la stratégie de simulation multi-échelle “local-to-global” pour les matériaux composites unidirectionnels (d’après [Lopes <i>et al.</i> , 2016]).	2
2	Bibliométrie portant sur les matériaux composites ou polymères associés à d’autres mots-clés dans les revues scientifiques disponibles sur <i>ScienceDirect</i> depuis 2000. . . .	2

Première partie Matrice thermoplastique PA11 – de la caractérisation expérimentale à la modélisation numérique

1.1	(a) Schéma 2D d’un sphérolite constitué d’un arrangement de lamelles cristallines, d’après [Haudin, 2008]; (b) Sphérolites du PA11 (biréfringents négatifs) observés par Magill et laissant apparaître la croix de Malte, d’après [Magill, 1969].	8
1.2	(a) Schéma de la déformation sous traction (dans la direction de F) d’un sphérolite avec le détail du développement de la cavitation (A) dans la région polaire, (B) à 45°, région diagonale et (C) la région équatoriale; (b) Observation expérimentale d’un sphérolite déformé de PP où (B) il n’y a pas de cavité dans la région diagonale, (C) peu à l’équateur et (A) des cavités perpendiculaires à l’axe de traction et bien visibles dans la région polaire d’après [Redakczi <i>et al.</i> , 2011]; (c) porosité de type “polar-fan” mise en évidence en bleu d’après [Laiarinandrasana <i>et al.</i> , 2016a]. Les flèches verticales en (b) et (c) donnent la direction de la sollicitation.	13
1.3	Illustration de la microstructure d’un craze sans fissure et dimensions associées, d’après [Schirrer, 1995].	14
1.4	(a) Schémas d’illustration du développement de la cavitation et motifs SAXS correspondants, d’après [Butler <i>et al.</i> , 1998]; (b) Évolution des motifs obtenus par SAXS tout au long de l’essai de traction sur un PE recuit et morphologies de pores associées, d’après [Humbert <i>et al.</i> , 2010]; (c) Observations au MEB de la structure interne d’échantillons de PP à différents états de déformation et différentes températures (la direction de traction est horizontale, les échantillons ont été coupés en longitudinal et ont subi une attaque chimique), d’après [Pawlak et Galeski, 2010].	16
1.5	(a) Schéma général de l’éprouvette axisymétrique entaillée (d’après [François <i>et al.</i> , 1993]); (b) Profil des triaxialités à la section minimale de l’éprouvette avec $a = 10$ mm.	18
1.6	Synthèse du Rilsan® [Michel, 2012].	19
1.7	Microstructures du PA11 après découpe au microtome : (a) et (b) en cœur à différents grossissements et (c) en peau d’un barreau injecté.	23
1.8	Thermogramme DSC (flux de chaleur en fonction de la température imposée) d’un échantillon de PA11 prélevé à cœur d’un barreau injecté.	24
1.9	Éprouvettes utilisées : (a) schéma avec grandeurs initiales; (b) plans et cotes (exprimées en mm) et (c) une représentation 3D.	25
1.10	Montage des essais monotones sur petites éprouvettes CNRB avec une machine INSTRON®, caméra et ordinateur pour la corrélation d’images.	26

1.11	(a) Consigne, NOD et RLS (pour l'essai retenu); (b) Courbes contrainte-déformation des essais de traction monotone réalisés, NOD et RLS pour l'essai retenu (courbe bleu).	27
1.12	Photos de l'entaille : (0) à l'instant initial (éprouvette non déformée); de (a) à (f) aux différents points respectifs annotés sur la courbe en figure 1.11(b); (c) correspond au pic de force mesuré.	28
1.13	Illustration du principe de la méthode de tomographie aux rayons X, d'après [Landis et Keane, 2010, Proudhon, 2015].	30
1.14	Machine Bulky : configuration d'essai par suivi <i>in situ</i> de l'essai de traction (a) vue de profil et (b) vue de côté; (c) Zoom sur l'échantillon (ici en noir) installé dans les mors et visible à travers le tube de PMMA.	31
1.15	Montage de l'essai (machine Bulky) au synchrotron.	31
1.16	Images obtenues (a) par absorption et (b) par contraste de phase (en régime détecteur de contours) de bulles d'air immergées dans du nylon (d'après les images du synchrotron Elettra de Trieste [Kaulich <i>et al.</i> , 2006]).	33
1.17	(a) Consigne, NOD et RLS (pour l'essai retenu); (b) Courbes contrainte-déformation des essais de traction réalisés et suivis <i>in situ</i> en tomographie, NOD et RLS pour l'essai retenu (courbe bleu).	35
1.18	Images issues des scans tomographiques : juste avant le pic de contrainte avec une coupe suivant (a) le plan XY à la section minimale et (b) le plan XZ contenant l'axe de révolution de l'éprouvette; au pic de contrainte avec une coupe suivant (c) le plan XY à la section minimale et (d) le plan XZ contenant l'axe de révolution de l'éprouvette; juste avant la rupture avec (e) le plan XY près des épaules de l'entaille, (f) le plan XZ contenant l'axe de révolution de l'éprouvette et (g) le plan XY à la section minimale. Les plans de coupe sont illustrés en rouge sur les représentations 3D.	37
1.19	Illustration de la méthode de la transformée de Fourier sur un sous-volume du scan <i>t</i> . La direction de sollicitation de l'éprouvette est colinéaire à l'axe Z et symbolisée par des flèches rouges.	39
1.20	Premier rang : images du plan XY en intensité réelle et choisies au centre du sous-volume (la barre d'échelle correspond à 100 μm , Z est la direction du chargement); Second rang : intensités moyennes en échelle logarithmique dans l'espace réciproque de la transformée de Fourier des images des plans XY du sous-volume au centre de l'éprouvette et au cours du chargement.	40
1.21	Profils radiaux de l'intensité en fonction de la fréquence spatiale pour les transformées de Fourier des images orthogonales à la direction de chargement.	41
1.22	Premier rang : images du plan XZ en intensité réelle et choisies au centre du sous-volume (la barre d'échelle correspond à 100 μm , Z est la direction du chargement); Second rang : intensités moyennes en échelle logarithmique dans l'espace réciproque de la transformée de Fourier des images des plans XZ du sous-volume au centre de l'éprouvette et au cours du chargement.	42
1.23	(a) Variations angulaires de l'intensité des transformées de Fourier à la fréquence spatiale du pic pour les images des plans XZ; (b) Indices d'anisotropie associés aux scans <i>o</i> à <i>x</i> en fonction de la déformation au cours de l'essai.	43
1.24	Illustration de la méthode du traitement d'images volumiques avec au premier rang les images originales en niveaux de gris et au deuxième rang les résultats binaires des opérations : (a,b) Définition du masque (scan <i>u</i> illustré); Pores segmentés dans un sous-volume de 200 voxels de côté (c) du scan <i>r</i> et (d) du scan <i>x</i> . Le repère associé à chaque image est illustré en dessous.	45

1.25	Rendus 3D tomographiques de l'éprouvette au cours de l'essai de traction. Les contours de l'éprouvette sont en gris et les cavités sont illustrées en bleu. Les légendes et valeurs des paliers de déplacement sont indiqués sous chaque sous-figure et correspondent aux données du tableau 1.3.	46
1.26	Évolution de la variation de volume (totale de l'entaille considérée comme massive ou réelle sans les cavités) en fonction de la déformation imposée au cours de l'essai de traction. Les noms des scans réalisés sont rappelés sur le second axe des abscisses. . .	48
1.27	Évolution du nombre de cavités en fonction de la déformation imposée au cours de l'essai de traction. Les noms des scans réalisés sont rappelés sur le second axe des abscisses.	49
1.28	Histogrammes des volumes des cavités segmentées dans l'éprouvette et pour différents instants de chargement. Pour chaque incrément de chargement, la valeur de déformation correspondante est notée en accord avec le tableau 1.3. Les barres en bleu correspondent à la densité de probabilité (axe bleu), la courbe rouge est associée à la fonction de distribution cumulative (notée FDC, axe rouge). (p) scan après le pic de contrainte, (u) fin de l'adoucissement et (x) l'amorçage de la rupture.	50
1.29	(a) Système de coordonnées utilisé dans l'analyse quantitative; (b) Grille de ROI pour les cartographies; Chemins de ROI (c) suivant l'axe de sollicitation et au centre de l'éprouvette ou (d) suivant deux axes orthogonaux dans la section minimale de l'éprouvette.	51
1.30	Illustrations des cavités "moyennes" au cœur de l'éprouvette (a) pendant la phase d'adoucissement et (b) à l'amorçage de la rupture avec leurs équivalents en termes de forme (prolate ou oblate).	52
1.31	Graphique de la classification de Zingg en fonction des rapports des longueurs des objets, d'après [Zingg, 1935, Bullock <i>et al.</i> , 1985, Stoops, 2003, Smart, 2013].	53
1.32	Cartographies d'isovaleurs de la fraction volumique de vide (VVF) au centre de l'éprouvette pour différents incréments de l'essai suivi par tomographie <i>in situ</i> . Les paliers et valeurs de déformation correspondantes sont indiquées pour chaque sous-figure et rappellent les données du tableau 1.3. Sont encadrés les résultats : (p) au scan juste après le pic de contrainte, (u) à la fin de l'adoucissement et (x) à l'amorçage de la rupture.	54
1.33	VVF le long du chemin axial (illustré en figure 1.29(c)) au cœur de l'éprouvette et pour différents instants de chargement. Sont encadrés les résultats : (p) au scan juste après le pic de contrainte, (u) à la fin de l'adoucissement et (x) à l'amorçage de la rupture. . .	57
1.34	VVF le long des deux chemins radiaux (orthogonaux) à la section minimale de l'éprouvette (illustrés en figure 1.29(d)) pour différents instants de chargement. Sont encadrés les résultats : (p) au scan juste après le pic de contrainte, (u) à la fin de l'adoucissement et (x) à l'amorçage de la rupture.	58
1.35	Dimensions (diamètres et hauteur) des cavités avec leur barre d'erreur type suivant le chemin vertical passant par le centre de l'éprouvette et pour différents instants de chargement. Sont encadrés les résultats : (p) au scan juste après le pic de contrainte, (u) à la fin de l'adoucissement et (x) à l'amorçage de la rupture.	59
1.36	Dimensions (diamètres et hauteur) des cavités avec leur barre d'erreur type suivant deux chemins radiaux orthogonaux dans la section minimale de l'éprouvette et pour différents instants de chargement. Sont encadrés les résultats : (p) au scan juste après le pic de contrainte, (u) à la fin de l'adoucissement et (x) à l'amorçage de la rupture. . .	60
1.37	VVF et volumes de l'ellipsoïde moyen le long du chemin axial au cœur de l'éprouvette et pour différents instants de chargement. Sont encadrés les résultats : (p) au scan juste après le pic de contrainte, (u) à la fin de l'adoucissement et (x) à l'amorçage de la rupture. . .	61

Table des figures

1.38	Comparaison des indices d'anisotropie A (déterminé par FFT) et I (analyse d'images et segmentation) au cœur de l'entaille (ROI central) en fonction de la déformation imposée au cours de l'essai. Le nom des scans considérés est rappelé sur le second axe des abscisses.	62
2.1	Comparaison des critères de Gurson et de von Mises.	67
2.2	Fonction bilinéaire $f_{\star}(f)$ de la porosité effective, d'après [Tanguy, 2001].	69
2.3	Illustration de q_2 en fonction de p_1 pour différentes vitesses de transition.	71
2.4	(a) Plan et dimensions des éprouvettes lisses de PA11 (les dimensions sont affichées en millimètres) ; (b) Représentation 3D des éprouvettes ; (c) Maillage (du huitième) de l'éprouvette lisse considérée.	76
2.5	Courbes expérimentales de la contrainte nominale en fonction de la déformation nominale pour différentes vitesses de traverse imposées sur les éprouvettes lisses illustrées en figure 2.4.	77
2.6	Courbes expérimentales et numériques de la contrainte nominale en fonction de la déformation nominale pour différentes vitesses de sollicitation sur les éprouvettes lisses. Les courbes en traits continus illustrent les résultats numériques et les points sont les résultats expérimentaux.	79
2.7	Courbes expérimentales de la force (F) et de la réduction diamétrale (RLS) en fonction de l'ouverture d'entaille (NOD) mesurée.	80
2.8	Consigne machine et ouverture d'entaille mesurée (NOD en mm) en fonction du temps lors de l'essai expérimental de traction monotone sur éprouvette entaillée.	81
2.9	Maillage ① de l'éprouvette axisymétrique et conditions aux limites appliquées.	81
2.10	Comparaison des courbes expérimentale et numériques de la force (F) et de la réduction diamétrale (RLS) en fonction de l'ouverture d'entaille (NOD) pour l'éprouvette entaillée CNRB. Les courbes en traits continus illustrent les résultats numériques et les points représentent les résultats expérimentaux.	82
2.11	Autres maillages de l'éprouvette axisymétrique entaillée.	84
2.12	Comparaison des courbes expérimentale et numériques de la force (F) en fonction de l'ouverture d'entaille (NOD) pour l'éprouvette entaillée CNRB et les différents maillages investigués. Les courbes en traits continus illustrent les résultats numériques et les points représentent les résultats expérimentaux.	85
2.13	(a) ROI considéré au cœur de l'entaille, illustré en rouge ; (b) fraction volumique de vide f dans cette zone – notée $f_{cœur}$ – pour les différents maillages investigués.	85
2.14	Courbes de la force (F) et de la réduction diamétrale (RLS) en fonction de l'ouverture d'entaille (NOD) calculées avec érosion des éléments endommagés.	87
2.15	Comparaison des courbes expérimentales (traction monotone et suivi <i>in situ</i>) et numériques de la force (F) et de la réduction diamétrale (RLS) en fonction de l'ouverture d'entaille (NOD) pour l'éprouvette entaillée CNRB. Les courbes en traits continus illustrent les résultats numériques et les points représentent les résultats expérimentaux.	88
2.16	Comparaison du profil de l'entaille observé expérimentalement (par vidéo lors de l'essai en traction monotone ou reconstruit après les scans de tomographie) et obtenu numériquement par EF (visualisation du maillage déformé uniquement).	89
2.17	Chemins de nœuds axial et radial pour le dépouillement du calcul EF.	90
2.18	Cartographies d'isovaleurs de la porosité numérique f_t calculée au cours de la déformation de l'éprouvette (calcul sans érosion d'éléments).	91
2.19	Cartographies d'isovaleurs du taux de triaxialité η déterminé numériquement au cours de la déformation (calcul sans érosion d'éléments).	92



2.20	Profils axiaux de la triaxialité (a) η et des contraintes (b) σ_{zz} ou (c) $\sigma_{rr} = \sigma_{\theta\theta}$ au cours du chargement le long de l'axe de révolution de l'éprouvette.	93
2.21	Courbes des variations de volume et force-ouverture d'entaille expérimentales et numériques pour l'essai de traction uniaxiale sur éprouvette axisymétrique entaillée. Les traits continus illustrent les courbes numériques et les points représentent les résultats expérimentaux.	94
2.22	Cellules avec cavités (a) oblate (b) prolata et (c) sphérique; la porosité initiale dans ce volume est de 1%; (d) Volume rve3d (un seul élément <i>c3d8r</i>).	97
2.23	Comparaison des courbes de référence et des résultats de calcul sur VER pour $f_0 = 0,01$ et $\eta = 0,667$ avec (a) contrainte équivalente en fonction de la déformation plastique équivalente; (b) fraction volumique de vide en fonction de la déformation plastique équivalente; (c) facteur de forme w_1 en fonction de la déformation plastique équivalente et (d) facteur de forme w_1 en fonction de la déformation plastique équivalente.	99
2.24	Comparaison des courbes de référence et des résultats de calcul sur VER pour $f_0 = 0,01$ et différents taux de triaxialité η avec les cas de cavités de types (a) oblate, (b) prolata et (c) sphérique. Les traits pleins représentent les calculs de référence sur cellule 3D avec la cavité, les traits pleins avec les symboles illustrent les résultats sur un élément homogène (VER).	100
2.25	Maillage du huitième d'éprouvette 3D pour le calcul de structure.	101
2.26	(a) Graphe du taux de triaxialité et des contraintes principales relevées sur le volume au cœur de l'entaille (puis injectées en entrée du calcul sur l'élément de volume avec le modèle GVAR) en fonction de l'ouverture d'entaille. La courbe force-ouverture d'entaille y est ajoutée; (b) Graphe des évolutions des facteurs de forme des cavités avec le modèle GVAR en fonction de l'ouverture d'entaille.	102



Seconde partie Composite unidirectionnel PA11-FV – modélisation multi-échelle



3.1	Illustrations des différentes échelles des milieux hétérogènes multiphasés.	108
3.2	Schéma de principe du passage micro-macro et du concept de Milieu Homogène Équivalent.	109
3.3	Schéma de la convergence des propriétés apparentes (vers les propriétés effectives) calculées pour trois types de conditions aux limites. Illustrations sur une microstructure avec un calcul de sollicitation en traction uniaxiale dans la direction horizontale et un calcul de cisaillement plan.	112
3.4	Schéma de principe des méthodes intégrée et séquencée dans le cadre d'un calcul Éléments Finis (d'après [Carrère, 2001]).	114
3.5	Illustrations des interface et interphase (d'après [Cech <i>et al.</i> , 2013]).	116
3.6	Différentes coupes transversales de matériaux composites unidirectionnels : (a) Matrice polymère Polyamide 6 renforcée de fibres de verre (GF/PA6) [Cayzac, 2014]; (b) Matrice métallique TiAl renforcée de fibres de carbure de silicium (SiC/TiAl), il s'agit d'un CMM [Cantor <i>et al.</i> , 2003].	117
3.7	(a) Schéma des différents phénomènes d'endommagement pouvant se manifester au cœur d'un composite unidirectionnel (d'après [Berthelot, 2012]; (b) Observations de certains de ces phénomènes en tomographie aux rayons X (d'après [Swolfs <i>et al.</i> , 2015]).	118

Table des figures

3.8	Cinétiques de rupture en compression diamétrale de deux composites : (a) Matrice polymère thermoplastique Polyamide 6 renforcée de fibres de carbone (CF-PA6) ; (b) Matrice polymère thermodurcissable époxy renforcée de fibres de carbone (CF-EP) ; d'après [Cayzac, 2014].	120
3.9	Valeurs moyennes et leurs intervalles de confiance $[\bar{Z} - 2D_Z, \bar{Z} + 2D_Z]$ pour le calcul du module de compressibilité apparent (k^{app}) pour les trois types de conditions aux limites (cas d'un volume biphasé avec un pavage de Voronoï) [Kanit, 2003].	124
3.10	Cellules choisies pour mettre en évidence les descripteurs morphologiques avec notamment les motifs (c) hexagonal et (d) carré.	125
3.11	Distributions cumulées et fonctions de densité de probabilité des distances aux premiers voisins pour les cellules de la figure 3.10.	127
3.12	Distributions cumulées et fonctions de densité de probabilité des orientations des premiers voisins pour les cellules de la figure 3.10.	127
3.13	Distributions cumulées et fonctions de densité de probabilité des aires des polygones de Voronoï pour les cellules de la figure 3.10.	127
3.14	Graphes des fonctions de Ripley de la distribution de disques et du processus de Poisson pour les cellules de la figure 3.10.	129
3.15	Graphes des estimateurs de Ripley de la distribution de disques et du processus de Poisson pour les cellules de la figure 3.10.	129
3.16	Graphes des fonctions de distribution radiale des cellules de la figure 3.10.	130
3.17	Illustrations de la covariance pour les différentes cellules de la figure 3.10. 1 ^{ère} ligne : covariogramme 3D de chaque microstructure ; 2 ^{ème} ligne : covariogramme 2D (vue de haut du covariogramme 3D précédent) et 3 ^{ème} ligne : fonctions de covariance suivant quatre directions différentes illustrées par les flèches ①-④.	132
3.18	(a) Courbe obtenue par le calcul de la portée intégrale, justifie l'équation 3.12, les points se placent sur une courbe en $\frac{1}{V\gamma}$; (b) Courbe précédente tracée en bilogarithmique, les points pour les grands V se placent sur une droite de pente $-\gamma$. Le terme $D_Z^2 A_3^\gamma$ est déterminé par cette méthode.	134
3.19	Schéma de la démarche globale appliquée dans la présente étude.	138
3.20	Illustration de la génération de microstructures à différentes étapes pour 15 disques de mêmes diamètres. Le cadre délimite les frontières de la cellule.	141
3.21	Exemples de cellules générées par la méthode en 3D avec (a) des sphères ou (b) des ellipsoïdes rigides dans un volume (maillages automatiques obtenus par Abaqus®, la matrice n'est pas représentée ou en partie seulement mais est bien maillée).	141
3.22	Exemples de microstructures générées avec l'outil implémenté : (a) cas d'une fraction volumique de fibre importante (83%) ; (b) plusieurs centaines de fibres ; (c) et (d) différentes distributions de diamètres de fibres ; (e) et (f) zones riches en matrice.	142
3.23	Exemple de maillage automatique obtenu par Gmsh : cellule 2D de 56 fibres (avec des rayons différents) $\approx 68\,000$ nœuds et $\approx 61\,000$ éléments.	143
3.24	(a) Coupe transversale, obtenue au MEB, de la microstructure du composite FV-PA11 ; (b) Digitalisation de la microstructure.	145
3.25	Densités de probabilité des rayons des fibres dans la microstructure réelle.	146
3.26	Comparaison des descripteurs morphologiques des microstructures réelle et digitale. 1 ^{ère} ligne, de gauche à droite : représentation de la microstructure, densité de probabilité et fonction de distribution cumultaiive (FDC) des rayons des différents disques, des distances des premiers voisins, des orientations des premiers voisins de chaque fibre et des aires des polygones de Voronoï ; 2 ^{ème} ligne : covariogrammes 2D, courbes de la covariance dans quatre directions différentes (de ① à ④), fonctions de Ripley \hat{K} et fonctions de distribution radiale g	148

3.27	Illustration des six essais élémentaires requis sur la cellule : (de gauche à droite) essais de traction dans le sens des fibres et dans les sens transverses, essais de cisaillement dans les différents plans.	149
3.28	Illustrations des maillages des cellules (a)  aléatoire morphologiquement représentative du composite FV-PA11 et (b)  à arrangement hexagonal avec le repère associé ; (c) motifs possibles pour le choix de la cellule à arrangement hexagonal (d'après [Bornert <i>et al.</i> , 2001a]).	150
3.29	(a) Variances $D_{\epsilon_{22}}^2(S)$ en fonction des surfaces des sous-domaines S pour le calcul de E_2 ; (b) Représentation en échelle bilogarithmique de la courbe précédente avec la droite de corrélation correspondante.	154
3.30	Cellules générées pour le calcul des coefficients d'orthotropie du matériau ; le nombre de fibres considéré pour chaque cellule est donné en légende.	156
3.31	Convergence des propriétés apparentes vers les propriétés effectives lorsque le nombre de fibres considérées dans la cellule augmente. Les cellules sur lesquelles sont réalisés les calculs sont illustrées en figure 3.30. Les propriétés apparentes sont marquées par des symboles, les fuseaux représentent les erreurs relatives calculées par la portée intégrale. (a) Modules transverses ; (b) et (c) coefficient de contraction ; (d) et (e) modules de cisaillement.	158
3.32	Nombres de réalisations nécessaires en fonction du nombre de fibres considérées dans une cellule afin de garantir une certaine erreur relative sur le calcul des propriétés effectives (1%, 2% et 5%). (a) Modules transverses ; (b) et (c) coefficient de contraction ; (d) et (e) modules de cisaillement.	159
3.33	Cartographies des iso-valeurs des plus grandes contraintes principales (σ_{p1}) calculées pour un essai de traction transverse (dont l'axe de chargement est représenté par la flèche) : (a) pour la cellule aléatoire de 56 fibres et (b) pour l'arrangement hexagonal. Seules sont représentées les contraintes dans la matrice et les valeurs sont normalisées par la contrainte macroscopique imposée ; Densités de probabilités des plus grandes contraintes principales normalisées par la contrainte macroscopique imposée dans les cellules étudiées à arrangement (c) aléatoire de 56 fibres et (d) hexagonal.	164
3.34	Cartographies des iso-valeurs des triaxialités de contraintes (η) calculées dans la matrice pour un essai de traction transverse (dont la direction de chargement est matérialisée par la flèche) : (a) pour la cellule aléatoire de 56 fibres et (b) pour l'arrangement hexagonal ; Densités de probabilités des triaxialités dans les cellules étudiées à arrangement (c) aléatoire et (d) hexagonal.	165
4.1	(a) Illustration des surfaces de charges accessibles par les calculs de micromécanique (d'après [Vogler <i>et al.</i> , 2013]) ; (b) "Failure envelope" déterminée par calculs micromécaniques pour des chargements mixtes dans le plan des contraintes (σ_{22}, τ_{23}) de traction ou compression et cisaillement transverses (d'après [McCarthy et Vaughan, 2015]).	171
4.2	(a) Observation microscopique au MEB des décohésions diffuses aux interfaces fibre-matrice et (b) modélisation numérique correspondante (en rouge, la décohésion est obtenue par l'utilisation de zones cohésives). Mêmes illustrations à un stade d'endommagement plus avancé en (c) et (d), il y a coalescence des décohésions sur un chemin préférentiel (d'après [Naylor <i>et al.</i> , 2017]).	173

4.3	Observations microscopiques de la fissuration matricielle de composites carbone-époxy sous sollicitations (a) de traction uniaxiale (direction horizontale) [Hobbiebrunken <i>et al.</i> , 2006] et (b),(c) de compression uniaxiale (direction horizontale) [González et LLorca, 2007]; les cartographies des isovaleurs de déformation plastique cumulée permettent de modéliser ces résultats (d) d'après [Melro <i>et al.</i> , 2013] et (e) d'après [González et LLorca, 2007].	174
4.4	Illustration de l'homogénéisation numérique par modèle de substitution et relocalisation (d'après [Cardona, 2000]). (a) Calcul de référence et zoom sur un bord de trou; (b) Calcul avec MHE et relocalisation sur une cellule de base.	176
4.5	Structure sandwich avec empilement de tubes circulaires métalliques en arrangement carré (a) avant déformation et (b) après compression. Résultats des calculs EF : cartographies d'isovaleurs de déformation plastique cumulée (c) pour le calcul de référence sur la structure complète et (d) pour le calcul avec le milieu homogène équivalent (d'après [Iltchev, 2014]).	176
4.6	(a) Schéma de principe de la méthode "embedded cell". (b) Courbes expérimentale et numériques (avec différentes microstructures) de la charge appliquée en fonction de l'ouverture d'entaille (CMOD). Comparaison entre observation expérimentale et résultats numériques de l'ouverture d'une fissure en front d'entaille pour un CMOD de (c) 25 μm (d) 45 μm et (d) 53 μm (d'après [Canal <i>et al.</i> , 2012b]).	177
4.7	Cellule d'étude de 120 fibres considérée dans la suite de cette étude.	178
4.8	Différents pictogrammes utilisés pour illustrer les essais réalisés sur les cellules.	179
4.9	(a) Courbes contrainte-déformation des essais élémentaires pour une matrice élasto-viscoplastique (traits pleins). Les traits en pointillés (dont les couleurs rappellent les chargements) illustrent les résultats avec les constituants linéaires élastiques. (b) Courbes de la trace du tenseur des contraintes en fonction du tiers de la trace des déformations pour différents essais.	180
4.10	(a) Courbes contrainte-déformation des essais élémentaires plan pour une matrice poro-viscoplastique; (b) Courbes de la trace du tenseur des contraintes en fonction du tiers de la trace des déformations pour différents essais.	181
4.11	(a) Courbes contrainte-déformation des essais élémentaires pour une matrice poro-viscoplastique sur une cellule à arrangement hexagonal; (b) Zoom sur le motif hexagonal et distances interfibres particulières.	182
4.12	Courbes contrainte-déformation de traction uniaxiale sur la cellule aléatoire  ou à motif hexagonal  avec le modèle poro-viscoplastique.	183
4.13	Cartographies des isovaleurs de déformations ϵ_{22} dans la matrice de la cellule aléatoire aux stades de déformation ① à ④ donnés en figure 4.12. La flèche représente la direction de chargement.	184
4.14	Cartographies des isovaleurs de déformations ϵ_{22} dans la matrice de la cellule à arrangement hexagonal aux stades de déformation ① à ④ donnés en figure 4.12. La flèche représente la direction de chargement.	184
4.15	1 ^{ère} ligne : cartographies des isovaleurs des plus grandes contraintes principales σ_{p1} dans la matrice de la cellule aléatoire aux stades de déformation ① à ④. 2 ^{nde} ligne : histogrammes correspondants des densités de probabilité des σ_{p1} calculées dans la matrice (en bleu) et dans les fibres (en rouge).	185
4.16	1 ^{ère} ligne : cartographies des isovaleurs des plus grandes contraintes principales σ_{p1} dans la matrice de la cellule à arrangement hexagonal aux stades de déformation ① à ④. 2 ^{nde} ligne : histogrammes correspondants des densités de probabilité des σ_{p1} calculées dans la matrice (en bleu) et dans les fibres (en rouge).	185

4.17	1 ^{ère} ligne : cartographies des isovaleurs des triaxialités η dans la matrice de la cellule aléatoire aux stades de déformation ① à ④. 2 ^{nde} ligne : histogrammes correspondants des densités de probabilité des triaxialités η calculées dans la matrice (en bleu) et dans les fibres (en rouge).	186
4.18	1 ^{ère} ligne : cartographies des isovaleurs des triaxialités η dans la matrice de la cellule à arrangement hexagonal aux stades de déformation ① à ④. 2 ^{nde} ligne : histogrammes correspondants des densités de probabilité des triaxialités η calculées dans la matrice (en bleu) et dans les fibres (en rouge).	186
4.19	Décomposition du vecteur-contrainte (en contraintes normale et tangentielle) pour une position arbitraire sur la surface d'une fibre.	187
4.20	Représentation polaire des composantes σ_n et τ sur la circonférence des fibres considérées (et illustrées en rouge dans chacune des microstructures). Le cercle noir illustre la fibre et correspond à la valeur nulle des composantes : lorsque le point se situe dans le cercle (respectivement, en dehors), la valeur est négative (respectivement, positive).	188
4.21	Courbes contrainte-déformation de cisaillement plan (2,3) sur la cellule aléatoire  ou à motif hexagonal  avec le modèle poro-viscoplastique.	189
4.22	Représentation polaire des composantes σ_n et τ sur la circonférence des fibres considérées (et illustrées en rouge dans chacune des microstructures). Le cercle noir illustre la fibre et correspond à la valeur nulle des composantes : lorsque le point se situe dans le cercle (respectivement, en dehors), la valeur est négative (respectivement, positive). Les chargements A , B , A et B sont donnés en figure 4.21.	189
4.23	Courbes contrainte-déformation d'essais de traction ou compression dans le plan transverse aux fibres (directions 2 ou 3) sur la cellule aléatoire de 120 fibres.	190
4.24	Cartographies des isovaleurs de la déformation plastique cumulée en fin de calcul pour un essai (a) de traction transverse et (b) de compression transverse.	191
4.25	Différents maillages de la cellule aléatoire donnée en figure 4.7, les détails des maillages sont donnés sous les illustrations.	192
4.26	(a) Courbes contrainte-déformation des essais élémentaires de traction transverse, TU2, pour les différents maillages (nommés par leur nombre d'éléments); (b) Surface des éléments dont la variable interne f atteint 20% en fonction de la contrainte appliquée.	192
4.27	Courbes contrainte-déformation des essais élémentaires de traction transverse (direction 2) pour les différentes vitesses de chargement en contrainte macroscopique imposée.	193
4.28	Courbes contrainte-déformation des essais élémentaires de traction transverse (direction 2) pour les différentes vitesses de chargement en déformation macroscopique imposée.	194
4.29	(a) Courbe contrainte-déformation de l'essai de traction transverse sur la cellule; (b) Variance de la valeur moyenne de ϵ_{22} en fonction de la surface S aux différents pas de chargement; (c) Ordonnées à l'origine des droites de régression linéaire précédentes en fonction de la déformation E_{22} ; (d) Superposition (data collapse) de toutes les courbes de variance de la valeur moyenne de ϵ_{22} en fonction de la surface S à différents pas de chargement d'après le calcul de la fonction $f(E_{22})$	196
4.30	Erreur relative ϵ_{rela} du coefficient $S_{2222,\Sigma}^{\text{app}}$ en fonction de la déformation macroscopique calculée E_{22} pour l'essai de traction transverse dans la direction 2.	197

4.31	(a) Courbe contrainte-déformation de l'essai de cisaillement plan (2,3) sur la cellule ; (b) Variance de la valeur moyenne de ε_{23} en fonction de la surface S à différents pas de chargement ; (c) Ordonnées à l'origine des droites de régression linéaire précédentes en fonction de la déformation E_{23} ; (d) Superposition (data collapse) de toutes les courbes de variance de la valeur moyenne de ε_{23} en fonction de la surface S à différents pas de chargement d'après le calcul de la fonction $f(E_{23})$	198
4.32	Erreur relative $\varepsilon_{\text{rela}}$ du coefficient $S_{2323,\Sigma}^{\text{app}}$ en fonction de la déformation macroscopique calculée E_{23} pour l'essai de cisaillement dans le plan (2,3).	199
4.33	Différentes cellules virtuelles constituées de 120 ((a) à (e)) ou 300 fibres (f) équivalentes vis-à-vis des descripteurs et en accord avec le milieu réel d'étude ; Courbes résultats des essais élémentaires (à l'exception des essais dans le sens des fibres) sur ces cellules avec (g) les résultats de tractions transverses aux fibres, (h) cisaillements dans le plan transverse, (i) cisaillements hors-plan et (j) tractions hydrostatiques.	200
4.34	Illustration de la construction des surfaces de charge à partir de chemins de chargement dans le plan des contraintes (Σ_a, Σ_b) (d'après [Iltchev, 2014]).	205
4.35	Comparaison entre calculs en champs complets et LHE. En traits pleins, les résultats des calculs en champs complets et en pointillé les courbes associées à la LHE (linéaire élastique).	206
4.36	Comparaison entre calculs en champs complets et LHE. En traits pleins, les résultats des calculs en champs complets et en pointillé les courbes associées à la LHE.	208
4.37	Comparaison entre calculs en champs complets (traits pleins) et LHE (pointillé). (a) Traction et compression hydrostatiques (TH et CH) ; (b) Calculs de traction bi-axiale dans le plan des contraintes (Σ_{22}, Σ_{33}) et (c) Traction uniaxiale suivant la direction 2 à différentes vitesses.	209
4.38	Comparaison entre calculs en champs complets (traits pleins) et LHE (pointillé). (a) Compression uniaxiale transverse (CU2) ; (b) Calculs de chargements mixtes traction et cisaillement transverses (plan des contraintes (Σ_{22}, τ_{23})) ; (c) Chargements de traction uniaxiale transverse (TU2) pour différentes vitesses de déformation macroscopique imposée.	210
4.39	(a) Surfaces de charge pour différentes valeurs de p et (b) surfaces de densité de travail viscoplastique W_p dans le plan des contraintes (Σ_{22}, Σ_{33}).	211
4.40	(a) Surfaces de charge pour différentes valeurs de p et (b) surfaces de densité de travail viscoplastique W_p dans le plan des contraintes (Σ_{11}, Σ_{22}).	212
4.41	(a) Surfaces de charge pour différentes valeurs de p et (b) surfaces de densité de travail viscoplastique W_p dans le plan des contraintes (Σ_{22}, τ_{23}).	212
4.42	Essai brésilien : maillage du huitième de l'éprouvette cylindrique et du plateau de compression.	214
4.43	Courbes de la force (F) en fonction du déplacement imposé par la traverse (en trait plein, avec la LHE et en pointillé, avec un comportement linéaire élastique isotrope transverse uniquement).	214
4.44	(a) Maillage de la structure à l'état initial, la zone d'intérêt pour la relocalisation est mise en évidence ; de (b) à (c) cartographies des isovaleurs de contraintes σ_{11} , σ_{22} et σ_{33} , respectivement, dans le plan (2,3) au centre du barreau et pour un déplacement traverse de 0,22 mm.	215
4.45	Courbes des différentes contraintes calculées au cœur du barreau.	216
4.46	Cartographies des isovaleurs de fraction volumique de vide (f) dans la zone d'intérêt au cours de la compression diamétrale : pour les déplacements traverse de (a) 0,05 (b) 0,15 (c) 0,2 et (d) 0,23 mm. Les éléments dont la variable interne f est supérieure à 20% ne sont pas représentés.	217

4.47	Observation en tomographie aux rayons X au cœur du barreau d'une macro fissure, apparue au pic de force de l'essai en fin de phase 2 (d'après [Cayzac, 2014]).	217
4.48	Courbes de la force (F) et de la surface des éléments dont la fraction volumique de vide atteint 20% en fonction du déplacement imposé par la traverse. Les instants annotés ① à ④ correspondent aux cartographies en figure 4.46.	218
4.49	Courbes de la contrainte nominale normalisée et de la propagation de fissure normalisée (R_f) en fonction de la déformation nominale d'un barreau de PA6-FV en compression diamétrale (d'après [Cayzac, 2014]).	218
4.50	Maillage de l'éprouvette de traction.	219
4.51	Illustration des différents groupes d'éléments (couleurs) pour modéliser les plis du stratifié $[-45/45/-45/45]_S$	219
4.52	Courbes de la contrainte nominale $\left(\frac{F}{S_0}\right)$ en fonction des déformations $\left(\frac{\Delta l}{l_0}\right)$ longitudinale et transverse sur éprouvettes rectangulaires en fonction du stratifié considéré. . .	220
4.53	Contraintes au cœur de la zone utile de l'éprouvette pour les plis à 45° et -45° en fonction de la déformation longitudinale ϵ	221
4.54	Cartographies des isovaleurs de fraction volumique de vide (f) dans la zone d'intérêt au cours de l'essai de cisaillement plan sur une éprouvette stratifiée à $\pm 45^\circ$: pour des déformations longitudinale de (a) 0,0075 (b) 0,03 (c) 0,055.	222
4.55	Cartographies des isovaleurs de triaxialité (η) dans la matrice de la zone d'intérêt au cours de l'essai de cisaillement plan sur une éprouvette stratifiée à $\pm 45^\circ$: pour des déformations longitudinale de (a) 0,0075 (b) 0,03 (c) 0,055.	222
A.1	Illustrations des descripteurs morphologiques. 1 ^{ère} colonne : microstructures considérées; densité de probabilité et fonction de distribution cumulative (FDC) de la distance des 1 ^{ères} fibres voisines (2 ^{ème} colonne), des orientations des fibres voisines (3 ^{ème} colonne) et des aires des polygones de Voronoï (4 ^{ème} colonne); 5 ^{ème} colonne : fonction de distribution radiale.	232
A.2	Illustrations des descripteurs morphologiques. 1 ^{ère} colonne : microstructures considérées; 2 ^{ème} colonne : fonction de Ripley \hat{K} ; 3 ^{ème} colonne : estimateur de Ripley \hat{L} ; 4 ^{ème} colonne : covariogramme 3D; 5 ^{ème} colonne : covariogramme 2D (vue de haut de la fonction 3D) et 6 ^{ème} colonne : courbes de la covariance dans 4 directions (①-④ illustrées par des flèches).	233
A.3	Comparaison des descripteurs morphologiques des microstructures réelle et digitale. 1 ^{ère} ligne, de gauche à droite : représentation de la microstructure, densité de probabilité et fonction de distribution cumulative (FDC) des rayons des différents disques, des distances des premiers voisins, des orientations des premiers voisins de chaque fibre et des aires des polygones de Voronoï; 2 ^{ème} ligne : covariogrammes 2D, courbes de la covariance dans quatre directions différentes (de ① à ④), fonctions de Ripley \hat{K} et fonctions de distribution radiale g	234

Liste des tableaux

Première partie Matrice thermoplastique PA11 – de la caractérisation expérimentale à la modélisation numérique

1.1	Structures et morphologies des thermoplastiques semi-cristallins : ordres de grandeurs, d'après [G'Sell et Haudin, 1995, Haudin, 2008].	8
1.2	Valeurs de déformation $\left(\varepsilon = \frac{\Delta l}{l_0}\right)$, rapport déformation sur déformation à rupture $\left(\frac{\varepsilon}{\varepsilon_R}\right)$, Notch Opening Displacement (NOD = $\delta - \delta_0$) et Radial Logarithmic Strain (RLS = $\ln\left(\frac{a_0}{a}\right)$) au cours de l'essai monotone. La déformation à rupture est $\varepsilon_R = 0,125$. Les valeurs sont choisies sur les courbes bleu de la figure 1.11(a) and (b).	27
1.3	Indices des scans de tomographie pris <i>in situ</i> au long de l'essai de traction avec les valeurs correspondantes de la déformation $\left(\varepsilon = \frac{\Delta l}{l_0}\right)$, rapport de la déformation sur la déformation à rupture $\left(\frac{\varepsilon}{\varepsilon_R}\right)$, Notch Opening Displacement (NOD = $\delta - \delta_0$) et Radial Logarithmic Strain (RLS = $\ln\left(\frac{a_0}{a}\right)$). La déformation à rupture est $\varepsilon_R = 0,10$. Les valeurs sont prises sur les courbes bleu des figures 1.17(c) and (d) (plus de paliers ont été réalisés avec cette éprouvette plutôt qu'avec celui correspondant à la courbe claire sur la même figure).	35
2.1	Paramètres élastiques E et ν de la matrice PA11.	78
2.2	Paramètres visco-plastiques R_0 , Q , b , A , B , n et K	80
2.3	Paramètres d'endommagement q_1 et q_2	83

Seconde partie Composite unidirectionnel PA11-FV – modélisation multi-échelle

3.1	Temps de calcul (CPU) pour 10 réalisations avec 10, 50 ou 100 disques de mêmes rayons et pour des fractions volumiques de 50 et 70%.	144
3.2	Paramètres élastiques E et ν des fibres de verre.	151
3.3	Coefficients d'orthotropie du matériau composite FV-PA11 calculés par homogénéisation numérique en élasticité linéaire sur une cellule aléatoire morphologiquement représentative de 56 fibres.	153
3.4	Erreurs relatives calculées sur chacun des coefficients d'orthotropie de la cellule aléatoire de 56 fibres et nombre de réalisations nécessaires sur des cellules de même nombre de fibres pour atteindre des erreurs relatives $\epsilon_{rela} = 5\%$, 2% et 1%	154

Liste des tableaux

3.5	Coefficients d'orthotropie du matériau composite FV-PA11 calculés par homogénéisation numérique en élasticité linéaire avec une erreur relative maximale de 5% sur les grandeurs effectives.	160
3.6	Coefficients d'isotropie transverse du matériau composite FV-PA11 calculés par homogénéisation numérique en élasticité linéaire sur un arrangement idéalisé hexagonal.	161
3.7	Valeurs déterminées par homogénéisation numérique (cellules aléatoire ou à motif hexagonal), par schéma auto-cohérent généralisé (ACG) et résultats analytiques (expressions données en annexe C) des coefficients d'isotropie transverse du matériau composite FV-PA11.	162
4.1	Paramètres élastiques de la LHE.	206
4.2	Paramètres de la LHE relatifs au critère de Green modifié.	207
4.3	Paramètres de la LHE relatifs à l'écroutissage et à la loi de Norton.	207

Liste des abréviations et notations

Abréviations

DMTA	Analyse thermomécanique dynamique (Dynamic Mechanical Thermal Analysis)
DSC	Analyse calorimétrique différentielle à balayage (Differential Scanning Calorimetry)
EF	Éléments Finis
FDC	Fonction de Distribution Cumulative
FFT	Fast Fourier Transform (Transformation de Fourier rapide)
GTN	(modèle) Gurson-Tvergaard-Needleman
GVAR	(modèle) Gurson variationnel
iPP	Polypropylène isotactique
IPSLT	Incoherent Polarized Steady-Light Transport
LHE	Loi (de comportement) Homogène Équivalente
MEB	Microscope électronique à balayage
MEF	Méthode des éléments finis
MET	Microscope électronique à transmission
MHE	Milieu Homogène Équivalent
NOD	Notch Opening Displacement (ouverture d'entaille)
PA	Polyamide
PE	Polyéthylène
PEHD	Polyéthylène haute densité
PEKK	Poly-Ether-Ketone-Ketone
PET	Polytéréphtalate d'éthylène (ou polyéthylène téréphtalate)
PMMA	Polyméthacrylate de méthyle (Polymethyl Methacrylate)
POM	Polyoxyméthylène
PP	Polypropylène
PS	Polystyrène
PVC	Polychlorure de vinyle
PVF2	Polyfluorure de vinylidène
RLS	Radial Logarithmic Strain (réduction diamétrale)
ROI	Region Of Interest
SAXS	Small-Angle X-ray Scanning
SRCT	Synchrotron Radiation Computed Tomography
VER	Volume Élémentaire Représentatif (RVE ou REV en anglais)
VOI	Volume Of Interest
WAXS	Wide-Angle X-ray Scanning

Notations

\dot{A}	Dérivée temporelle de A
ϵ_{abs}	Erreur absolue
ϵ_{rela}	Erreur relative
η	Taux de triaxialité
$\langle \cdot \rangle$	Moyenne volumique

Liste des abréviations et notations

σ_{eq}	Contrainte équivalente (ou effective) de von Mises
σ_m	Contrainte moyenne ou pression hydrostatique
$\underline{\underline{\sigma}}^d$	Déviateur du tenseur des contraintes
$\underline{\underline{A}}, A_{ij}$	Tenseur d'ordre 2
$\underline{\underline{A}}, A_{ijkl}$	Tenseur d'ordre 4
\underline{A}, A_k	Vecteur
A	Scalaire
:	Produit doublement contracté de tenseurs
:=	Définition
$\underline{\underline{\Sigma}}$	Tenseur des contraintes macroscopiques
$\underline{\underline{\sigma}}$	Tenseur des contraintes microscopiques
$\underline{\underline{\varepsilon}}$	Tenseur des déformations microscopiques
$\underline{\underline{E}}$	Tenseur des déformations macroscopiques

Introduction générale

Contexte de l'étude

L'allègement des structures dans le domaine des transports est une préoccupation de l'industrie moderne. En effet, une perte de masse se traduit immédiatement par une réduction de la consommation de carburant et des rejets de gaz polluants. Les composites à fibres et matrices polymères sont, pour de nombreuses applications, de bons candidats pour atteindre ce but en se substituant à certains alliages métalliques. Naturellement, le bon dimensionnement des pièces structurelles est primordial pour assurer cette transition ou développer de nouveaux marchés. Utiliser ces matériaux à leur plein potentiel se révèle être un enjeu majeur. Cela consiste à repenser les géométries de pièces telles qu'à présent permises par les méthodes de mise en forme spécifiques ou encore, diminuer les facteurs de sécurité.

Cette substitution de matériaux peut se doubler d'une transition technologique numérique. En effet, les campagnes expérimentales fastidieuses sont de plus en plus réduites au profit d'une utilisation toujours plus importante de la modélisation numérique. Désormais, les essais sont moins nombreux mais plus riches en information, les géométries d'éprouvettes sont plus complexes, les instrumentations sont multiples : non-destructives, surfaciques voire volumiques. Dans ce contexte, les modèles numériques doivent aussi s'enrichir. Ils sont tenus de répondre aux observations réalisées, de permettre des calculs de structures fiables, d'identifier et de prévoir les mécanismes de déformations du matériau.

La démarche numérique s'oriente vers le *Virtual Testing* [Ostergaard *et al.*, 2011, LLorca *et al.*, 2011, Lopes *et al.*, 2016, González *et al.*, 2017]. Cette stratégie consiste à faire dialoguer modélisation et essais. Effectivement, il ne s'agit pas seulement de pouvoir simuler virtuellement une structure complète sous n'importe quelle sollicitation mécanique mais bien de pouvoir préparer des campagnes expérimentales appropriées où géométries d'éprouvettes et sollicitations sont optimisées. Une telle démarche polyvalente permet d'introduire plus aisément de nouveaux matériaux par la réduction des essais expérimentaux onéreux.

Parmi les matériaux composites à matrice polymère, les composites à renforts unidirectionnels (UD) ont depuis toujours apporté la performance requise pour des applications structurelles. Ils présentent une faible densité et d'excellentes propriétés mécaniques en matière de rigidité, résistance et ténacité. Ce sont autant d'atouts déterminants notamment dans le domaine des transports. Néanmoins, et au delà du coût souvent élevé, quelques verrous technologiques limitent encore une utilisation plus large de ces matériaux. Les différents constituants et leur assemblage confèrent au matériau UD des propriétés et des mécanismes de déformation spécifiques qui conditionnent ensuite les propriétés des structures composites. D'une manière simple, le schéma de la figure 1 illustre les différentes échelles qui peuvent être considérées : de la microstructure à celle d'une structure complexe.

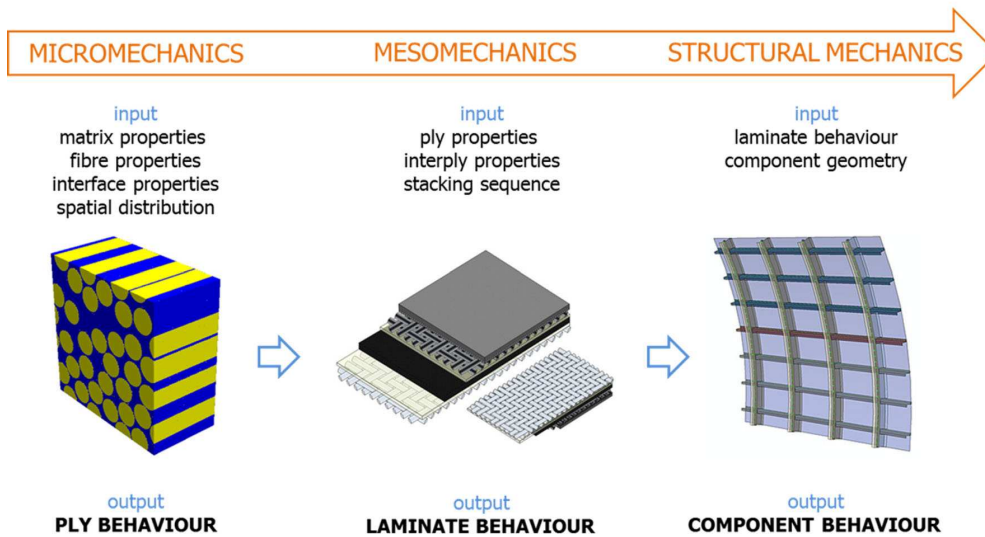


FIGURE 1 – Schéma de la stratégie de simulation multi-échelle “local-to-global” pour les matériaux composites unidirectionnels (d’après [Lopes et al., 2016]).

Malgré plus d’une soixantaine d’années d’utilisation, le développement d’une démarche numérique et expérimentale adaptée aux spécificités des matériaux composites UD reste, à ce jour, un vrai défi tant industriel qu’académique. La recherche académique a précédé et contribué à cette évolution technologique générale en abordant de manière considérable, ces dernières années, plusieurs thématiques relatives aux composites, aux modélisations ou aux essais expérimentaux. La figure 2 recense le nombre de publications associant (par les mots-clés) les composites aux modélisations multi-échelles, au *virtual testing* ou encore au développement de nouvelles méthodes expérimentales de mesures volumiques et non-destructives (telles que la tomographie aux rayons X). Ces histogrammes montrent que ces sujets sont véritablement en plein essor au niveau académique depuis plusieurs années. Tous ces travaux de recherche alimentent un réel besoin industriel qui ne fait que croître.

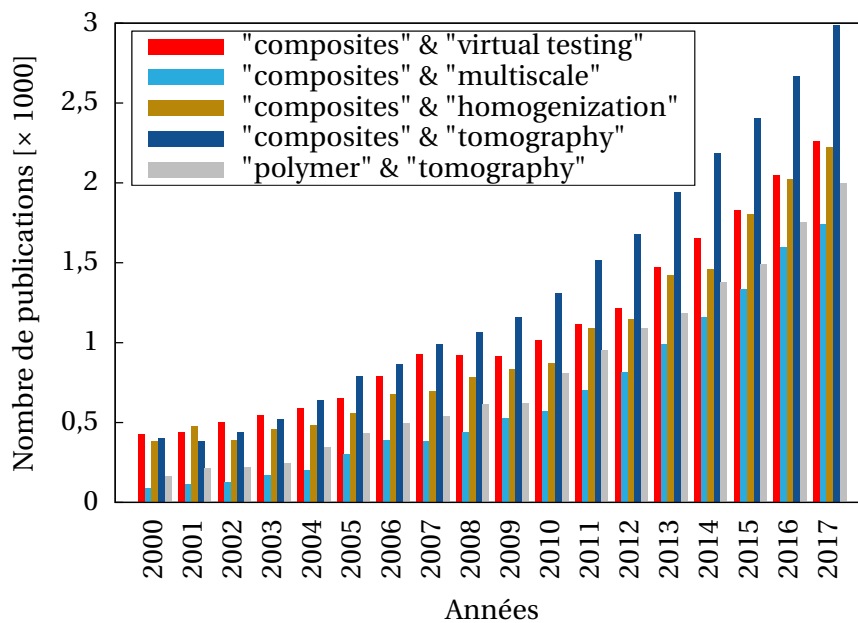


FIGURE 2 – Bibliométrie portant sur les matériaux composites ou polymères associés à d’autres mots-clés dans les revues scientifiques disponibles sur ScienceDirect depuis 2000.

Objectifs et plan du manuscrit

Le travail de thèse présenté ci-après s'inscrit dans une démarche multi-échelle. Il s'agit de caractériser un matériau composite à matrice thermoplastique à l'échelle de ses constituants dans le but de pouvoir réaliser *in fine* des calculs de structure. Une attention particulière est portée d'une part sur la matrice thermoplastique qui, contrairement aux résines thermodurcissables, est très sensible à la pression hydrostatique, puis d'autre part, à la prise en compte du caractère aléatoire de la microstructure du matériau composite. Les propriétés transverses de l'assemblage sont au cœur de l'étude puisqu'elles affectent particulièrement les transferts de charge entre fibres et conditionnent, de ce fait, la durabilité du matériau composite. La section transverse du composite est le siège des premiers endommagements sous chargement complexes et multi-axiaux.

Ce manuscrit s'articule en deux parties, chacune constituée de deux chapitres. La première est consacrée au polymère thermoplastique PA11 tandis que la seconde est consacrée aux calculs micromécaniques d'un composite à matrice thermoplastique PA11 et à renfort unidirectionnel de fibres de verre. Chaque chapitre est introduit par une revue bibliographique relative au sujet étudié et achevé par des conclusions partielles.

Le premier chapitre présente une étude expérimentale de l'observation des mécanismes de déformation associés au PA11. Une campagne d'essais de traction monotone sur éprouvettes axisymétriques entaillées est menée. Un suivi *in situ* par la méthode de la microtomographie aux rayons X donne accès à des résultats très riches, mettant en évidence des mécanismes de cavitation au cœur de l'échantillon.

Le deuxième chapitre entend mettre à profit les résultats des travaux expérimentaux afin de proposer une modélisation pertinente du PA11 étudié. Un modèle poro-viscoplastique est calibré et permet de rendre compte des mécanismes de déformation du matériau et aussi de l'évolution de la porosité.

Le troisième chapitre est quant à lui consacré aux matériaux composites, en particulier à matrice thermoplastique PA11 et renforts unidirectionnels de fibres de verre. En vue d'une modélisation numérique, la représentation du caractère aléatoire de la microstructure est abordée. Les premiers calculs, dits micromécaniques, permettent de déterminer les propriétés mécaniques du composite UD en élasticité linéaire.

Enfin, le quatrième et dernier chapitre étend la modélisation précédente au régime non-linéaire. Les calculs micromécaniques permettent d'accéder aux mécanismes de déformation et aux grandeurs locales des composites sous sollicitations mécaniques. Une démarche de changement d'échelle est proposée afin de réaliser des calculs de structure et de pouvoir malgré tout revenir à des grandeurs locales, capitales pour la germination des phénomènes d'endommagement dans le composite.

Matrice thermoplastique PA11 – de la caractérisation expérimentale à la modélisation numérique

La première partie de ce travail est consacrée à l'étude du polymère thermoplastique PA11. Celui-ci constituera la matrice du matériau composite, au cœur de la seconde partie de ce manuscrit. Dans un premier temps, une étude expérimentale permet de mettre en évidence le mécanisme principal de déformation associé à ce polymère lorsqu'il est soumis à des contraintes triaxiales : il s'agit de la cavitation. L'évolution de la microstructure est observée et analysée par, notamment, une campagne d'essais mécaniques suivis in situ en microtomographie aux rayons X. Dans un second temps, la compréhension de ces phénomènes permet d'établir et de calibrer un modèle numérique poro-viscoplastique adapté où la fraction volumique de vide constitue une variable interne.

Sommaire

Chapitre 1	La matrice thermoplastique PA11 – étude expérimentale	7
1.1	Éléments bibliographiques	7
1.2	Démarche d'étude et matériau considéré	21
1.3	Le PA11 : comportement mécanique et mise en évidence de la cavitation	25
1.4	Suivi <i>in situ</i> par tomographie aux rayons X d'un essai de traction	29
1.5	Conclusions partielles	61
Chapitre 2	La matrice thermoplastique PA11 – étude numérique	65
2.1	Modèle Gurson-Tvergaard-Needleman (GTN)	65
2.2	Identification des coefficients du modèle	75
2.3	Comparaison des résultats expérimentaux et numériques	87
2.4	Perspectives – vers une prise en compte de l'anisotropie des cavités : le modèle GVAR .	96
2.5	Conclusions partielles	103

La matrice thermoplastique PA11 – étude expérimentale

1.1 Éléments bibliographiques

1.1.1 Les polymères semi-cristallins

1.1.1.A Généralités sur les polymères

Un polymère est une macromolécule obtenue par la répétition d'une unité constitutive (ou unité de répétition) comportant un groupe d'atomes liés par des liaisons covalentes. Il existe à ce titre les homopolymères et les copolymères dont les chaînes comportent une seule unité constitutive ou plusieurs, respectivement. Aussi, l'architecture des chaînes et leur formulation confèrent à ces matériaux des propriétés mécaniques et chimiques spécifiques (tout comme leur mise en œuvre et les conditions d'utilisation). Les polymères se classent dans différentes familles selon divers critères non excluants. Ainsi, si l'on considère l'origine, il existe des polymères naturels, synthétiques ou artificiels. Si toutefois les propriétés sont examinées, il existe les thermodurcissables, les élastomères ou les thermoplastiques [Haudin, 2008]. C'est cette dernière catégorie qui va nous intéresser dans ce qui suit.

Les polymères thermoplastiques présentent une architecture linéaire ou ramifiée. Les chaînes sont liées par des liaisons secondaires électrostatiques (de type Van der Waals) ou dipolaires (hydrogène). Ces liaisons dites faibles permettent par chauffage une fluidité suffisante du polymère pour sa mise en forme sans altération de sa structure chimique. Cette propriété permet de transformer plusieurs fois les thermoplastiques (et donc de les recycler) mais des phénomènes de dégradation ne permettent pas de le faire indéfiniment. Parmi les plus courants, on peut citer le PE, le PP, le PS, le PVC, le PET ou les polyamides.

Les thermoplastiques peuvent aussi être totalement amorphes (sans organisation particulière des chaînes) ou semi-cristallins (les chaînes sont plus ou moins ordonnées et forment des zones cristallines dispersées dans la matrice amorphe). Notons que l'ordre ne peut être total dans un polymère (du fait des extrémités de chaînes ou du moindre défaut ou irrégularité dans l'enchaînement des motifs), il n'est jamais entièrement cristallisé et est au mieux semi-cristallin [Haudin, 2008].

1.1.1.B Organisation microstructurale des polymères semi-cristallins

La morphologie des thermoplastiques semi-cristallins, c'est-à-dire l'arrangement entre ses phases cristallines ou non cristallines et amorphes, est complexe et s'évalue à plusieurs échelles. Le tableau 1.1 introduit les structures et leurs dimensions respectives.

La cristallisation à partir de l'état fondu favorise les cristaux lamellaires et l'organisation la plus courante de ces derniers (lors d'une cristallisation statique) se trouve être les sphérolites. Les lamelles croissent de manière radiale à partir d'un centre. En trois dimensions, le sphérolite est sphérique (ou ellipsoïdal) mais son enveloppe devient polyédrique lorsqu'il est en contact avec d'autres. La direction de croissance correspond à une direction cristallographique particulière, les cristaux polymères sont fortement anisotropes et l'organisation de ces mêmes cristaux au sein du sphérolite

lui confèrent des propriétés optiques spécifiques, il est biréfringent : observé au microscope optique entre polariseur et analyseur croisé, il présente une extinction en forme de croix de Malte selon les axes du polariseur et de l'analyseur [G'Sell et Haudin, 1995, Haudin, 2008]. La taille et la morphologie de ces sphérolites dépendent fortement de la mise en forme du matériau. Sur une pièce injectée par exemple, un effet cœur-peau peut être visible : les sphérolites en cœur seront plus gros que ceux de peau (avec le gradient thermique, ils ont plus de temps pour se développer à cœur).

TABLEAU 1.1 – Structures et morphologies des thermoplastiques semi-cristallins : ordres de grandeurs, d'après [G'Sell et Haudin, 1995, Haudin, 2008].

Ordres de grandeurs	État cristallin	État amorphe
0,1 nm	liaison dans la chaîne	liaison dans la chaîne
0,1 nm – 2 nm	maille cristalline	∅
10 nm	épaisseur des cristaux	rayon des pelotes statistiques
1 μm – 1 mm	rayon des sphérolites	∅

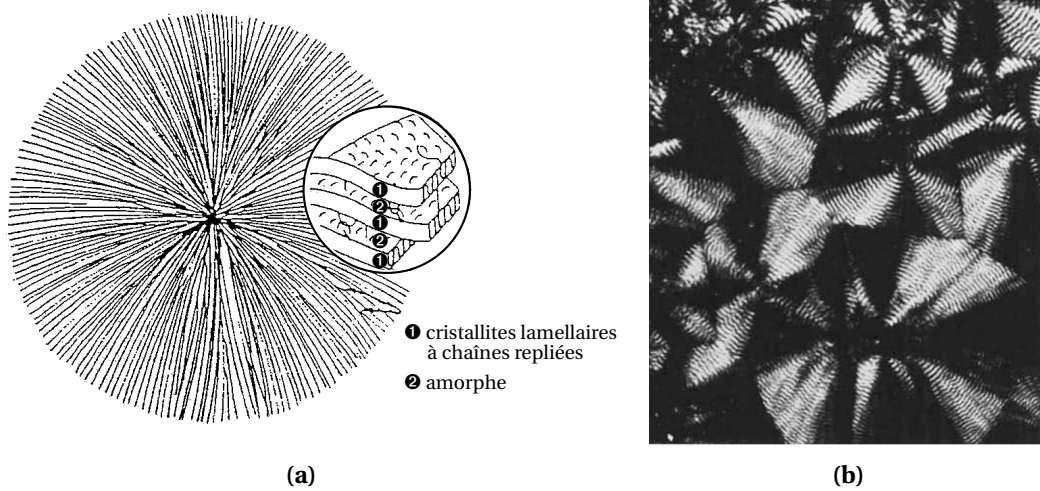


FIGURE 1.1 – (a) Schéma 2D d'un sphérolite constitué d'un arrangement de lamelles cristallines, d'après [Haudin, 2008]; (b) Sphérolites du PA11 (biréfringents négatifs) observés par Magill et laissant apparaître la croix de Malte, d'après [Magill, 1969].

1.1.1.C Caractéristiques des polymères semi-cristallins

\overline{M}_n et \overline{M}_w : les masses moléculaires moyennes en nombre et en poids Les polymères synthétiques sont constitués de chaînes qui peuvent être de longueurs très différentes. En pratique, on se limite aux données des masses moléculaires moyennes en nombre et en poids calculées suivant les formules 1.1.

$$\overline{M}_n = \frac{\sum_i N_i M_i}{\sum_i N_i} \qquad \overline{M}_w = \frac{\sum_i N_i M_i^2}{\sum_i N_i M_i} \qquad (1.1)$$

où N_i est le nombre de macromolécules de l'espèce i , $M_i = iM_0$ est la masse moléculaire d'une macromolécule de l'espèce i avec M_0 la masse du motif élémentaire. L'espèce i est l'ensemble des macromolécules de degré de polymérisation i .

La détermination expérimentale des masses moléculaires s'effectue le plus souvent avec une technique de fractionnement par volume hydrodynamique, par spectrométrie de masse ou par une méthode de diffusion statique de la lumière.

χ_C : le taux de cristallinité Les relations 1.2 donnent les valeurs du taux de cristallinité en masse (χ_C) et en volume (ν_C) qui permettent de quantifier la proportion de phase cristalline dans un échantillon donné.

$$\chi_C = \frac{M_C}{M} \qquad \nu_C = \frac{V_C}{V} \qquad (1.2)$$

où M_C et V_C (M et V) sont la masse et le volume de la phase cristalline (de tout l'échantillon, respectivement).

L'étude des aires du diagramme de diffraction par rayons X par la méthode empirique de Hermans et Weidinger [Hermans et Weidinger, 1961], les mesures de densité ou l'analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC de l'anglais : Differential Scanning Calorimetry) sont des méthodes permettant de déterminer les valeurs de taux de cristallinité [G'Sell et Haudin, 1995].

L_p : la longue période Dans le polymère semi-cristallin, il est admis que les lamelles cristallines et zones amorphes sont empilées par alternance avec une certaine périodicité. La longue période, notée L_p , est donc l'épaisseur de cet arrangement et s'exprime comme la somme des épaisseurs d'une lamelle cristalline (l_c) et d'une zone amorphe (l_a).

La diffusion des rayons X aux petits angles (SAXS) permet la mise en exergue de cet empilement et de mesurer L_p . Le suivi de l'évolution de la longue période au cours d'un essai mécanique renseigne sur les mécanismes de déformation de la microstructure (notamment pour prouver les phénomènes de séparation interlamellaire des lamelles perpendiculaires à l'axe de traction où L_p augmente de manière significative) [Haudin et G'Sell, 1995, Jolly, 2000].

T_g : la température de transition vitreuse La liberté de mouvement des chaînes de la phase amorphe dépend de la température : le polymère présente alors plusieurs régimes séparés par des zones de transition. La température de transition vitreuse (notée T_g) est très importante du point de vue mécanique. Bien qu'en réalité il s'agisse d'une plage de températures, en pratique on se limite à la donnée de T_g . En deçà de la température de transition vitreuse, les macromolécules de la phase amorphe présentent une faible mobilité, les modules sont élevés : le polymère est à l'état vitreux. Au delà de T_g , l'agitation thermique est suffisante pour permettre les mouvements internes de la phase amorphe, les modules sont plus faibles : le polymère est dans son état caoutchoutique. Notons qu'il existe ensuite une température de fusion des zones cristallines (notée T_m) à partir de laquelle le polymère, alors visqueux, est dans son état fluide.

Les différentes températures caractéristiques du polymère peuvent être déterminées par des méthodes expérimentales telles que la DSC, la DMTA (de l'anglais : Dynamic Mechanical Thermal Analysis) ou encore par dilatométrie.

1.1.2 Mécanismes d'endommagement dans les polymères semi-cristallins

1.1.2.A Des phénomènes à plusieurs échelles

Le matériau présentant différentes échelles d'observation (de la chaîne macromoléculaire à l'échantillon massif) et morphologies (phases amorphe et cristalline, épaisseurs des cristaux, degré de cristallinité, arrangement des phases cristallines...), il y a un nombre considérable de mécanismes de déformation qui peuvent se manifester à ces mêmes échelles lors d'une sollicitation mécanique. À cet effet, le lecteur est invité à lire les références [Haudin et G'Sell, 1995, Schirrer, 1995, G'sell et Dahoun, 1994] ou encore les travaux de thèse [Scodellaro, 2001, Lefèbre, 2002, Blaise,

2011, Chaudemanche, 2013] notamment pour leurs parties bibliographiques très riches.

Il est admis que les phénomènes principaux d'endommagement des polymères semi-cristallins sont dus aux mécanismes – éventuellement combinés – de crazing [Friedrich, 1983, Plummer *et al.*, 1994, Schirrer, 1995], de germination, de croissance (voire de coalescence) de cavités [Humbert *et al.*, 2010, Redakci *et al.*, 2011, Pawlak *et al.*, 2014] et de développement de bandes de cisaillement [Friedrich, 1983, G'sell, 1995, Molinari et G'sell, 1995]. À première vue cela peut sembler contradictoire mais ces phénomènes d'endommagement sont aussi responsables de la tenacité des polymères. En effet, une grande énergie est dissipée par ces phénomènes et leur permettent d'atteindre des déformations importantes.

Une attention plus particulière est portée sur des phénomènes de cavitation – germination et croissance de vides, de cavités, à l'intérieur d'un matériau lors de sa déformation – susceptibles d'être observés par les méthodes expérimentales utilisées dans cette étude. La cavitation est mise en évidence la plupart du temps, de manière macroscopique, par un blanchiment – d'abord localisé et visible en surface – de l'échantillon pendant l'essai mécanique qui atteste des changements de l'organisation microstructurale du matériau. D'autres moyens d'observation ont été mis à profit pour étudier la cavitation dans les polymères et feront l'objet de la partie suivante 1.1.2.C. Les phénomènes à l'origine de la cavitation sont discutés ici à travers la littérature, d'ailleurs toujours très clivée à ce sujet et pour cause : ils dépendent fortement du polymère considéré et de sa microstructure, bien sûr de la température d'essai (notamment par rapport à sa température de transition vitreuse) et de la sollicitation imposée (traction uniaxiale ou multiaxiale). Les échelles du cristal ou même des lamelles cristallines sont très fines et ne sauraient être discutées à la lumière des résultats obtenus. La résolution de la tomographie aux rayons X utilisée en partie 1.4 est de l'ordre du micron, l'évolution des cavités (à partir du seuil de leur détection) sera au cœur de l'étude.

1.1.2.B La cavitation

Les phénomènes de cavitation ont fait l'objet de plusieurs travaux [Haudin et G'Sell, 1995, Redakci *et al.*, 2011, Pawlak *et al.*, 2014] et de nombreuses publications. Les cavités ne présentent pas de structure interne et ne peuvent donc pas transférer les charges au sein du matériau. C'est notamment ce qui les différencie des crazes (voir l'encadré ci-après 1.1.2.B).

Terminologie Commençons par préciser quelques termes. La cavitation se manifeste expérimentalement par des cavités, pores, vides (ou voids en anglais) dans le polymère selon l'échelle et la technique d'observation. Ces objets sont observables, identifiables et dénombrables. Ils peuvent préexister dans la microstructure initiale (conséquence de la mise en œuvre) ou apparaître en cours de déformation (il s'agit alors de germination) et évoluer (croissance puis éventuellement coalescence). Les cavités apparaissent sous des morphologies différentes et évolutives (soucoupe, cigare, sphère...). La porosité ou taux de porosité (ou encore fraction volumique de vide) quantifie la proportion de ces vides dans un volume donné. La porosité est donc indissociable du volume considéré, appelé ROI (ou VOI) de l'anglais Region (Volume) Of Interest. C'est une donnée quantitative à déterminer.

Les cavités constituent un endommagement physique par opposition à l'endommagement mécanique synonyme de l'effondrement du module. Aussi, les notions de dommage ou endommagement (damage en anglais) sont généralement relatives à la modélisation. La réduction de surface portante par la cavitation peut être considérée comme une dégradation du matériau et se traduit par l'endommagement en modélisation. L'endommagement peut alors être considéré comme une variable mécanique interne qu'il faut calculer et est relative à un volume défini. Le terme d'endommagement (mécanique) a une connotation péjorative car le module chute alors que la cavitation est une manière donnée à un matériau de se déformer en changeant de volume. Ce qui

permet d'ailleurs à un matériau polymère d'atteindre des déformations sphériques et de cisaillement très importantes tout en conservant de bonnes propriétés mécaniques et justifie sa large utilisation dans l'industrie.

Facteurs influents La cavitation n'est observée que dans le cas où le polymère est soumis à un état de contrainte de traction multiaxiale (pression hydrostatique positive) et n'est déclenchée ni en compression multiaxiale, ni en cisaillement. Pawlak *et al.* [Pawlak et Galeski, 2005] ont démontré que parmi les polymères testés, la cavitation se développait dans certains en traction multiaxiale alors qu'aucun d'eux ne déclenchaient ce phénomène en compression multiaxiale [Pawlak et Galeski, 2005, Bartczak et Kozanecki, 2005]. La triaxialité des contraintes joue un rôle essentiel dans le développement de la porosité, ce qui a été constaté par Addiego *et al.* [Addiego *et al.*, 2010] sur éprouvettes lisses (avec une densité de pores plus importante au cœur de son échantillon) ou étudié en réalisant des essais mécaniques sur éprouvettes axisymétriques entaillées [Castagnet et Debruck, 2007, Laiarinandrasana *et al.*, 2010, Laiarinandrasana *et al.*, 2012, Brusselle-Dupend *et al.*, 2011, Rosenberg *et al.*, 2011]. Cette dernière démarche sera d'ailleurs utilisée et détaillée dans ce travail de thèse. Les cavités apparaissent de manière perpendiculaire à la direction du chargement, dans les zones de plus forte triaxialité et se déforment progressivement pour s'allonger dans la direction de la contrainte principale [Pawlak et Galeski, 2005, Pawlak, 2007, Humbert *et al.*, 2010, Laiarinandrasana *et al.*, 2012, Cayzac *et al.*, 2013, Cayzac, 2014, Laiarinandrasana *et al.*, 2016a, Selles *et al.*, 2016a]. Il est intéressant de noter que la cavitation semble être un phénomène de nature homogène, c'est-à-dire qui ne nécessite pas de germe ou de défaut pour s'initier et exister. En effet, Rozanski *et al.* [Rozanski *et al.*, 2010] montrent que moins il y a d'impuretés dans le matériau (stabilisants ou additifs), plus la cavitation est intense. De même, la microstructure du semi-cristallin joue un rôle considérable, Castagnet et Debruck [Castagnet et Debruck, 2007] montrent qu'un polymère recuit, où la mobilité de sa phase amorphe est diminuée, présente une plus forte cavitation. Enfin, la cavitation dépend de nombreux facteurs tels que la température [Castagnet *et al.*, 2000, Pawlak et Galeski, 2010], la vitesse de déformation [Pawlak et Galeski, 2008], la cristallinité du polymère et la topologie moléculaire [Humbert *et al.*, 2010] ou de sa masse moléculaire [Butler *et al.*, 1998].

Le sphérolite, siège privilégié de la cavitation Dans la majorité des cas, la cavitation s'observe à l'échelle de la structure sphérolitique du polymère, qui est la plus courante, bien que le phénomène ait aussi été observé dans le cas d'une microstructure en lamelles cristallines orientées [Pawlak, 2007]. D'après Thomas *et al.* [Thomas *et al.*, 2007], la cavitation se développe dans les parties amorphes du polymère semi-cristallin que ce soit dans la phase amorphe "libre" (dite inter-sphérolitique, entre les différents sphérolites) ou la phase amorphe "confinée" entre les cristallites des sphérolites (dite intra-sphérolitique). Les mécanismes qui se développent sont les mêmes dans les deux types de phases amorphes, ils sont illustrés dans le cas du sphérolite dans ce qui suit.

Étant de symétrie sphérique, il peut être représenté en deux dimensions comme en figure 1.2(a), plusieurs régions sont différenciées (par rapport à la direction de chargement) : la région polaire (1.2(a-A)), la région diagonale (1.2(a-B)) et la région équatoriale (1.2(a-C)). Ces régions sont sollicitées différemment lors de la déformation du polymère compte-tenu de leur architecture et leur orientation par rapport au chargement [Baltà-Calleja et Peterlin, 1970, Aboulfaraj *et al.*, 1995, Haudin et G'Sell, 1995, Fond et G'sell, 2002]. Notons que le voisinage du sphérolite joue aussi un rôle prépondérant dans sa déformation mais un sphérolite isolé sera considéré pour simplifier le propos.

État de l'art sur les mécanismes principaux de déformation du sphérolite La température régit la mobilité de la phase amorphe, qui peut être dans son état vitreux ou caoutchoutique. C'est ce qui influence grandement les mécanismes de déformation du sphérolite et éventuellement l'apparition de phénomènes de cavitation. Ne sont détaillés dans ce qui suit que les principaux mécanismes qui

apparaissent préférentiellement dans les régions polaire, diagonale ou équatoriale selon différents auteurs et cas de figure.

- ▷ Si la phase amorphe est plus mobile que la phase cristalline – lorsque la température du polymère est supérieure à sa T_g – elle va accommoder la déformation autant que possible. Dans la région équatoriale du sphérolite, la cavitation apparaît alors par la séparation des lamelles cristallines (perpendiculaires à la direction du chargement), l'amorphe confiné intrasphérolitique y subit une contrainte hydrostatique positive [Baltà-Calleja et Peterlin, 1970, Friedrich, 1983, Haudin et G'Sell, 1995, Castagnet *et al.*, 2000, Castagnet et Debruck, 2007]. Cet état de traction quasi-triaxiale – ou “pression négative” d'après [Castagnet et Debruck, 2007] – peut engendrer le phénomène de cavitation, c'est ce qu'illustre le schéma associé à la région (C) en figure 1.2(a).
- ▷ Au contraire, si la température est inférieure à T_g , la phase amorphe est dans son état vitreux et est moins mobile. Les lamelles cristallines de la région polaire sont orientées dans la direction de sollicitation mais les macromolécules qui les constituent y sont perpendiculaires, les liaisons dans la direction de chargement sont faibles : elles vont se fragmenter par leur allongement et compression latérale [Haudin et G'Sell, 1995, Fond et G'sell, 2002] (effet Poisson) et ainsi laisser apparaître des cavités (perpendiculaires au chargement). Le schéma (A) en 1.2(a) représente la fragmentation des phases cristallines, le cliché MEB en figure 1.2(b) illustre le phénomène au sein du sphérolite et l'image issue de tomographie en figure 1.2(c) rend compte de la situation après étirement où les cavités se sont allongées (ce type de porosité compartimentée est appelée “polar-fan”).
- ▷ Dans la région diagonale, les lamelles cristallines et la phase amorphes sont cisailées et vont avoir tendance à s'orienter dans la direction de sollicitation. Il peut y avoir alors glissements cristallographiques [G'sell et Dahoun, 1994, Haudin et G'Sell, 1995], rotation et fragmentation des lamelles [Baltà-Calleja et Peterlin, 1970, Haudin et G'Sell, 1995] et/ou réorientation des macromolécules en structure fibrillaire [Haudin et G'Sell, 1995]. Le schéma (B) en 1.2(a) illustre la déformation des lamelles dans le sphérolite (sans engendrer de cavitation).

Enfin, ajoutons que ces scénarios sont donnés dans le cas d'un sphérolite isolé et soumis à de la traction uniaxiale. Dans la majorité des cas, les sphérolites environnants vont perturber ces situations. Ces mécanismes peuvent aussi se combiner et se dérouler de manière simultanée à une unique température. Preuve en est, les travaux de Selles *et al.* [Selles *et al.*, 2017] ont montré, par la méthode de la nanotomographie, la présence de cavitation dans les régions équatoriale et polaire à la suite d'un essai de traction à température ambiante.

La cavitation : amorçage, chronologie, mécanismes... encore incertains L'instant de l'apparition des premiers signes de la cavitation divise les auteurs [Pawlak *et al.*, 2014], toutes les méthodes expérimentales ayant des limites, il est très difficile de statuer. De toute évidence, la cavitation semble apparaître légèrement avant [Schirrer *et al.*, 1996], au moment exact [Butler *et al.*, 1998] ou quelques instants après [Pawlak et Galeski, 2010] la contrainte maximale du polymère où la courbe de la force mesurée expérimentalement subit un brutal changement de pente.

Il y a un point commun à toutes les théories de la croissance des cavités dans les polymères semi-cristallins : deux natures de phénomènes concomitants – voire en compétition – rentrent en jeu, il s'agit à la fois de la cavitation de la phase amorphe et de la déformation irréversible de la phase cristalline. Lorsque la cavitation apparaît, le champ de contrainte est modifié localement, et la déformation, la plasticité et la fragmentation des phases cristallines environnantes sont amplifiées. D'ailleurs, lorsque la plasticité dans les phases cristallines devient intense au niveau de l'échantillon, le phénomène de striction apparaît. Tout comme la cavitation, ces phénomènes renseignent sur un

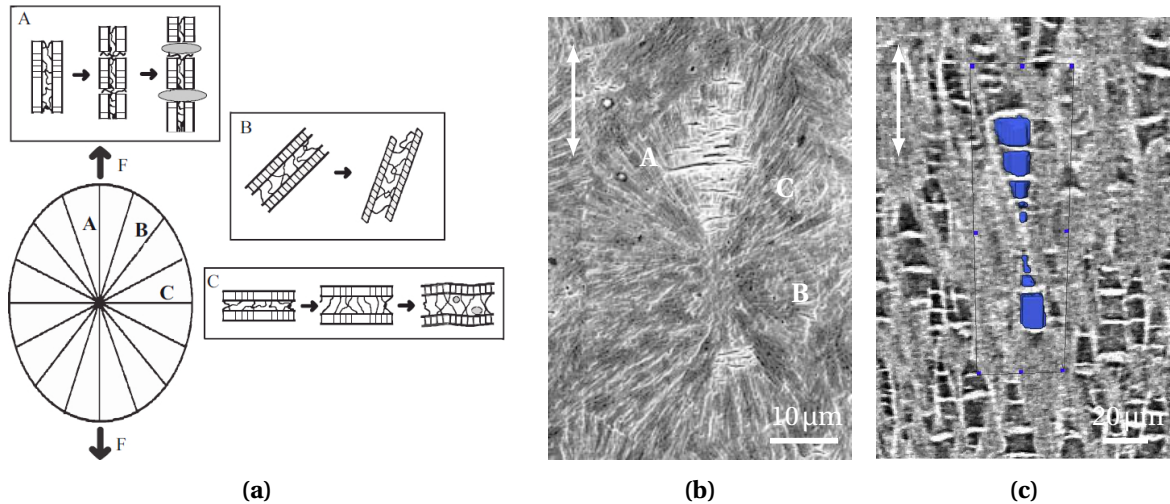


FIGURE 1.2 – (a) Schéma de la déformation sous traction (dans la direction de F) d'un sphérolite avec le détail du développement de la cavitation (A) dans la région polaire, (B) à 45°, région diagonale et (C) la région équatoriale; (b) Observation expérimentale d'un sphérolite déformé de PP où (B) il n'y a pas de cavité dans la région diagonale, (C) peu à l'équateur et (A) des cavités perpendiculaires à l'axe de traction et bien visibles dans la région polaire d'après [Redakczi et al., 2011]; (c) porosité de type "polar-fan" mise en évidence en bleu d'après [Laiarinandrasana et al., 2016a]. Les flèches verticales en (b) et (c) donnent la direction de la sollicitation.

changement microstructural profond du matériau sans en connaître exactement la chronologie. Tous ces résultats et questions en suspens montrent la complexité des phénomènes qui se produisent à de très fines échelles que seules les méthodes non-destructives et instrumentables *in situ* peuvent aider à résoudre. Ces méthodes devront être de plus en plus performantes pour gagner en résolution.

Addendum : Crazing

Un phénomène de cavitation – *i.e.* une contrainte hydrostatique négative (de dilatation) – à l'échelle microscopique est à l'origine du crazing et est initié à partir de défauts de structure du polymère dans sa phase amorphe (impuretés, fluctuation de densité...). Les craquelures ou crazes sont constitués de vacuoles (zones de vide) et de fibrilles (macromolécules en faisceaux, séparant les lèvres du craze) et sont généralement perpendiculaires à la direction de traction, traduisant la fragmentation des cristallites. Elles peuvent mesurer de 10 μm à 1 mm de largeur et de 1 à 10 μm de hauteur sans qu'aucune épaisseur typique ne puisse être donnée. La figure 1.3 illustre la microstructure d'un craze sans fissure. Le crazing est bénéfique pour le matériau puisqu'il emmagasine ainsi une quantité importante d'énergie mécanique, retardant sa rupture [Schirrer, 1995, Zafeiropoulos *et al.*, 2005].

Le crazing est souvent associé aux polymères amorphes [Brown et Kramer, 1981]. Les crazes se différencient donc des vides précédemment évoqués par leur morphologie (présence de fibrilles) et leurs dimensions (plus petites). De plus, leur signature SAXS se dissocie de celle des vides : les motifs obtenus présentent des composantes perpendiculaires [Brown et Kramer, 1981]. Les crazes existent aussi, de fait, dans les polymères semi-cristallins [Brown et Kramer, 1981, Zafeiropoulos *et al.*, 2005]. La cavitation représente le phénomène principal d'endommagement dans ces derniers et sont considérés alors les vides avec une structure

interne (crazes) ou sans (cavités).

Notons aussi, que de toute évidence, les cavités de type “polar-fan” observées par Laiarinandrasana *et al.* [Laiarinandrasana *et al.*, 2010, Laiarinandrasana *et al.*, 2016a, Selles *et al.*, 2016a, Selles *et al.*, 2017] (et illustrées en figure 1.2(c)) ou Farge *et al.* [Farge *et al.*, 2013b] ne sont pas des crazes puisqu’elles sont alignées dans la direction de sollicitation de l’éprouvette et leurs dimensions peuvent être bien supérieures (plusieurs millimètres). Dans de nombreux cas aussi, la résolution ne permet pas, expérimentalement, de mettre en évidence la présence des fibrilles [Cheng *et al.*, 2016], les termes cavité ou craze seront utilisés sans distinction.

Enfin, insistons sur le fait que le crazing est un phénomène de cavitation mais que tout phénomène de cavitation ne donne pas nécessairement des crazes ou craquelures (même si en descendant à des échelles d’observation toujours plus petites, il serait possible de trouver des fibrilles entre les lèvres d’une cavité).

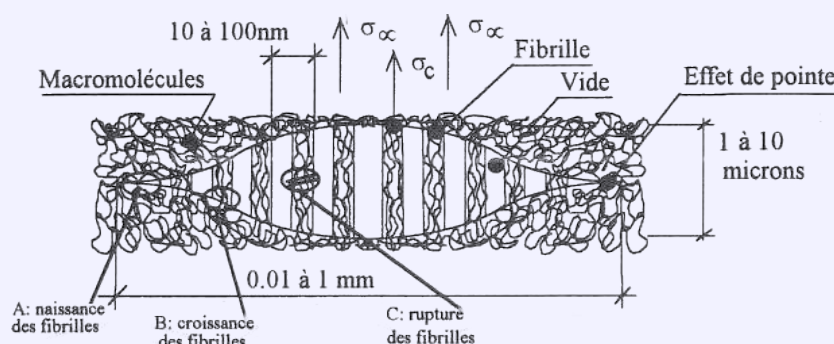


FIGURE 1.3 – Illustration de la microstructure d’un craze sans fissure et dimensions associées, d’après [Schirrer, 1995].

1.1.2.C Mise en évidence expérimentale

De nombreuses méthodes ont été proposées et utilisées pour étudier la cavitation dans les polymères semi-cristallins. La tomographie aux rayons X synchrotron (appelée aussi en anglais : X-ray SRCT pour Synchrotron Radiation Computed Tomography) [Buffière *et al.*, 1999, Cloetens *et al.*, 1999] s’est avérée très prometteuse pour suivre et quantifier dans l’espace (et dans le temps) l’évolution de la microstructure dans le matériau. C’est cette méthode qui sera utilisée dans la partie expérimentale 1.4. Les avantages et inconvénients de la tomographie aux rayons X synchrotron sont alors présentés, dans ce qui suit, au regard des autres techniques utilisées dans la littérature afin de discuter la pertinence des résultats obtenus (échelle d’observation, technique locale ou globale...). Les paragraphes suivants ne sont pas un catalogue exhaustif des autres méthodes d’observation de la cavitation dans les polymères semi-cristallins mais présentent quelques points clés et les références appropriées pour le lecteur.

Les observations de la striction ainsi que le blanchiment de la matière en zone utile de l’éprouvette constituent une preuve immédiate d’un changement microstructural. Mais c’est avec l’étude de l’interaction rayonnement X-matière que la première mise en évidence expérimentale de la cavitation dans les polymères a été obtenue. La diffusion des rayons X aux petits angles (SAXS de l’anglais : Small-Angle X-rays Scattering) [Baltà-Calleja et Peterlin, 1970, Bubeck *et al.*, 1991, Hughes *et al.*, 1997, Butler *et al.*, 1998, Castagnet *et al.*, 2000, Fu *et al.*, 2003, Zafeiropoulos *et al.*, 2005, Castagnet et Debruck, 2007, Humbert *et al.*, 2010, Pawlak *et al.*, 2014, Pepin *et al.*, 2016] et aux grands angles

(WAXS de l'anglais : Wide-Angle X-ray Scattering) [Butler *et al.*, 1998, Davies *et al.*, 2004, Schneider *et al.*, 2006, Schneider, 2010] ont beaucoup contribué à l'étude des changements d'organisation microstructurale dans les polymères semi-cristallins. La figure 1.4(a) rend compte des mécanismes de déformation correspondants aux motifs relevés expérimentalement en SAXS (mécanismes qui avaient été détaillés dans la partie 1.1.2.B) tandis que la figure 1.4(b) est un résultat de Humbert *et al.* [Humbert *et al.*, 2010] obtenu sur le PE. Les motifs nécessitent une interprétation et une expertise mais permettent d'apprécier l'évolution des tailles et morphologies des cavités tout au long de l'essai. De façon plus marginale, l'utilisation des spectroscopies infrarouge et Raman [Peterlin, 1971, Ferreiro *et al.*, 2004, Chaudemanche, 2013] ont fourni des informations sur les structures moléculaires. Alors que les techniques sus-citées permettent des échelles d'observation allant du nanomètre au micromètre, la tomographie aux rayons X synchrotron se limite dans la plupart des cas à des résolutions micrométriques (même si la technique de la nanoholotomographie [Cloetens *et al.*, 1999] permet de descendre à des échelles de l'ordre de quelques nanomètres, elle reste très récente et assez peu utilisée, citons néanmoins les travaux de Morgeneyer *et al.* [Morgeneyer *et al.*, 2014] sur l'étude de la cavitation du PEHD ou encore Selles *et al.* [Selles *et al.*, 2017] sur le PA6). En tomographie, le volume micrométrique observé contient des gradients de densité de matière, l'information est locale et discrétisée alors que les résultats en SAXS, WAXS ou Raman représentent une valeur sur le volume nanométrique considéré. Notons néanmoins que les méthodes SAXS et WAXS revêtent un intérêt tout particulier puisqu'elles sont non destructives et permettent de mesurer *in situ* l'évolution de la cavitation lors d'un essai mécanique par exemple. Mentionnons aussi les techniques fondées sur l'augmentation de volume [Cessna, 1974, Naqui et Robinson, 1993, Schirrer *et al.*, 1996, Castagnet *et al.*, 2000, Castagnet et Debruck, 2007] (sans accès aux tailles des cavités si utilisées seules) ou sur l'interaction lumière visible-matière avec les études de diffraction et d'absorption [Schirrer *et al.*, 1996, Scodellaro, 2001] ou encore du transport de la lumière polarisée appelée IPSLT (de l'anglais : Incoherent Polarized Steady-Light Transport) [Blaise *et al.*, 2010, Blaise, 2011, Blaise *et al.*, 2012, Farge *et al.*, 2013b]. Ces dernières méthodes ont elles aussi été utilisées *in situ* lors d'essais mécaniques.

Les travaux de Galeski *et al.* [Galeski *et al.*, 1988] ont marqué le début de l'observation au MET (Microscope Électronique à Transmission) de la cavitation dans un polymère PA6, suivis de Plummer *et al.* [Plummer *et al.*, 1994] quelques années plus tard sur le iPS et le POM. De nombreuses autres études en MEB (Microscope Électronique à Balayage) [Aboulfaraj *et al.*, 1993, Aboulfaraj *et al.*, 1995, Dijkstra *et al.*, 2002, Henning *et al.*, 2004, Pawlak et Galeski, 2008, Pawlak et Galeski, 2010] ou AFM (microscope à force atomique, de l'anglais : Atomic Force Microscope) [Ferreiro *et al.*, 2000, Ferreiro *et al.*, 2004, Thomas *et al.*, 2007, Thomas *et al.*, 2009] ont aussi permis de mettre en évidence la cavitation et/ou le crazing dans les polymères semi-cristallins. Ces derniers moyens expérimentaux surpassent les résolutions accessibles par la tomographie classique et permettent de descendre à des résolutions nanométriques. Mais c'est surtout pour son caractère non destructif que la tomographie aux rayons X se démocratise à la différence des méthodes de microscopie qui sont utilisées *post mortem* et qui nécessitent des préparations spécifiques de l'échantillon (polissage, parfois attaque chimique). La figure 1.4(c) illustre les résultats obtenus en MEB par Pawlak et Galeski [Pawlak et Galeski, 2010], les coupes permettent une bonne observation des cavités mais la préparation des échantillons est laborieuse et est susceptible de modifier la microstructure. Les auteurs observent une forte cavitation à température ambiante alors qu'à plus hautes températures (relativement à la T_g), la structure est fibrillaire. Citons néanmoins les travaux en AFM [Thomas *et al.*, 2007, Thomas *et al.*, 2009] et MEB [Teixeira-Pinto, 2012], quelques rares exceptions d'utilisation de ces méthodes (par nature, surfaciques) *in situ* sous sollicitation.

C'est donc pour les différents avantages cités (résolution intéressante, méthode non destructive, suivi *in situ* possible) que l'étude de l'interaction rayonnement X-matière en tomographie s'est

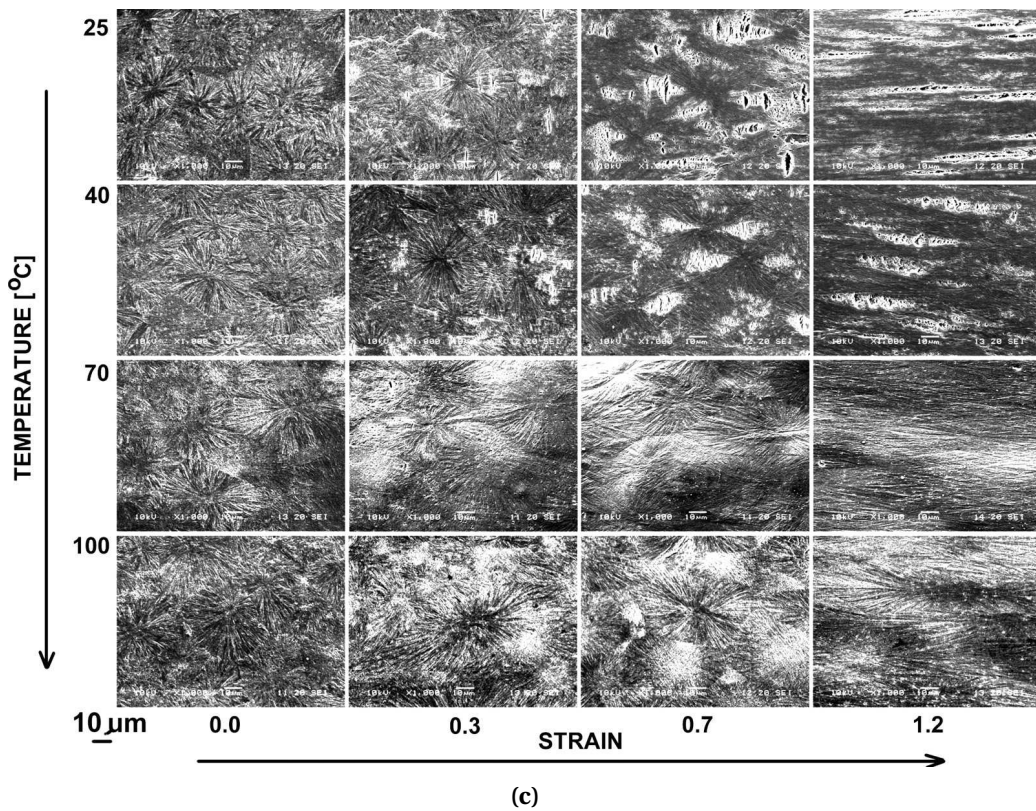
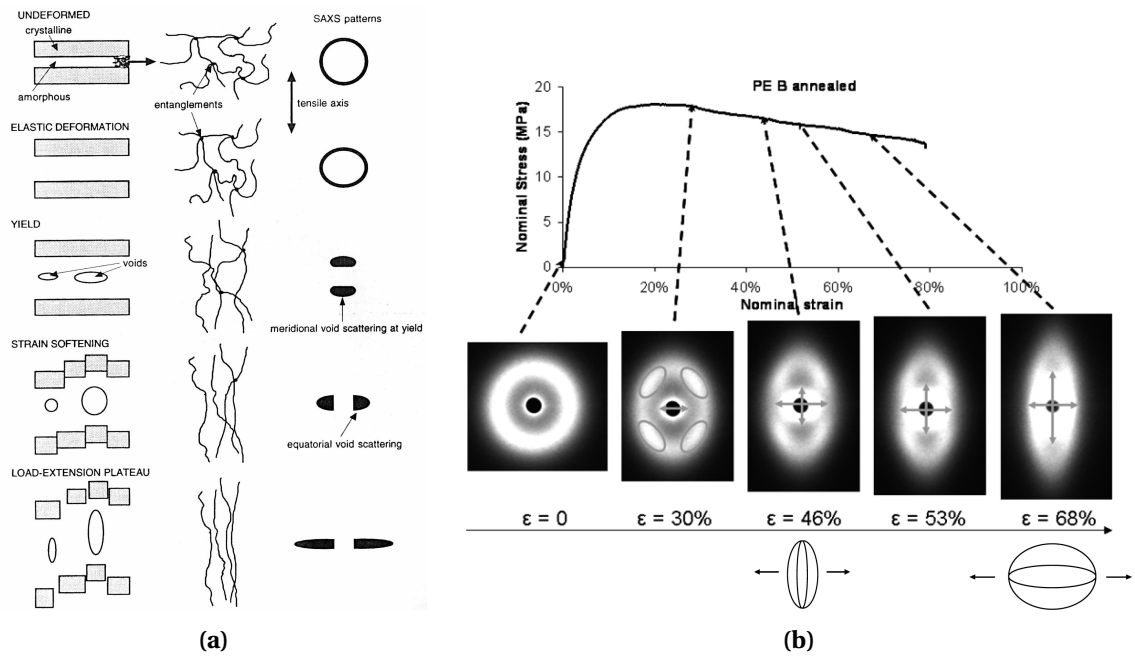


FIGURE 1.4 – (a) Schémas d'illustration du développement de la cavitation et motifs SAXS correspondants, d'après [Butler et al., 1998]; (b) Évolution des motifs obtenus par SAXS tout au long de l'essai de traction sur un PE recuit et morphologies de pores associées, d'après [Humbert et al., 2010]; (c) Observations au MEB de la structure interne d'échantillons de PP à différents états de déformation et différentes températures (la direction de traction est horizontale, les échantillons ont été coupés en longitudinal et ont subi une attaque chimique), d'après [Pawlak et Galeski, 2010].

révélée être un moyen très prometteur pour l'étude de la cavitation dans les polymères. Alors que de nombreuses études portent sur des scans obtenus *ex-situ* sur des échantillons déchargés (et en différents endroits de l'éprouvette) [Laiarinandrasana *et al.*, 2010, Morgeneyer *et al.*, 2014, Selles *et al.*, 2016a, Laiarinandrasana *et al.*, 2016a, Blaise *et al.*, 2010, Blaise, 2011, Blaise *et al.*, 2012, Selles *et al.*, 2017], rares sont celles qui portent sur le suivi *in situ* d'un échantillon en cours de déformation. Citons en l'occurrence les travaux de Brusselle-Dupend *et al.* [Brusselle-Dupend *et al.*, 2011, Rosenberg *et al.*, 2011] sur le PVF2 ou encore ceux de Cheng *et al.* [Cheng *et al.*, 2016], en laminographie, sur le PA6. Notons aussi, dès à présent, que la décharge de l'éprouvette et les scans *ex-situ* ne semblent pas affecter les formes et dimensions des pores observées (vérifié par [Laiarinandrasana *et al.*, 2012]) : les résultats de la littérature sur des observations *post mortem* seront autant de sources de comparaison pour la présente étude. Les difficultés relatives à la mise en place d'essais mécaniques sur polymères avec un suivi *in situ* en tomographie résident dans la nécessité d'avoir une machine appropriée (voir 1.4.1.B), de pouvoir utiliser la technique du contraste de phase (à cause des propriétés d'absorption du matériau même) ou encore de veiller aux temps de relaxation pour éviter les images floues et donc inexploitable dûes aux effets visqueux du matériau si les temps de pose sont longs. Ce sont autant de points qui ont été travaillés pour la réussite des essais présentés en partie 1.4.

1.1.3 Mécanique des éprouvettes axisymétriques entaillées

Naturellement, il est nécessaire, au préalable avant sa mise en évidence expérimentale, de solliciter les échantillons pour engendrer la cavitation. De nombreuses références de la littérature sont fondées sur des essais uniaxiaux sur éprouvettes lisses. Néanmoins, il est maintenant assez fréquent d'utiliser des éprouvettes axisymétriques entaillées, appelées aussi CNRB (de l'anglais : Circumferentially Notched Round Bar) ou encore "diabolo" pour l'étude de la cavitation dans les matériaux polymère et notamment semi-cristallins [G'sell et Dahoun, 1994, G'sell, 1995, Lafarge, 2004, Challier *et al.*, 2006, Castagnet et Debruck, 2007, Laiarinandrasana *et al.*, 2009, Boisot, 2009, Boisot *et al.*, 2011, Brusselle-Dupend *et al.*, 2011, Rosenberg *et al.*, 2011, Laiarinandrasana *et al.*, 2012, Cayzac *et al.*, 2013, Selles *et al.*, 2016a, Laiarinandrasana *et al.*, 2016a]. Cette utilisation est toutefois récente dans le domaine des polymères bien que ce type d'éprouvette ait été développé et étudié par Bridgman en 1944 [Bridgman, 1944] dans ses travaux sur les matériaux métalliques.

L'intérêt des essais sur éprouvettes axisymétriques entaillées réside dans leur mise en place et leur utilisation très simple. En effet, en apparence, il s'agit de réaliser un essai de traction uniaxiale alors qu'en réalité, le matériau est soumis localement à un champ de contrainte multiaxial. Ainsi, la cavitation est localisée et intensifiée, ce qui en facilite son observation et suivi. De plus, modifier la sévérité de l'entaille permet de générer des états de contraintes multiaxiales très différents. C'est cette multiaxialité des contraintes qui est appelée triaxialité des contraintes et n'est pas sans rappeler la sollicitation du polymère au sein du composite, confiné entre plusieurs fibres. Ce qui suit est un bref rappel de la théorie de Bridgman.

La triaxialité des contraintes η s'exprime suivant l'équation 1.4, il s'agit du rapport de la contrainte moyenne (pression hydrostatique) σ_m sur la contrainte de von Mises σ_{eq} .

$$\eta = \frac{\sigma_m}{\sigma_{eq}} \quad (1.3)$$

Avec :

$$\begin{cases} \sigma_m = \frac{1}{3}(\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}) \\ \sigma_{eq} = \sqrt{\frac{1}{2}((\sigma_{11} - \sigma_{22})^2 + (\sigma_{22} - \sigma_{33})^2 + (\sigma_{33} - \sigma_{11})^2 + 6\sigma_{12} + 6\sigma_{23} + 6\sigma_{31})} \end{cases} \quad (1.4)$$

Bridgman [Bridgman, 1944] parvient à calculer analytiquement, sous certaines hypothèses, le tenseur des contraintes sur la section minimale de l'éprouvette (et donc la triaxialité des contraintes y régnant). L'éprouvette présente la géométrie générale telle qu'illustrée en figure 1.5(a) où : R est le rayon de fond d'entaille et a le rayon de la section minimale. Dans le repère de coordonnées cylindriques (r, θ, z) où l'axe z coïncide avec l'axe de traction, Bridgman propose les expressions suivantes [Bridgman, 1944] :

$$\begin{cases} \sigma_{rr}(r, z=0) = \sigma_{\theta\theta}(r, z=0) = \sigma_{eq} \ln\left(1 + \frac{a^2 - r^2}{2aR}\right) \\ \sigma_{zz}(r, z=0) = \sigma_{eq} \left(1 + \ln\left(1 + \frac{a^2 - r^2}{2aR}\right)\right) \end{cases} \quad (1.5)$$

et finalement :

$$\eta(r, z=0) = \frac{1}{3} + \ln\left(1 + \frac{a^2 - r^2}{2aR}\right) \quad (1.6)$$

Les relations de l'expression 1.5 tiennent compte des hypothèses suivantes :

- le champ de déformation est uniforme sur la section minimale (c'est-à-dire en $z = 0$) d'où les déformations radiales ε_{rr} et tangentielles $\varepsilon_{\theta\theta}$ sont égales et constantes, alors il vient aussi que les contraintes σ_{rr} et $\sigma_{\theta\theta}$ sont égales ;
- l'incompressibilité du matériau est assurée, la déformation est isochore ;
- un critère de plasticité est considéré et l'écoulement est parfaitement plastique ;
- les lignes de contraintes principales forment des cercles qui coupent à angle droit le profil de l'entaille.

Les expressions de contraintes ou de triaxialité ne dépendent ainsi que des rayons de fond d'entaille et de la section minimale. Le maximum de triaxialité est obtenu lorsque $r = 0$ *i.e.* au centre de l'éprouvette. Des profils de triaxialité sont illustrés en figure 1.5(b) pour différents rayons de fond d'entaille R choisis avec $a = 10$ mm. Pour une traction uniaxiale sur éprouvette lisse (avec $R \rightarrow \infty$), le résultat $\eta = \frac{1}{3}$ est bien établi.

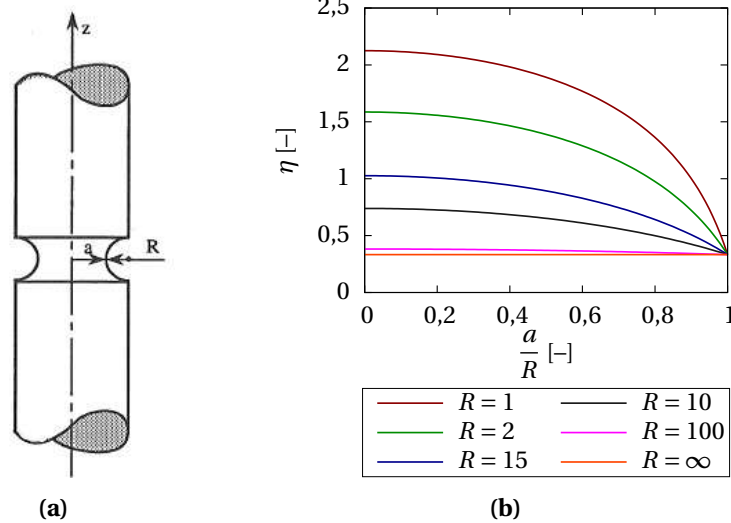


FIGURE 1.5 – (a) Schéma général de l'éprouvette axisymétrique entaillée (d'après [François et al., 1993]); (b) Profil des triaxialités à la section minimale de l'éprouvette avec $a = 10$ mm.

Notons néanmoins que dans le cas de la présente étude, les équations élégantes de Bridgman pour résoudre ce problème ne pourront être appliquées rigoureusement puisque le matériau d'étude (PA11) n'est pas incompressible et ne présente pas une loi d'écoulement plastique parfait. Des calculs éléments finis seront nécessaires (et explicités au chapitre 2) pour calculer le taux de triaxialité dans toute l'éprouvette au cours de l'essai. Ce bref rappel des résultats de Bridgman a le mérite d'introduire la notion et l'expression de la triaxialité et permet d'estimer correctement ce taux au cœur de l'entaille et en début d'essai. La triaxialité sera primordiale pour l'étude du confinement de la matrice au sein des composites.

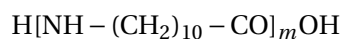
Enfin, gardons à l'esprit certaines valeurs de triaxialité pour des cas de chargements simples tels que le cisaillement pur où $\eta = 0$, les tractions uniaxiale et equibiaxiale avec respectivement $\eta = 0,33$ et $\eta = 0,66$ ou encore la compression uniaxiale où $\eta = -0,33$.

1.1.4 Le polyamide 11

Les polyamides (PA) sont des polymères contenant des fonctions amide. Ils présentent des structures variées (longueurs de chaînes et groupes amide) dont dépendent leurs propriétés et forment la plus grande famille – par le volume de production, le nombre de polymères différents et la variété d'applications – des polymères techniques (n'étant pas des polymères dits de grande diffusion ou à hautes performances).

1.1.4.A Généralités

Le PA11, parmi les polymères, appartient à plusieurs familles : c'est un copolymère technique synthétique (obtenu par polycondensation d'un acide aminé) et un thermoplastique semi-cristallin. C'est aussi un polyamide aliphatique (composé organique carboné) linéaire cristallin. Le 11 correspond au nombre total d'atomes de carbone présents dans la molécule de monomère. Le PA11 – fabriqué par Arkema sous le nom commercial Rilsan® – est l'un des premiers polymères biosourcés. Il est fabriqué à partir d'une matière première renouvelable d'origine végétale, le *Ricinus Communis* (ricin) permettant d'obtenir l'acide amino-11-undécanoïque. Le PA11 présente la formule développée :



Il a été découvert en France et synthétisé pour la première fois par Carothers, chimiste de la société Organico, en 1935. La figure 1.6 illustre les grandes étapes de sa synthèse. Plusieurs améliorations de procédés plus tard, une tonne de ce matériau est produite pendant l'année 1946 à Serquigny dans l'Eure afin d'évaluer ses propriétés. Ses qualités reconnues, on le baptisa Rilsan®, du nom de la rivière Rilse qui traverse la ville. En 1955, la production à l'échelle industrielle était déjà établie avec quelques milliers de tonnes à l'année. Conçu au départ pour l'industrie textile, les applications comme plastique technique se sont progressivement développées [Michel, 2012].

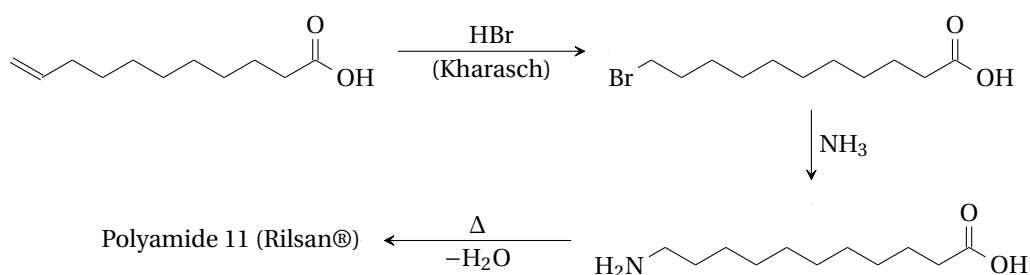


FIGURE 1.6 – Synthèse du Rilsan® [Michel, 2012].

Le PA11 est certes 100% biosourcé mais n'en est pas biodégradable pour autant. Il s'agit du plastique biosourcé le plus fabriqué au monde. L'Inde principalement, mais aussi la Chine et le Brésil, en sont les principaux exportateurs pour une production qui s'élève à environ 500 000 tonnes par an. 2,7 tonnes d'huile de ricin sont nécessaires à la synthèse d'une tonne de Rilsan[®], ce qui n'est pas sans conséquence sur les prix de la matière première puisque d'autres domaines comme la pharmacie, la cosmétique ou encore l'agroalimentaire utilise cette huile.

1.1.4.B Principales propriétés et applications du Rilsan[®] PA11

Le PA11 bénéficie d'une faible densité et peut convenir pour se substituer au métal ou au caoutchouc dans certains cas. Contrairement au PA6 ou PA6-6, la faible teneur en motifs amide du PA11 explique son faible taux d'absorption d'humidité de 1,9% à saturation à 23 °C et 100% HR (contre 9,5 et 8,5% pour le PA6 et PA6-6, respectivement) et assure une constance de ses propriétés à l'état sec ou humide. Sa bonne fluidité au-dessus de 185 °C facilite la mise en œuvre. De plus, il possède une bonne résistance mécanique (aux chocs, à l'élongation, l'abrasion ou la pression). La plage de fonctionnement (de -60 °C à +150 °C), sa bonne résistance chimique (aux carburants, huiles, gaz, eau, solvants, fluides industriels) due à de fortes liaisons hydrogènes, sa résistance au vieillissement ainsi qu'en durabilité permet au PA11 d'être utilisé dans une large gamme d'applications comme en attestent les secteurs et exemples suivants :

- Automobile : pièces de transmission, circuits carburants, canalisations refroidissement ou conduites de freinage pneumatique ;
- Agroalimentaire : films alimentaires, canalisations ;
- Pétrole et gaz : flexibles, tubes ;
- Sport : raquettes, semelles de chaussures, skis ;
- Médical : mobilier d'hôpital, emballage ;
- Textile.

Le PA11 est aussi utilisé comme matrice polymère dans les composites.

1.1.4.C Éléments bibliographiques sur le PA11

Le PA11 fait l'objet de nombreux travaux dans la littérature que ce soit pour la caractérisation des phases présentes ou pour l'étude du comportement mécanique voire des phénomènes d'endommagement.

Caractérisation de la microstructure La phase cristalline s'arrange préférentiellement en sphérolites dans le PA11 [Magill, 1969, Gogolewski, 1979, Jolly, 2000, Mollova *et al.*, 2013]. Les seuls sphérolites observés dans le PA11 sont dits à biréfringence négative : l'axe principal des cristaux est orthogonal au rayon du sphérolite. La figure 1.1(b) (précédemment présentée pour illustrer les croix de Malte) représente les sphérolites du PA11 (l'apparence frangée est due à une croissance des lamelles en hélice). Les illustrations des sphérolites du PA11 sont assez difficiles à trouver dans la littérature ; la méthode la plus efficace pour observer correctement les sphérolites étant de recristalliser un film de faible épaisseur [Magill, 1969].

Le taux de cristallinité du PA11 est généralement inférieur à 40% et dépend nécessairement des conditions de cristallisation *i.e.* du mode de polymérisation (à partir de l'état fondu ou d'une solution) et processus de mise en œuvre (contraintes mécaniques, conditions de température...). Le PA11 présente une structure cristalline polymorphe : il existe plusieurs natures de structures qui ont été étudiées (principalement en SAXS, WAXS et DSC) dans différents travaux [Gogolewski, 1979, Poulard,

1998, Jolly, 2000, Jolly *et al.*, 2002, Mollova *et al.*, 2013, Pepin *et al.*, 2016]. À température ambiante, les auteurs s'accordent à dire qu'il existe plusieurs types de populations cristallines : les phases tricliniques α et α' , la phase monoclinique β et la phase pseudo-hexagonale γ . Il existe une autre phase non-cristalline mais non-amorphe également, la phase smectique pseudo-hexagonale δ' . Les phases principales qui coexistent au sein du matériau sont les phases cristalline α , non-cristalline smectique δ' et bien sûr la phase amorphe [Jolly *et al.*, 2002].

Études des mécanismes de déformation Les travaux de thèse de Jolly [Jolly, 2000] portent sur l'évolution de la microstructure du PA11 sous déformation à l'échelle de la lamelle cristalline et de la macromolécule. D'isotrope avant déformation, le PA11 se révèle anisotrope sous une sollicitation de traction par une réorientation de la microstructure formée par les différentes phases en présence (leur proportions relatives restant constantes au cours de l'essai). Les processus de déformation sont décrits aux échelles mésoscopique et microscopique (par la mesure de diffusion des rayons X aux petits et grands angles respectivement) d'une éprouvette sollicitée en traction et à différents paliers (les mesures étant réalisées sur l'éprouvette maintenue déformée et après un temps de relaxation). Belec [Belec, 1995] étudie la propagation des bandes de cisaillement dans la phase amorphe du PA11 et relie la striction au cisaillement des lamelles cristallines.

Les travaux de thèse de Lefèbvre [Lefèbvre, 2002] et Boisot [Boisot, 2009] s'intéressent tout particulièrement à la cavitation du polymère par des études mécaniques. Lefèbvre étudie les différences entre matériaux PA11 neuf ou vieilli (en termes de propriétés mécaniques, physico-chimiques) pour analyser les mécanismes de cavitation et calculer les durées de vie en fluage. Boisot caractérise lui aussi des matériaux neuf et vieilli avec ou sans renforcement au choc (par des particules d'élastomères) et s'intéresse à la cavitation du PA11 en chargements monotones. Les deux auteurs apportent une composante numérique à leur travaux avec l'utilisation d'un modèle d'endommagement, qui sera abordé dans cette étude au chapitre suivant.

1.2 Démarche d'étude et matériau considéré

1.2.1 Démarche proposée

La matrice au sein d'un composite est localement très sollicitée puisque enfermée entre des fibres et ces lieux sont, dans de nombreux cas, le siège des premiers endommagements [Cayzac, 2014, Meurs, 1998, Trias Mansilla, 2005]. C'est tout particulièrement vrai pour des chargements transverses sur le matériau composite. L'adhésion des fibres et de la matrice étant considérée comme bonne, la matrice est fortement contrainte par les fibres environnantes : la matrice confinée est soumise à un champ de contraintes triaxial. Dans l'hypothèse d'une matrice – lorsqu'elle est confinée entre les fibres – comparable à la matrice massive (sans être radicalement différente en matière de microstructure, taux de cristallinité, propriétés chimiques et mécaniques), il s'avère nécessaire de comprendre le comportement mécanique du polymère seul afin de prédire celui du composite. Les modèles numériques n'en seront que plus riches et prédictifs.

C'est dans cette optique que s'inscrivent les travaux et résultats expérimentaux suivants. La matrice PA11 seule est caractérisée et étudiée sous sollicitation triaxiale par l'intermédiaire d'essais sur éprouvettes axisymétriques entaillées. Deux approches expérimentales complémentaires sont développées :

- **une approche macroscopique** : l'utilisation d'essais instrumentés au laboratoire permet de mettre en évidence la cavitation du polymère par son blanchiment. Des mesures classiques (efforts, déplacement) sont réalisées mais restent surfaciques et à l'échelle de l'éprouvette.

Aussi, le comportement mécanique du polymère est analysé en termes de stades de déformation caractéristiques.

- **une approche microscopique** : le développement de la cavitation est suivi *in situ* par la tomographie aux rayons X. Cette méthode permet de quantifier – de manière volumique et non destructive – l'évolution de la microstructure au cœur de l'échantillon et à une échelle plus fine que précédemment, de l'ordre du micron. Le nuage de porosité sera considéré ainsi que chaque cavité individuelle présente dans l'éprouvette. Ceci permettra de décrire finement l'évolution de la cavitation mais donne accès – en complément des mesures de force et de déplacement – à d'autres grandeurs telles que la variation de volume de l'éprouvette ou la fraction volumique de vide.

L'approche microscopique utilisée permet de mettre en lumière et quantifier la cavitation à l'échelle du micron. Cependant, la méthode n'a pas pour vocation de confirmer ou d'infirmer les travaux précédemment cités sur la naissance du phénomène de cavitation à des échelles inférieures. L'échelle d'observation apportée par la tomographie est bien en accord avec le but ultime qui est l'utilisation de la méthode des Éléments Finis et l'élaboration et l'utilisation d'un modèle de comportement endommageable du PA11. Les résultats obtenus constitueront alors une base de données très riche mise à profit pour le modèle au chapitre suivant.

1.2.2 Matériau de l'étude

1.2.2.A Grade et mise en forme

Le PA11 utilisé dans cette étude est le Rilsan[®] BMNO TLD fourni par Arkema sous forme de barreaux de section rectangulaire de dimensions $10 \times 4 \text{ mm}^2$ et longs de 10 cm. Ce grade est conçu pour l'injection et a été mis en forme par ce procédé au Cerdato. Le matériau, initialement sous forme de granulés et au préalable séchés, fondu à 230 °C est injecté dans un moule, lui-même à 50 °C , avec une pression de maintien de 16 MPa. La masse moléculaire moyenne en nombre est de $21\,600 \text{ gmol}^{-1}$ (la définition est rappelée à l'équation 1.1). Il s'agit d'un grade commercial du PA11, ceux de l'industrie pétrolière ayant des masses moléculaires moyennes en nombre de l'ordre de $35\,000 \text{ gmol}^{-1}$ (comme le grade étudié par Lefèbvre [Lefèbvre, 2002]). Le degré de polymérisation moyen en nombre – rapport de la masse moléculaire moyenne en nombre sur la masse molaire de l'unité monomère – est de 118.

1.2.2.B Structure cristalline

Le procédé d'injection crée un gradient thermique dans le barreau, ce qui entraîne une structure cœur-peau (visible à l'œil nu). Des coupes ont été réalisées pour mettre en lumière à la fois la structure cristalline du PA11 de la présente étude et les différences des tailles caractéristiques des microstructures associées aux zones de cœur et de peau.

Notons qu'il est assez délicat d'observer les sphérolites du PA11, Lefèbvre [Lefèbvre, 2002] en fait le constat : la bonne résistance du polymère aux produits chimiques – qui justifie son utilisation à cet effet dans l'industrie – rend difficile les attaques pour en révéler sa microstructure. Dans le cadre de notre étude, l'objectif est de caractériser la microstructure du PA11 en présence. Il ne s'agit pas de recristalliser le polymère pour faire apparaître les sphérolites (méthode utilisée par Magill [Magill, 1969] ou Mollova *et al.* [Mollova *et al.*, 2013]) mais bien de les observer tels qu'ils existent dans l'échantillon. La technique de la microtomie semble la plus pertinente afin d'atteindre cet objectif. De fines lamelles de PA11 (de 1 à $3 \mu\text{m}$) sont découpées à température ambiante au microtome muni d'un couteau neuf en verre sur différentes parties des barreaux. Elles sont ensuite prélevées, immergées dans une huile de cèdre et coincées entre une lame et une lamelle de verre.

L'observation est réalisée au microscope optique en transmission avec un polariseur et un analyseur croisés. Les clichés en figure 1.7(a) illustrent le caractère géométrique de la microstructure au cœur du barreau tandis que les images 1.7(b) et (c) représentent les résultats au plus fort grossissement (identique pour les deux images) en cœur et peau du barreau. Les croix de Malte des sphérolites ne sont pas aussi facilement visibles que dans la littérature (comme présentées en figure 1.1(b)) mais l'anisotropie de propagation de la lumière est évidente : des motifs apparaissent. La différence entre les motifs au cœur illustrés en figure 1.7(b) et en peau en figure 1.7(c) est appréciable, les tailles caractéristiques sont respectivement de l'ordre de $10\mu\text{m}$ et de $2\mu\text{m}$. Cette différence se justifie par le gradient thermique dans le barreau après l'injection, la cristallisation est favorisée par une vitesse de refroidissement plus lente à cœur et permet de former de plus gros sphérolites. Au contraire, un refroidissement plus rapide en peau entrainera des structures cristallines de plus petites tailles. Ces structures couvrent tout l'espace, notons que l'agencement mis en exergue est isotrope et est assez différent des schémas classiques de sphérolites sphériques immergés dans de l'amorphe intersphérolitique et plus ou moins dispersés.

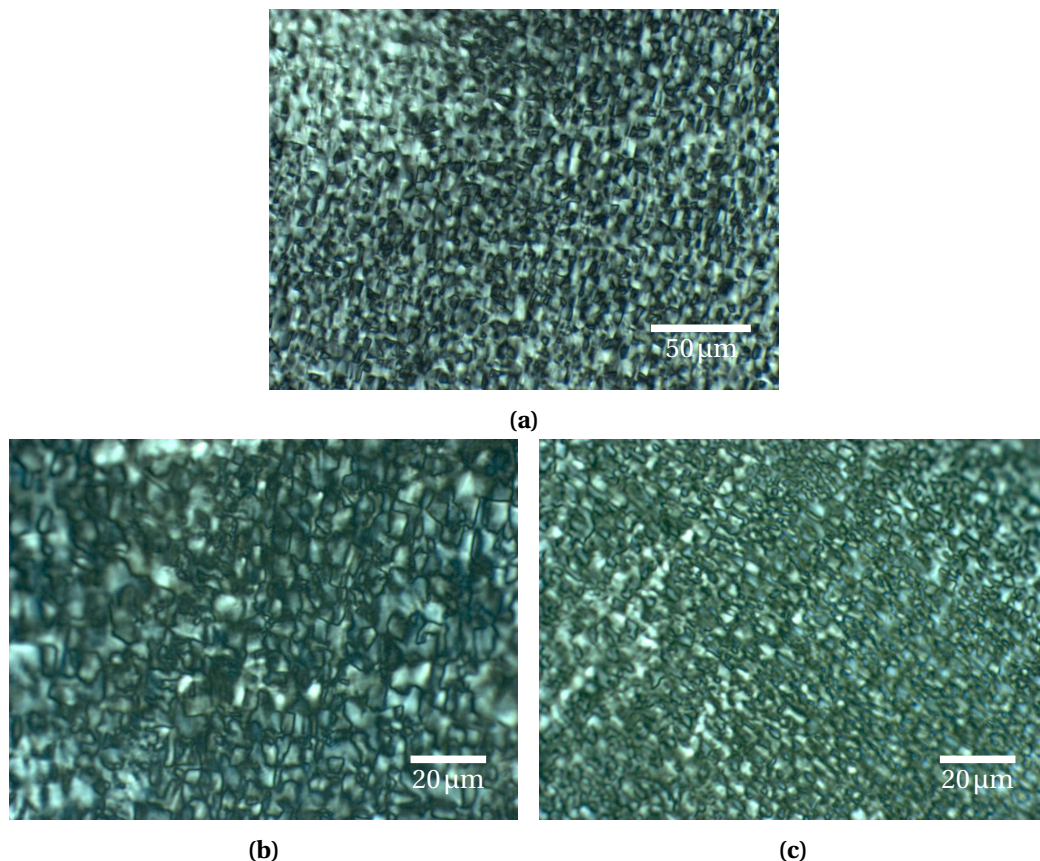


FIGURE 1.7 – Microstructures du PA11 après découpe au microtome : (a) et (b) en cœur à différents grossissement et (c) en peau d'un barreau injecté.

1.2.2.C Température de transition vitreuse et taux de cristallinité

La température de transition vitreuse est une information capitale qui conditionne la déformation des sphérolites et donc le comportement du polymère. La mesure de la température de transition vitreuse est obtenue par la technique de la calorimétrie différentielle à balayage (DSC). La méthode consiste à mesurer, en fonction du temps et simultanément, les flux de chaleur d'un échantillon

enfermé dans un creuset et un creuset seul en guise de référence (fermé lui aussi). Les deux creusets étant chauffés ou refroidis de manière identique dans une même enceinte sous une atmosphère contrôlée (gaz inerte). La différence entre la température de l'échantillon et celle de la référence est convertie en flux de chaleur. Taux de cristallinité et températures de transition vitreuse ou de fusion des zones cristallines sont accessibles par cette méthode en analysant le thermogramme.

Un échantillon de PA11, prélevé au cœur d'un barreau injecté, est soumis à cet essai. La machine utilisée est une DSC Q2000 de TA Instruments®. L'échantillon est enfermé dans un creuset en aluminium, l'enceinte est placée sous atmosphère d'azote. Une rampe de température de 10 °Cmin⁻¹ est imposée de 0 à 250 °C. Le thermogramme de cet essai est représenté en figure 1.8. La température de transition vitreuse est assez peu marquée mais la méthode des tangentes (voir agrandissement du graphe en figure 1.8 autour des températures 30 à 50 °C) permet d'évaluer T_g = 43 °C. La transition endothermique (énergie qu'il faut donner au polymère pour le faire fondre) donne accès à la température de fusion des zones cristallines (minimum du flux de chaleur) évaluée à T_m = 188 °C. L'aire du pic ou chaleur latente de fusion permet d'obtenir le taux de cristallinité à partir de la formule 1.7. L'enthalpie de fusion d'un (hypothétique) PA11 100% cristallin est ΔH_m = 226,4 Jg⁻¹ [Inoue, 1963]. D'où, le PA11 de notre étude présente une cristallinité moyenne calculée de χ_C = 23%.

$$\chi_C = \frac{\Delta H_{exp}}{\Delta H_m} \tag{1.7}$$

Remarquons que la cristallinité moyenne paraît une valeur faible compte-tenu du fait que les structures cristallines semblent couvrir tout l'espace. L'amorphe présent dans le polymère est ainsi principalement intra-sphérolitique.

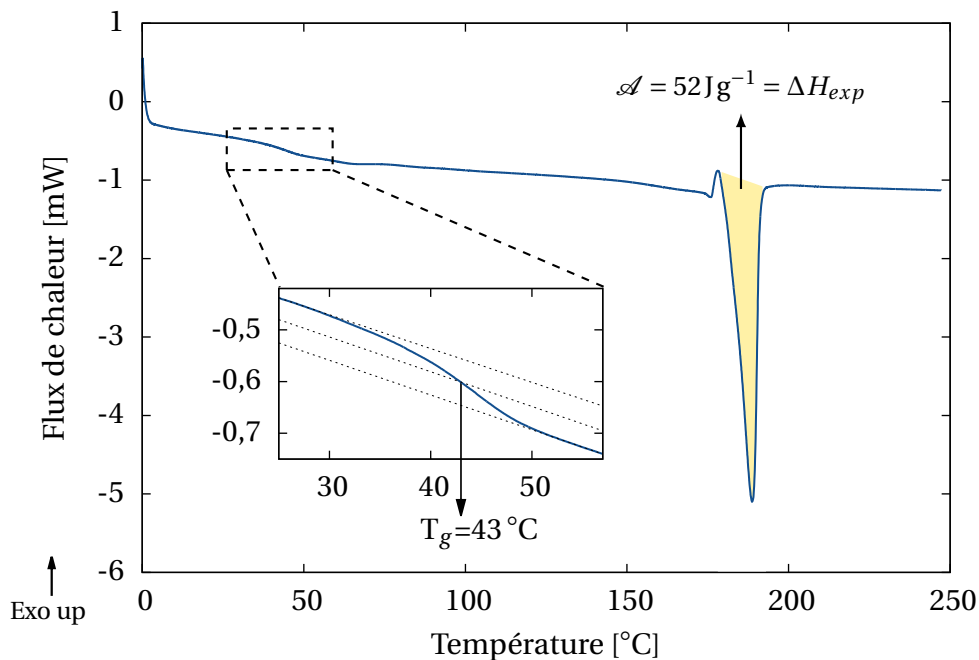


FIGURE 1.8 – Thermogramme DSC (flux de chaleur en fonction de la température imposée) d'un échantillon de PA11 prélevé à cœur d'un barreau injecté.

1.3 Le PA11 : comportement mécanique et mise en évidence de la cavitation

1.3.1 Géométrie des éprouvettes CNRB considérées

Les éprouvettes de PA11 ont été prélevées dans la partie centrale du barreau, le but étant de s'affranchir d'un effet cœur-peau (comme évoqué précédemment dans la partie 1.2.2). Les usinages des éprouvettes ont été réalisés à l'atelier du Centre des Matériaux au tour dans un premier temps puis à la rectifieuse cylindrique pour l'entaille.

Les figures 1.9(a), (b) et (c) représentent lesdites éprouvettes. Il s'agit de barreaux circulaires présentant une entaille. Les têtes rectangulaires permettent un blocage de l'éprouvette dans les mors.

Le rayon en fond d'entaille, noté R , est de 0,4 mm. Le rayon de la section minimale, noté a_0 , est de 0,75 mm pour un rayon de section nominale, A , de 1,4 mm. Les épaules de l'entaille sont séparées par une distance δ_0 initiale de 0,8 mm. Le rapport a_0/R est le paramètre déterminant de la distribution de triaxialité de contraintes dans la section minimale de l'éprouvette. La triaxialité des contraintes est calculée (d'après la formule 1.6) et égale à 1 au cœur de l'éprouvette dans la section minimale en début de chargement.

Notons qu'une éprouvette avec un rayon de fond d'entaille trop faible – qui se rapprocherait donc d'une éprouvette de mécanique de la rupture – déplacerait la zone de triaxialité maximale vers le bord de l'entaille et entraînerait une rupture fragile de l'éprouvette comme observé par Boisot [Boisot *et al.*, 2011] et Cayzac [Cayzac *et al.*, 2013, Cayzac, 2014]. La géométrie d'éprouvette choisie ici (avec un rayon de fond d'entaille modéré) permet ainsi de localiser l'apparition de la porosité et de permettre son développement progressif par cette distribution de triaxialité des contraintes au sein de l'échantillon.

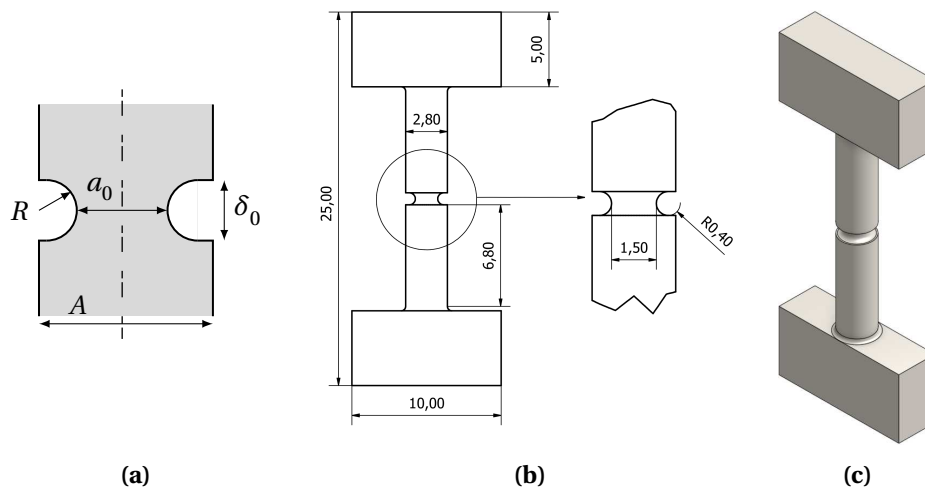


FIGURE 1.9 – Éprouvettes utilisées : (a) schéma avec grandeurs initiales; (b) plans et cotes (exprimées en mm) et (c) une représentation 3D.

1.3.2 Essais de traction monotone sur éprouvettes CNRB

L'objectif premier des essais réalisés était d'explorer les gammes de déformation et de charge en vue d'effectuer des essais par suivi *in situ* en tomographie aux rayons X (étude qui fera l'objet de la

partie 1.4) mais aussi de mettre en évidence des mécanismes de cavitation du matériau (de façon macroscopique, à l'œil) et d'identifier les grands stades de la courbe contrainte-déformation.

1.3.2.A Protocole expérimental

Des essais quasi-statiques de traction monotone ont été menés sur les éprouvettes précédemment présentées. La machine et le montage sont illustrés en figure 1.10. Une machine électromécanique INSTRON® 5866 a été utilisée avec une cellule de charge de 500 N. Deux supports sont adaptés aux mors pour pouvoir bloquer les têtes rectangulaires des éprouvettes CNRB et une très faible précharge est appliquée. Le pilotage est réalisé en déplacement de traverse imposé à une vitesse constante de $1,8 \times 10^{-4} \text{ mm s}^{-1}$. Les essais sont aussi instrumentés par un appareil photo (Allied Vision Pike) avec une prise de vue toutes les deux secondes (déclenchée au début de l'essai).

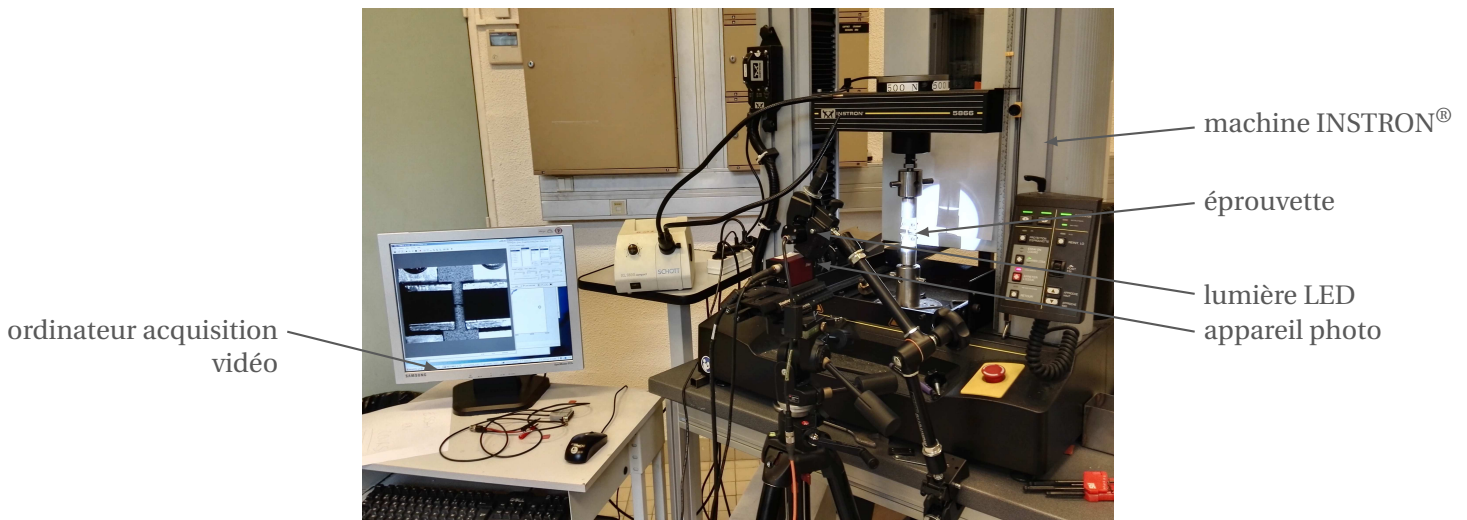


FIGURE 1.10 – Montage des essais monotones sur petites éprouvettes CNRB avec une machine INSTRON®, caméra et ordinateur pour la corrélation d'images.

1.3.2.B Résultats expérimentaux

Les figures 1.11(a) et (b) présentent les résultats des essais. Plusieurs précisions sont nécessaires avant de détailler ces graphes. La contrainte nette est, par définition, le rapport F/S_0 de la force F sur S_0 la section minimale initiale (nette) de l'échantillon. La déformation $\varepsilon = \frac{\Delta l}{l_0}$ est calculée; il s'agit de la déformation nominale (ou ingénieur) en considérant l_0 la longueur du fût entre les têtes de l'éprouvette. Le rapport déformation sur déformation à rupture est donné par l'expression $\frac{\varepsilon}{\varepsilon_R}$. Ensuite, les grandeurs appelées Notch Opening Displacement (NOD, ou ouverture d'entaille) et Radial Logarithmic Strain (RLS, ou déformation radiale logarithmique) sont calculées avec un programme Python *a posteriori* à partir des images de l'éprouvette prises au cours de l'essai. Les définitions associées sont exprimées par les relations 1.8. Les notations δ et a sont relatives à la géométrie des éprouvettes (et explicitées précédemment) et correspondent aux valeurs initiales lorsqu'elles sont indicées par zéro.

$$\text{NOD} = \delta - \delta_0 \qquad \text{RLS} = \ln\left(\frac{a_0}{a}\right) \qquad (1.8)$$

Sur la figure 1.11(a), la consigne de l'essai est donnée; les courbes contrainte-déformation pour deux essais sont illustrées en 1.11(b). Plusieurs essais ont été menés sous les mêmes conditions pour

garantir une reproductibilité de la charge mesurée en fonction du déplacement de traverse imposé. Dans ce qui suit, seule la courbe bleu foncé sera retenue et détaillée. Sont reportées aussi sur les graphes 1.11(a) et (b), les courbes des NOD et RLS de cet essai en fonction du temps. La déformation à rupture de l'éprouvette est $\varepsilon_R = 0,125$. De plus, le tableau 1.2 présente les valeurs correspondant aux différents points (marqués de a à f) sur le graphe contrainte-déformation. Enfin, les figures 1.12 illustrent l'évolution de l'entaille au cours de l'essai.

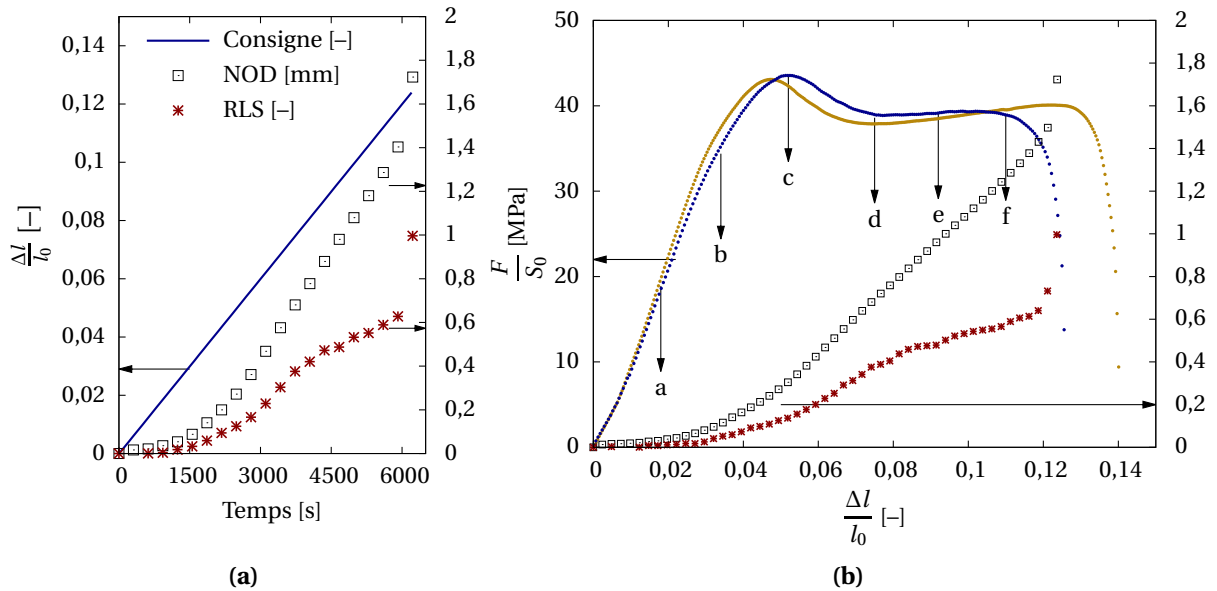


FIGURE 1.11 – (a) Consigne, NOD et RLS (pour l'essai retenu); (b) Courbes contrainte-déformation des essais de traction monotone réalisés, NOD et RLS pour l'essai retenu (courbe bleu).

TABLEAU 1.2 – Valeurs de déformation $\left(\varepsilon = \frac{\Delta l}{l_0}\right)$, rapport déformation sur déformation à rupture $\left(\frac{\varepsilon}{\varepsilon_R}\right)$, Notch Opening Displacement (NOD = $\delta - \delta_0$) et Radial Logarithmic Strain (RLS = $\ln\left(\frac{a_0}{a}\right)$) au cours de l'essai monotone. La déformation à rupture est $\varepsilon_R = 0,125$. Les valeurs sont choisies sur les courbes bleu de la figure 1.11(a) and (b).

Points particuliers	a	b	c	d	e	f
ε [-]	0,018	0,034	0,052	0,075	0,092	0,110
$\frac{\varepsilon}{\varepsilon_R}$ [-]	0,14	0,27	0,42	0,6	0,74	0,88
NOD [mm]	0,03	0,10	0,31	0,70	0,97	1,25
RLS [-]	0,01	0,05	0,14	0,38	0,48	0,58

La courbe contrainte-déformation (figure 1.11(b)) présente une première partie linéaire de pente constante puis une courbe légèrement non linéaire jusqu'à la contrainte nette maximale. Suivent alors un adoucissement, un plateau assez peu marqué et un rhéo-durcissement jusqu'à rupture de l'échantillon. La courbe de l'ouverture d'entaille (NOD) présente un pied de courbe non linéaire dans un premier temps jusqu'à la déformation nominale de $\varepsilon = 0,05$, la vitesse d'ouverture est ensuite affine à la déformation, il y a localisation dans l'entaille. Pendant l'adoucissement et le plateau,

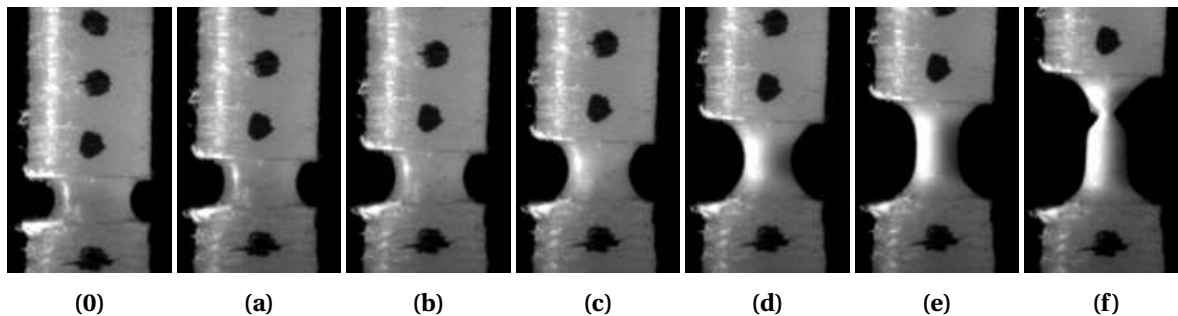


FIGURE 1.12 – Photos de l'entaille : (0) à l'instant initial (éprouvette non déformée); de (a) à (f) aux différents points respectifs annotés sur la courbe en figure 1.11(b); (c) correspond au pic de force mesuré.

l'ouverture d'entaille suit un profil linéaire jusqu'à l'amorçage de la rupture (où le NOD s'accélère alors fortement). Enfin, la déformation radiale logarithmique (RLS) présente une courbe en S et rend compte de la vitesse de réduction diamétrale. Le premier point d'inflexion de la courbe du RLS se situe pour $\varepsilon = 0,05$ correspondant au pic de contrainte sur le graphe 1.11(b). La réduction diamétrale augmente alors plus rapidement jusqu'à $\varepsilon = 0,08$ – soit à la moitié de la pente du rhéodurcissement – où cette réduction diamétrale reprend une vitesse plus lente. Les photos de l'entaille au cours de l'essai en figure 1.12 montrent un blanchiment du polymère qui se manifeste autour du pic de contrainte. Les propriétés optiques du PA11 changent au niveau de la section minimale de l'entaille. Ce phénomène a été mis en évidence par Schirrer *et al.* [Schirrer *et al.*, 1996]. Le blanchiment, détectable dans le visible, est attribué à l'apparition d'objets présentant un nouveau contraste d'indice de réfraction (vis-à-vis de la situation originelle). Le blanchiment est cependant progressif et il est délicat d'affirmer le moment exact à partir duquel il se déclenche.

1.3.3 Comportement macroscopique observé et interprétation

Les stades de déformation caractéristiques du comportement macroscopique sont identifiés à partir des photos et des observations précédentes. Ils sont aussi explicités dans la littérature sur d'autres polymères semi-cristallins (le PVDF [Challier *et al.*, 2006], le PA6 [Lairinandasana *et al.*, 2009, Cayzac, 2014] ou le PA11 [Boisot, 2009]). Contrairement aux éprouvettes lisses, observons sur les photos en figure 1.12, qu'il existe un gradient de contraintes dans la section entaillée dès le début de l'essai.

Chronologiquement, ces stades sont les suivants :

- **Un premier stade d'ouverture d'entaille :** de l'état non déformé au pic de contrainte. La charge augmente, la vitesse d'ouverture d'entaille croît progressivement jusqu'à atteindre la consigne de l'essai alors que la section diminue. Le profil de l'entaille s'ovalise, le rayon en fond d'entaille a augmenté. Proche du pic de contrainte, les premiers signes d'un blanchiment apparaissent au niveau de la section minimale (perceptible entre les images en figures 1.12(b) et (c)).
- **Un stade de ré-entaillage :** marqué par l'adoucissement sur la courbe contrainte-déformation. La charge mesurée diminue. La vitesse d'ouverture d'entaille est constante mais la réduction diamétrale est plus rapide que précédemment. Un phénomène de striction se développe, il y a ré-entaillage dans la partie centrale *i.e.* l'entaille se creuse avec un rayon de courbure plus faible que celui usiné initialement. Le blanchiment s'est intensifié et s'étend (radialement et axialement) sur la majeure partie de l'entaille. L'adoucissement est lié à la formation et à la croissance de cavités au cœur de l'échantillon (triaxialité importante localisée par la

géométrie de l'éprouvette) dont résulte une réduction de section effective portante. Ceci est une interprétation qu'il s'agira de vérifier dans la section suivante.

- **Un dernier stade d'ouverture d'entaille :** correspondant au rhéo-durcissement et à l'amorçage de la rupture sur la courbe contrainte-déformation. La seconde entaille (de striction) se développe en hauteur et forme un cylindre circulaire droit dont la hauteur augmente. La section diminue progressivement, d'abord rapidement dans la continuité de la phase précédente, puis plus lentement à partir de la moitié de la phase de rhéo-durcissement. Le blanchiment est présent dans toute la partie strictionnée. Les phénomènes de rhéo-durcissement sont associés à l'alignement et l'étirement dans la direction de chargement des chaînes macromoléculaires de la phase amorphe initialement enchevêtrées parmi les lamelles cristallines [Argon, 1973]. Lors de l'essai, une augmentation de l'effort est alors observée. Enfin, à l'amorçage de la rupture, des entailles locales font leur apparition (visibles sur l'image 1.12(f)) dans la partie centrale et précipitent la rupture de l'éprouvette.

Le choix de cette étude s'est porté sur des éprouvettes axisymétriques pour garantir une localisation de la cavitation. Quid de ces stades de déformation sur un essai de traction sur éprouvette lisse? Les résultats précédemment évoqués peuvent être étendus. En effet, initialement sur une éprouvette lisse, le rayon de fond d'entaille est infini, alors le premier stade d'ouverture d'entaille n'est en réalité qu'un allongement de la zone utile. Ensuite, le stade de ré-entaillage constitue l'étape de striction. À noter que le lieu de cette localisation est imprévisible (ce qui peut apporter une difficulté pour choisir le lieu de l'observation locale si besoin). Enfin, l'ultime ouverture d'entaille a bien lieu dans le cas d'une éprouvette lisse, le rayon de fond d'entaille créé par la striction atteint un minimum et s'ouvre avant la rupture de l'éprouvette. Ce phénomène a été observé notamment par Laiarinandrasana *et al.* [Laiarinandrasana *et al.*, 2016b]. Ainsi, tous les propos et résultats qui seront présentés dans la suite pourront être étendus à des études sur éprouvettes lisses, tout en considérant l'état de contrainte local, bien différent et apporté par la géométrie de l'éprouvette lorsqu'elle présente une entaille.

1.4 Suivi *in situ* par tomographie aux rayons X d'un essai de traction

Dans de nombreuses études utilisant la tomographie [Laiarinandrasana *et al.*, 2010, Morgeneyer *et al.*, 2014, Selles *et al.*, 2016a, Laiarinandrasana *et al.*, 2016a, Laiarinandrasana *et al.*, 2016b], l'observation et la quantification (post-traitée) des cavités ont été réalisées *ex situ* sur des éprouvettes déchargées, où les essais étaient interrompus à différents instants caractéristiques de la courbe de traction. Dans la présente étude, profitant des récents progrès des techniques et des moyens, le caractère non destructif de la méthode a été mis à profit pour suivre pendant un essai complet l'évolution de la porosité au cœur du matériau.

Les travaux qui suivent ont fait l'objet d'un article publié dans *Polymer Testing* intitulé "Observations by *in-situ* synchrotron computed tomography of the microstructural evolution of semi-crystalline Polyamide 11 during deformation" [Poulet *et al.*, 2016]. Ils sont ici présentés en français et de manière plus détaillée. Peu d'études présentent des travaux sur l'observation *in situ* en tomographie aux rayons X du développement de la porosité et de l'évolution des cavités dans un polymère semi-cristallin. Deux articles sur le PVF2, à savoir [Brusselle-Dupend *et al.*, 2011, Rosenberg *et al.*, 2011] mentionnés dans la partie 1.1.2.C, en font partie et seront évoqués pour appuyer les résultats.

1.4.1 Protocole expérimental

1.4.1.A Tomographie aux rayons X

Synchrotron SOLEIL Les expériences ont été réalisées au Synchrotron SOLEIL (implanté sur le plateau de Saclay) sur la ligne PSICHÉ (Pression Structure Imagerie par Contraste à Haute Énergie). Bien qu'il soit possible d'y réaliser des expériences de diffraction des rayons X sous conditions extrêmes (pression-température), c'est pour ses possibilités de tomographie par contraste d'absorption à haute énergie (20-50 keV) que les essais ont été effectués sur cette ligne. PSICHÉ est en effet très adaptée aux expériences *in situ* en sciences des matériaux avec notamment des flux d'énergies importants, des résolutions spatiales intéressantes avec une très bonne qualité d'image et des platines permettant d'installer des montages plus ou moins exotiques.

Addendum : Principes de la tomographie aux rayons X

La tomographie aux rayons X ne sera que très brièvement présentée dans ce manuscrit, des ouvrages ou publications tels que [Landis et Keane, 2010, Thiery, 2013, Michiel *et al.*, 2013, Maire *et al.*, 2016, Hsieh, 2009, Maire et Withers, 2014] seront plus adaptés aussi bien pour le lecteur néophyte qu'avisé.

Il s'agit d'une technique non destructive, fondée sur l'interaction rayonnement X-matière de l'objet observé, qui permet d'obtenir une image volumique de ce dernier. Des enregistrements (projections) par des détecteurs (CCD, CMOS) du rayonnement transmis après avoir traversé l'objet sont réalisés suivant de multiples orientations. Ainsi collectées, les projections permettent par calcul de reconstruire mathématiquement des volumes numériques en niveaux de gris caractérisant des variations d'absorptions radiologiques et des différences de composition (hétérogénéités, vides, inclusions...) [Thiery, 2013]. Les sources de rayonnement peuvent être des tubes à rayons X (pour des tomographes dits de laboratoire) ou encore les synchrotrons. Les larges plages de résolutions accessibles – allant du mètre au nanomètre – rendent leur utilisation très intéressante dans de nombreux domaines et notamment dans la recherche en science des matériaux [Maire *et al.*, 2016].

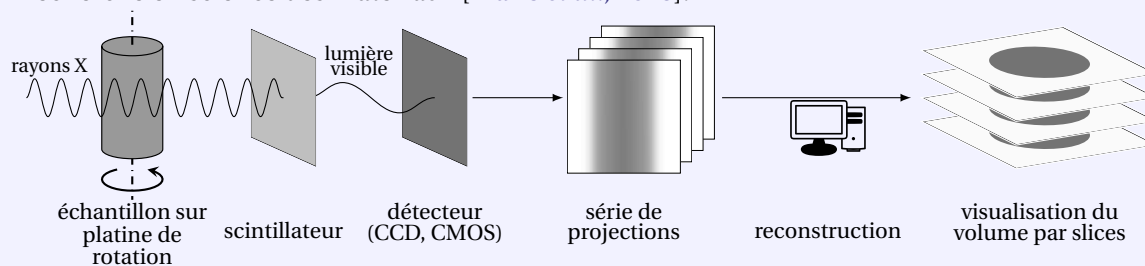


FIGURE 1.13 – Illustration du principe de la méthode de tomographie aux rayons X, d'après [Landis et Keane, 2010, Proudhon, 2015].

1.4.1.B Paramètres d'essai

Les éprouvettes Les éprouvettes utilisées dans cette étude sont les éprouvettes CNRB présentées dans le paragraphe 1.3.1. Il faut noter qu'elles sont petites pour deux raisons pratiques principales : permettre l'acquisition tomographique de l'ensemble de l'entaille, même déformée aux derniers instants de l'essai, en un seul scan (sans devoir choisir certaines zones de l'éprouvette ou "recoller" les volumes comme dans le cas de plus grandes éprouvettes) et surtout pour garder ce faisant une bonne résolution.

Machine de traction dédiée aux essais *in situ* en tomographie Le montage utilisé – appelé machine Bulky – a été conçu et réalisé au Centre des Matériaux. Il s'agit d'une petite machine de traction electro-mécanique spécialement pensée et conçue pour les essais *in situ* en tomographie aux rayons X. Cette dernière est présentée en figures 1.14(a) et (b) en configuration de scan (où est aussi illustré le capteur CMOS du synchrotron, très proche de l'échantillon). La photographie 1.15 illustre la machine en conditions d'essai, sur la platine de la ligne PSICHÉ.

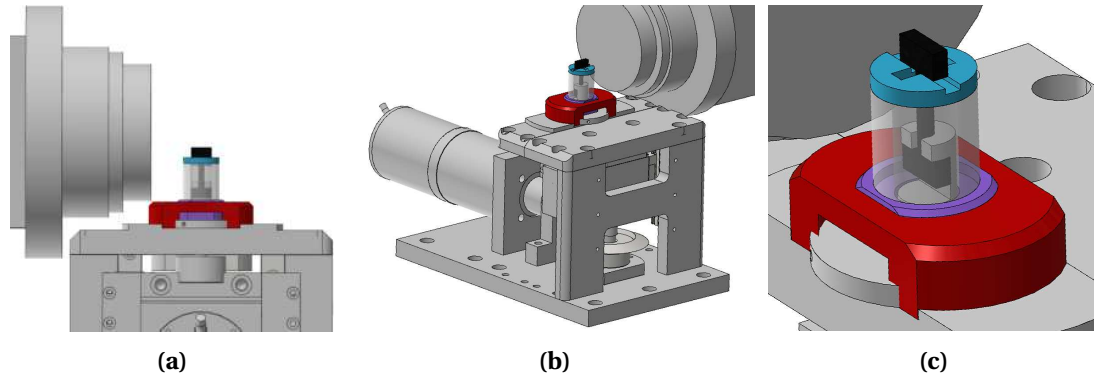


FIGURE 1.14 – Machine Bulky : configuration d'essai par suivi *in situ* de l'essai de traction (a) vue de profil et (b) vue de côté; (c) Zoom sur l'échantillon (ici en noir) installé dans les mors et visible à travers le tube de PMMA.

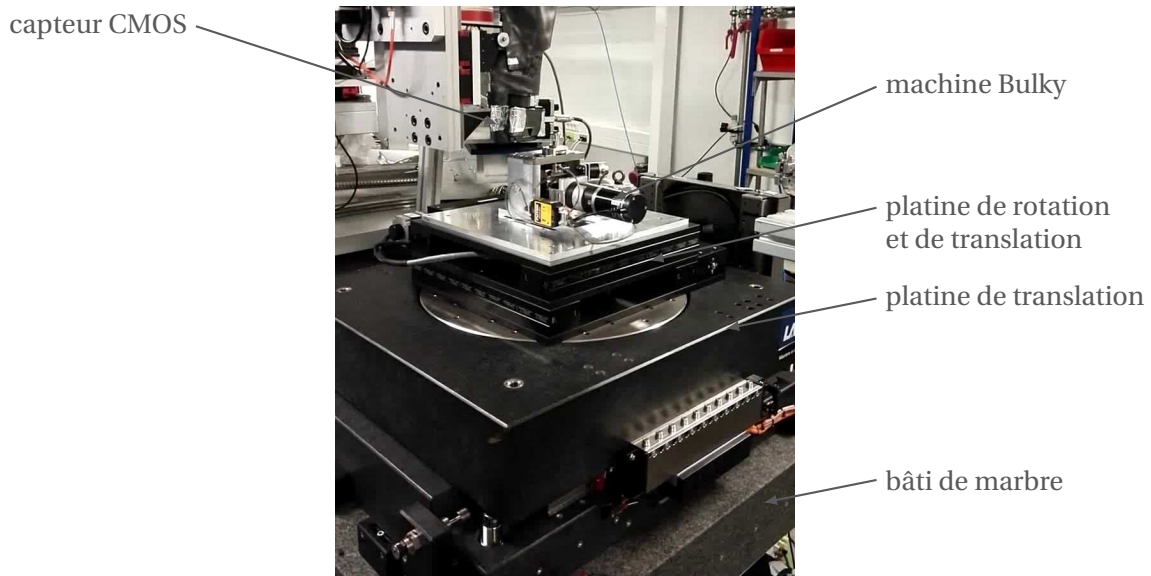


FIGURE 1.15 – Montage de l'essai (machine Bulky) au synchrotron.

Les éprouvettes sont maintenues à la verticale entre les mors et un moteur pas-à-pas (Phytron ZSS 52.200.1,2 GPL 52/3) contrôle le déplacement de la traverse inférieure (vers le bas). La grande précision du moteur est très utile pour appliquer des incréments de chargement faibles (comptenu de la taille des éprouvettes). La cellule de charge intégrée (FUTEK SERIE LCM 300 +/- 1000 lb) mesure la force résultante appliquée à l'échantillon. Un tube de PMMA (polyméthacrylate de méthyle) de 18 mm de diamètre et de 3 mm d'épaisseur (visible sur la figure 1.14(b)) sert de bâti entre les deux mors de la machine pour assurer la transmission de la charge sans obstruer les rayons X lors de la rotation de la platine sur 360°. En effet, ce tube est choisi en PMMA pour plusieurs raisons [Buffière *et al.*, 1999, Babout *et al.*, 2001, Buffière *et al.*, 2010] : le caractère amorphe de ce polymère permet

une absorption constante des rayons X lors de la rotation de l'échantillon (une structure cristalline entraînerait une diffraction non voulue des rayons X et par conséquent une atténuation dépendante de la position angulaire). Aussi, ce tube est-il ici considéré comme rigide : le rapport de section entre ce dernier et les éprouvettes testées est supérieur à 80 et d'autre part, le module d'Young du PMMA vaut plus du double de celui du PA11. Enfin, la machine a été calibrée et les résultats d'essais équivalents réalisés sur une machine INSTRON® 5866 ont été comparés pour valider le montage.

Venons-en aux spécificités de la machine Bulky. La conception de son bâti permet de rapprocher l'éprouvette (ou plutôt le tube de PMMA) au plus près (20 mm pendant les essais) du capteur CMOS. Elle est polyvalente et s'adapte aussi bien au tomographe du Laboratoire Navier (École des Ponts ParisTech) qu'aux lignes PSICHÉ de SOLEIL ou encore ID19 de l'ESRF. Un serveur TANGO permet de synchroniser les contrôles et les acquisitions à la fois les organes de la machines de traction (cellule de charge, moteur de déplacement de la traverse) que ceux associés au synchrotron (moteurs de la platine de rotation, capteur CMOS...) ce qui facilite grandement la préparation au préalable et la mise en place des essais lorsque le temps de faisceau est compté. Enfin, plusieurs types de mors interchangeables ont été conçus et permettent, outre les ancrages à encoches utilisés dans cette étude, d'utiliser des ancrages à goupilles.

Paramètres des essais de traction Les essais se sont déroulés de la manière suivante : un incrément en charge cible était imposé puis le moteur entraînait la traverse par pas de $4\mu\text{ms}^{-1}$ jusqu'à l'atteindre. Le déplacement était alors maintenu constant pendant 5 minutes pour permettre une relaxation des contraintes (dans le cas contraire, les déplacements internes et résiduels dans le matériau créent un flou sur les scans). Enfin, les radiographies de tomographie étaient réalisées. Ce cycle – chargement, relaxation, scan – était répété jusqu'à rupture de l'échantillon. La durée de l'essai de traction était de 90 minutes environ et deux échantillons ont été sollicités dans les mêmes conditions pour garantir la répétabilité et la représentativité de l'expérience. Avec ces essais, aucune acquisition vidéo des éprouvettes n'a été réalisée : les mesures d'ouverture d'entaille et de réduction de section d'éprouvette sont réalisées *a posteriori* sur les volumes de tomographie reconstruits.

Paramètres d'acquisition des scans tomographiques Le faisceau utilisé était un faisceau parallèle rose (initialement blanc mais filtré pour contrôler le spectre) avec un pic d'intensité autour de 25 keV. Le flux total perçu par l'échantillon était de $2,8 \times 10^{12}$ photons $\text{s}^{-1} \text{mm}^{-2}$. La fenêtre d'acquisition, imposée par les fentes situées entre la source de lumière et l'échantillon, était de $2,6 \times 2,6 \text{mm}^2$. Ce qui permettait d'acquérir en un unique scan, toute l'entaille de l'échantillon, même déformée. Les rayons X, après avoir traversé le tube de PMMA et l'échantillon, forment une radiographie sur un scintillateur de LuAG (Lutetium Aluminum Garnet) d'une épaisseur de 90 mm qui est ensuite recueillie par un capteur photographique CMOS (Complementary Metal-Oxide-Semiconductor, l'autre grande famille, plus connue, de capteurs photosensibles étant les CCD) Hamamatsu 2k après un grossissement $\times 5$ par des optiques. Les scans de tomographie étaient composés de 1500 radiographies prises sur 180° de rotation. Le temps d'exposition par radiographie était de 50 ms, un scan complet nécessitait 120 s. L'échantillon, placé à 20 mm du capteur, donnait alors un bon compromis entre absorption et contraste de phase.

Reconstruction Une fois les acquisitions de radiographies terminées, la reconstruction de chaque volume a été réalisée via le programme PyHST2 [Mirone *et al.*, 2013] installé à SOLEIL. L'algorithme de Paganin [Paganin *et al.*, 2002, Paganin, 2006] (implémenté dans PyHST2) est utilisé pour tirer parti du contraste de phase entre l'air et le PA11 (voir l'encadré 1.4.1.B). L'axe de rotation (recherché par optimisation puis à l'œil par l'opérateur) peut aussi être modifié pour améliorer la reconstruction et supprimer le plus possible d'artefacts de mesure ou de reconstruction (notamment les "ring artefacts")

[Hsieh, 2009, Boas et Fleischmann, 2012]). PyHST2 est doté d'un très bon algorithme pour enlever les rings artefacts [Paleo et Mirone, 2015]. Le bon rapport signal sur bruit a facilité l'analyse d'images présentée par la suite. Une transformation de recadrage de l'histogramme des niveaux de gris – tout en conservant sa dynamique permet de passer de volumes en 32 bit à 8 bit. Les volumes définitifs, de dimensions 2048^3 voxels, représentent 8 GB de données chacun et sont tous reconstruits de la même manière pour un essai. Pour un essai complet avec une vingtaine de scans effectués, les données à traiter sont conséquentes. Finalement, en termes de résolution, les volumes présentent des voxels isotropes de $1,3\mu\text{m}$ de côté. À ce stade, le logiciel ImageJ [Rasband, 2016] permet la visualisation des images volumiques par coupes orthogonales. Les premières observations seront illustrées et commentées en partie 1.4.1.C.

Addendum : Tomographie en contraste de phase

La haute cohérence spatiale du rayonnement synchrotron (de 3^{ème} génération et ultérieure) permet d'utiliser la technique de la tomographie en contraste de phase [Davis *et al.*, 1995, Snigirev *et al.*, 1995, Wilkins *et al.*, 1996, Cloetens, 1999, Maire et Withers, 2014, Proudhon, 2015] qui utilise la diffraction de Fresnel des rayons X. En effet, le faisceau donne lieu à un contraste supplémentaire à l'absorption par l'échantillon, appelé contraste de phase. Ce dernier est typiquement constitué de franges d'interférences aux interfaces entre deux régions de matériaux différents (ou cavités dans notre cas) et dépend de la distance échantillon-détecteur.

Plusieurs méthodes sont possibles pour obtenir des volumes de tomographie en contraste de phase. Réaliser plusieurs scans avec des distances objet-détecteur différentes [Cloetens *et al.*, 1996] est une solution mais c'est avec l'algorithme de Paganin [Paganin *et al.*, 2002, Paganin, 2006] qui ne requiert que des projections prises à une même distance (et permet donc un gain de temps conséquent) que la tomographie en contraste de phase s'est récemment développée. En utilisant un algorithme dit de *phase retrieval* (celui de Paganin implémenté dans le logiciel PyHST2 dans notre cas), il est alors possible de reconstruire la partie imaginaire de l'indice de réfraction en 3D. Enfin, Bradley *et al.* [Bradley *et al.*, 2010] ont montré la faisabilité de scans en contraste de phase avec une source polychromatique de tomographe de laboratoire mais la méthode reste beaucoup moins efficace qu'avec une source rayonnement synchrotron. Dans le cas où les coefficients d'atténuation des différents matériaux à observer (dans la présente étude : le polymère et l'air) sont très proches, le contraste d'absorption n'est pas suffisant pour permettre une bonne reconstruction des volumes (voir le cas sur la figure 1.16(a)). Les contours ou les interfaces dans le matériau (où se produit un saut de phase) sont alors accentués par cette méthode (les frontières sont bien visibles sur la figure 1.16(b)).

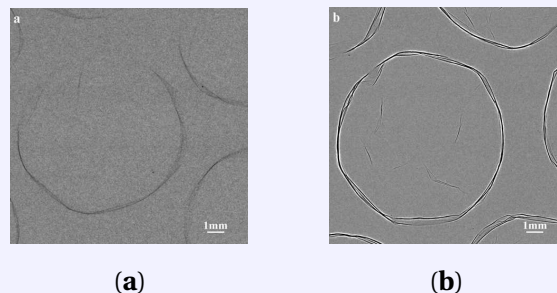


FIGURE 1.16 – Images obtenues (a) par absorption et (b) par contraste de phase (en régime détecteur de contours) de bulles d'air immergées dans du nylon (d'après les images du synchrotron Elettra de Trieste [Kaulich *et al.*, 2006]).

1.4.1.C Essais de traction suivis *in situ*

Résultats expérimentaux Les courbes en figure 1.17 sont présentées dans le même format que précédemment pour les essais de traction monotone. La courbe de consigne de la machine de traction est en escalier (figure 1.17(a)), marquant les différents paliers de chargement effectués (sur l'essai retenu) et les temps de relaxation imposés avant de réaliser les scans. Sur les deux essais effectués et illustrés sur les courbes contrainte-déformation en figure 1.17(b), seule la courbe bleu foncé est retenue puisque le nombre de paliers était plus important et permet de discrétiser l'évolution de la microstructure de manière plus précise. Néanmoins, les deux courbes présentent la même allure, la reproductibilité de l'essai est assurée. D'autre part, les courbes contrainte-déformation montrent les mêmes tendances que pour les essais monotones (figure 1.11). Les stades de déformation caractéristiques évoqués précédemment – montée en charge, pic de contrainte, adoucissement puis rhéo-durcissement – sont clairement visibles. Sur cette courbe de contrainte-déformation, les différents scans qui ont été réalisés (et utilisés dans ce qui suit) sont annotés θ pour le scan initial avant essai puis de n à x au cours de la déformation. Les valeurs respectives de NOD et RLS sont détaillées dans le tableau 1.3.

Il est intéressant de noter que la déformation à rupture des éprouvettes sollicitées par paliers de chargement est plus faible que dans le cas des essais monotones. Il est possible d'évaluer cette différence de déformation à rupture de l'ordre de 30%. Il semble que le caractère cyclique du chargement entraîne une rupture plus précoce du polymère. Les deux types d'essais ne sont pas entièrement comparables mais l'accent est porté ici sur les différents stades caractéristiques, qui eux le sont (et dans les mêmes gammes de charges mesurées). Chronologiquement et compte-tenu de la courbe contrainte-déformation, il est possible d'associer les différents scans réalisés pendant l'essai aux stades caractéristiques du matériau :

- Le premier stade d'ouverture d'entaille : plusieurs scans ont été effectués mais aucune porosité n'est distinctement visible. Les scans en question ne seront pas étudiés dans ce qui suit. Seul le scan n est illustré en figures 1.18(a) et (b), ces coupes montrent un matériau sain, sans cavité (les images 1.18(a) et (b) sont anticipées ici et seront détaillées dans le paragraphe suivant).
- Le stade de ré-entaillage : de o à u . Les scans o et u correspondant au pic de contrainte et à la fin de l'adoucissement, respectivement.
- Le dernier stade d'ouverture d'entaille : de v à x . Le scan v marque le début du rhéo-durcissement qui se termine par le scan x , le dernier avant la rupture de l'éprouvette.

Premières observations des scans tomographiques : analyse qualitative Après reconstruction, il est possible de visualiser des coupes orthogonales dans l'image volumique avec le programme ImageJ [Rasband, 2016] comme illustrées en figure 1.18. Notons que l'axe Z des volumes est colinéaire à la direction de chargement et XY constitue un plan perpendiculaire. Ces images sont directement exploitables, les contours de l'éprouvette sont bien visibles. Les zones sombres révèlent une matière moins dense et renseignent sur les vides ou pores présents dans le polymère (sur les figures 1.18(c) à (g)). Les zones blanches sont dues au contraste de phase aux interfaces matière-vide. Notons que les cercles réguliers présents sur les images 1.18(a) et (c) sont les rings artefacts résiduels après la reconstruction et la correction. Ces anneaux sont assez discrets et n'ont pas été gênants pour la segmentation.

Les images 1.18(a) et (b) correspondent au scan n (soit juste avant le pic de contrainte) où le polymère semble encore sain (ne présente pas de pores évidents). Au contraire, les images 1.18(c) et (d), du scan o suivant, montrent les premières cavités clairement visibles – à la résolution de l'expérience

TABLEAU 1.3 – Indices des scans de tomographie pris *in situ* au long de l'essai de traction avec les valeurs correspondantes de la déformation ($\varepsilon = \frac{\Delta l}{l_0}$), rapport de la déformation sur la déformation à rupture ($\frac{\varepsilon}{\varepsilon_R}$), Notch Opening Displacement ($NOD = \delta - \delta_0$) et Radial Logarithmic Strain ($RLS = \ln\left(\frac{a_0}{a}\right)$). La déformation à rupture est $\varepsilon_R = 0,10$. Les valeurs sont prises sur les courbes bleue des figures 1.17(c) and (d) (plus de paliers ont été réalisés avec cette éprouvette plutôt qu'avec celui correspondant à la courbe claire sur la même figure).

Paliers	o	p	q	r	s	t	u	v	w	x
ε [-]	0,043	0,046	0,050	0,053	0,057	0,060	0,063	0,070	0,077	0,094
$\frac{\varepsilon}{\varepsilon_R}$ [-]	0,43	0,46	0,50	0,53	0,56	0,60	0,63	0,70	0,77	0,94
NOD [mm]	0,29	0,31	0,42	0,42	0,48	0,53	0,59	0,69	0,79	1,07
RLS [-]	0,17	0,19	0,26	0,28	0,31	0,33	0,38	0,46	0,51	0,59

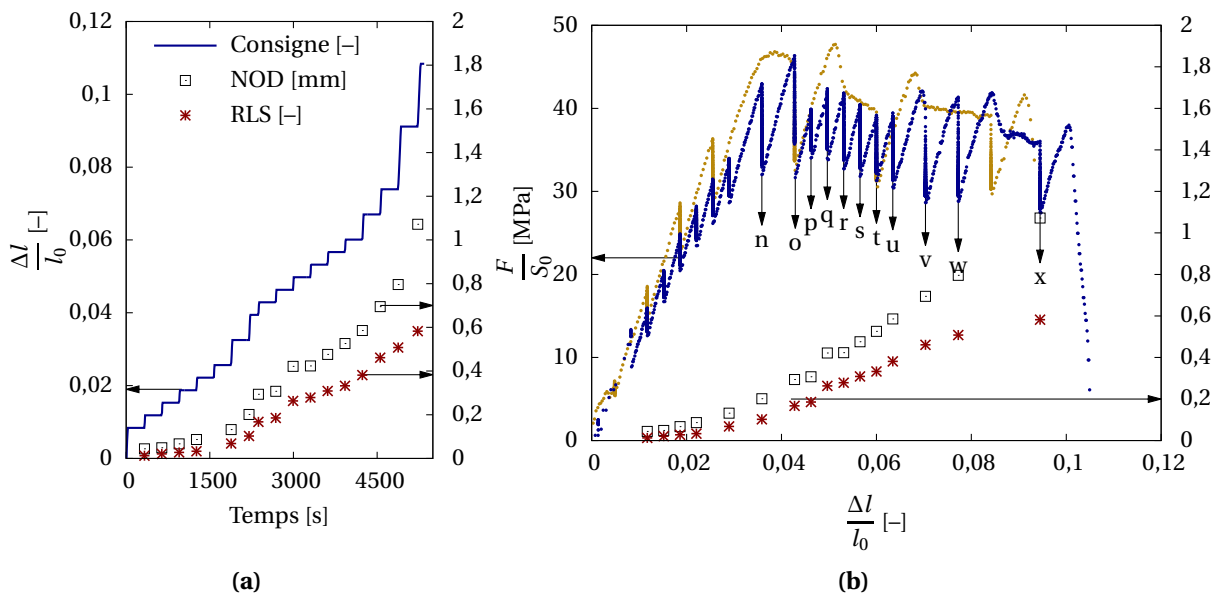


FIGURE 1.17 – (a) Consigne, NOD et RLS (pour l'essai retenu) ; (b) Courbes contrainte-déformation des essais de traction réalisés et suivis *in situ* en tomographie, NOD et RLS pour l'essai retenu (courbe bleue).

– localisées sur la section minimale de l'échantillon. Les premiers stades de la cavitation semblent apparaître au cours de la non linéarité précédant le pic de contrainte. Il s'agit de la germination des pores ou de leur croissance à une taille permettant leur détection par l'opérateur en visualisant les volumes reconstruits. Enfin, en guise de comparaison, les images 1.18(e), (f) et (g) représentent plusieurs coupes de l'éprouvette au dernier palier avant la rupture. Les cavités sont bien évidentes et envahissent une importante zone de l'entaille. Deux types de populations sont présentes dans le nuage de porosité : des vides de type larges mais plats ("penny-shaped" ou oblate) plus près des épaulements de l'entaille et d'autres de type plutôt fins mais allongés ("cigar-shaped" ou prolate) au centre

de l'entaille.

Ces observations ne peuvent constituer qu'une première approche qualitative. Dans ce qui suit, un traitement d'image systématique permettra de réaliser une étude quantitative.

Quelques commentaires

- ▷ Laiarinandrasana *et al.* [Laiarinandrasana *et al.*, 2012] ont montré que les cavités mises en évidence sur des éprouvettes testées, déchargées puis scannées de manière *ex situ* sont les mêmes que celles obtenues sur des scans suivis *in situ*. Tous les résultats présents pourront donc être comparés avec la littérature sur les scans *ex situ* en particulier. Justement, le fait de retrouver différents types de pores en fonction de leur localisation au sein même de l'éprouvette a déjà été établi [Laiarinandrasana *et al.*, 2010, Laiarinandrasana *et al.*, 2016a, Selles *et al.*, 2016a] sur le PA6 et où les cavités présentaient une forme particulière appelée "polar-fan" (forme allongée de cigare séparée par de fines parois de matière). Farge *et al.* [Farge *et al.*, 2013b] ont observé ces mêmes polar-fans sur le HDPE et le PP. Néanmoins, sur le PA11, ce type de forme n'est pas évidente, voir l'image 1.18(f). Les cavités observables semblent être d'un seul tenant. La résolution était inférieure dans les travaux sus-cités (0,7 μm et 1,0 μm pour [Laiarinandrasana *et al.*, 2010, Laiarinandrasana *et al.*, 2016a, Selles *et al.*, 2016a] et [Farge *et al.*, 2013b], respectivement, contre 1,3 μm pour la présente étude) et pourrait expliquer la difficulté à observer ces séparations dans les cavités allongées. Toujours est-il que s'il doit y avoir des pores de type "polar-fan", ils seront dans la zone centrale de l'éprouvette en 1.18(f), là où la triaxialité des contraintes initiales était modérée (traction uniaxiale locale) [Selles *et al.*, 2016a].
- ▷ Le peu de cavités observées au cœur de l'entaille au pic de contrainte (scan *o* en figure 1.18(c) et (d)) ne permet pas de justifier le blanchiment qui semble apparaître de toute évidence légèrement avant ce pic de contrainte sur les éprouvettes sollicitées en traction monotone étudiées précédemment (en partie 1.3.2). Le scénario établi par Farge *et al.* [Farge *et al.*, 2013b] semble pertinent et correspondre à nos observations : des nano-cavités confinées au cœur de l'entaille (donc non visibles à la résolution de 1,3 μm) sont présentes et changent progressivement les propriétés optiques du matériau. C'est ce qui explique l'apparition du blanchiment avant celle des cavités micrométriques.
- ▷ La question de savoir si la méthode de tomographie chauffe ou dégrade le matériau se pose naturellement. La réponse apportée est négative : la dose de rayons X durs absorbée par l'échantillon après plusieurs scans au cours de l'essai ne semble pas avoir affecté le matériau. En effet, outre les similarités des courbes contrainte-déformation entre les essais monotones réalisés au laboratoire et ceux suivis *in situ* au synchrotron, la cohérence des observations des cavités faite dans cette étude avec la littérature conforte cette idée. Le matériau est transparent aux rayons X avec une forte intensité comme celle utilisée pour l'expérience, il n'absorbe pas et donc ne chauffe pas. Autre argument, les échantillons de PA11 ne brunissent pas – ce qui est, par exemple, le cas du tube de PMMA après une campagne importante ou le PVF2 [Laiarinandrasana, 2016] – signe que le matériau n'a pas été dégradé par les rayonnements X.
- ▷ Enfin, le taux de cristallinité est un paramètre très important lorsqu'il s'agit d'un polymère semi-cristallin puisqu'il va influencer ses propriétés mécaniques. Malheureusement, la méthode de tomographie seule ne permet pas de mesurer ni de rendre compte d'une quelconque évolution du taux de cristallinité dans l'échantillon. C'est pourquoi il ne sera pas évoqué par la suite.

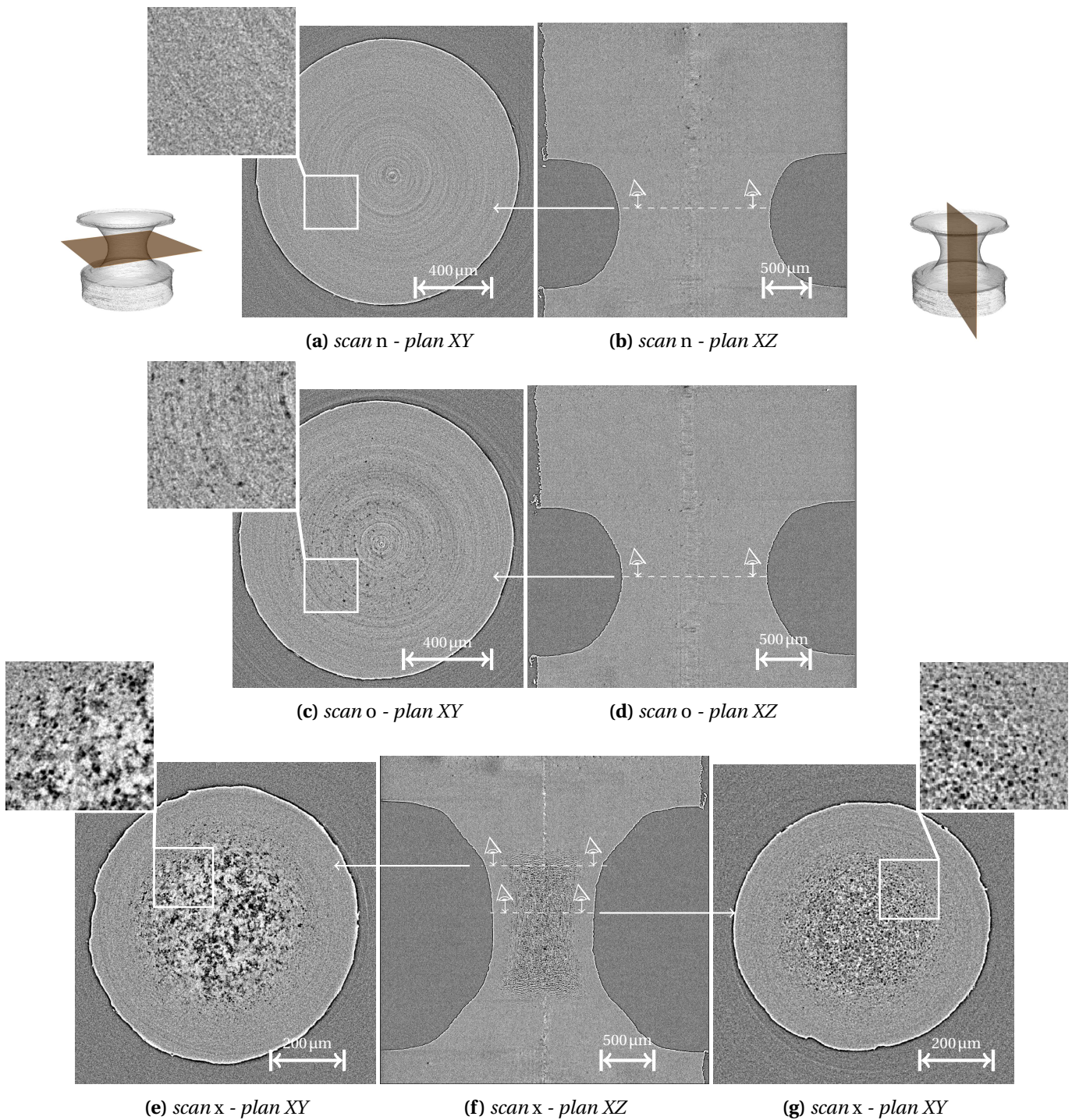


FIGURE 1.18 – Images issues des scans tomographiques : juste avant le pic de contrainte avec une coupe suivant (a) le plan XY à la section minimale et (b) le plan XZ contenant l'axe de révolution de l'éprouvette; au pic de contrainte avec une coupe suivant (c) le plan XY à la section minimale et (d) le plan XZ contenant l'axe de révolution de l'éprouvette; juste avant la rupture avec (e) le plan XY près des épaulements de l'entaille, (f) le plan XZ contenant l'axe de révolution de l'éprouvette et (g) le plan XY à la section minimale. Les plans de coupe sont illustrés en rouge sur les représentations 3D.

1.4.2 Vers une analyse quantitative

Pour affiner les observations faites sur la figure 1.18, et avant tout traitement d'images volumiques, intéressons-nous à l'utilisation de la transformée de Fourier (rapide ou FFT de l'anglais Fast Fourier Transform) sur les images de tomographie.

1.4.2.A Analyse des volumes par la transformée de Fourier

Fondée sur les images brutes (sans seuillage), la méthode consiste à analyser les images non plus en représentation spatiale de l'intensité réelle (où les niveaux de gris sont considérés) mais en représentation fréquentielle, *i.e.* dans l'espace réciproque. Cette méthode permet de mettre en évidence les caractéristiques fréquentielles des images. La transformée de Fourier d'une fonction à deux variables – qui n'est autre ici que la fonction discrète des niveaux de gris de l'image en (x, y) – est, en général, complexe. L'amplitude ou le module d'amplitude de cette transformée de Fourier est appelée spectre (la phase ne sera pas étudiée ici), il s'agit de la racine carrée de la somme des carrés des parties imaginaire et réelle de cette transformée de Fourier. Le spectre contient des informations intéressantes telles que la périodicité de l'image, les motifs et leurs orientations : la texture. Notons que la méthode entraîne une perte totale de l'information de la localisation de ces fréquences. Sur une image, la fréquence représente le changement d'intensité de celle-ci. Les basses fréquences étant des régions floues, homogènes ne présentant pas de changement brutal de niveaux de gris. À l'inverse, les hautes fréquences sont les contours, les détails ou le bruit. Dans notre étude, une taille d'objets et la caractérisation de l'anisotropie peuvent être analysées. Cette méthode a été utilisée par Blaise *et al.* [Blaise *et al.*, 2010, Blaise *et al.*, 2012] ainsi que dans ses travaux de thèse [Blaise, 2011].

Des sous-volumes (appelés aussi ROI) de $200 \times 200 \times 200$ voxels³ sont extraits des scans de tomographie tels que leur centre coïncide avec celui de l'entaille de l'éprouvette aux différents instants du chargement. Les trois axes (X, Y et Z) des volumes sont considérés. Sur chaque axe, on calcule la moyenne (centrée) du module de la FFT des 200 images 2D. La méthode est illustrée en figure 1.19 et les résultats sont présentés en échelle logarithmique (permettant ainsi de réhausser les contrastes de l'image du spectre) dans l'espace réciproque en figures 1.20 où le plan XY des images est orthogonal à la direction de chargement et 1.22 où le plan (XZ ou YZ) est parallèle au plan contenant l'axe de révolution de l'éprouvette (compte-tenu de la symétrie, une seule direction est retenue, les plans XZ). Les images en intensité réelle (sélectionnées au cœur du sous-volume) sont ajoutées aux figures précédentes et permettent d'illustrer le développement d'objets dans les volumes. Enfin, la FFT est centrée pour présenter la fréquence nulle au centre de l'image, les hautes fréquences se trouvent alors vers les bords de l'image.

Quelques remarques liminaires Les images de tomographie illustrées en figure 1.18 laissent apparaître des zones sombres, moins denses, que sont les cavités dans le polymère. La FFT permet de distinguer des motifs dans les images étudiées et le travail de cette partie consistera à déterminer *in fine* s'il s'agit en réalité des cavités mises en évidence (et segmentées par la suite). Ces motifs permettent d'isoler des entités qui seront appelées objets dans cette section sur la méthode FFT, conformément aux travaux de l'université de Lorraine [Blaise *et al.*, 2010, Blaise, 2011, Blaise *et al.*, 2012, Farge *et al.*, 2013a, Farge *et al.*, 2013b]. La dimension du ROI est ici grande – relativement au volume de l'entaille – pour garantir un signal FFT de bonne qualité mais nous verrons que cela apporte des contreparties.

Résultats de la FFT sur les plans XY (orthogonaux à la direction de chargement) Les images de la figure 1.20 présentent les résultats au cours de l'essai avant même le pic de contrainte (du scan m) jusqu'à l'amorçage de la rupture (scan x). Comme discuté précédemment, les objets sont visibles sur les scans précédant le pic de contrainte en o , mise à part la présence d'anneaux qui

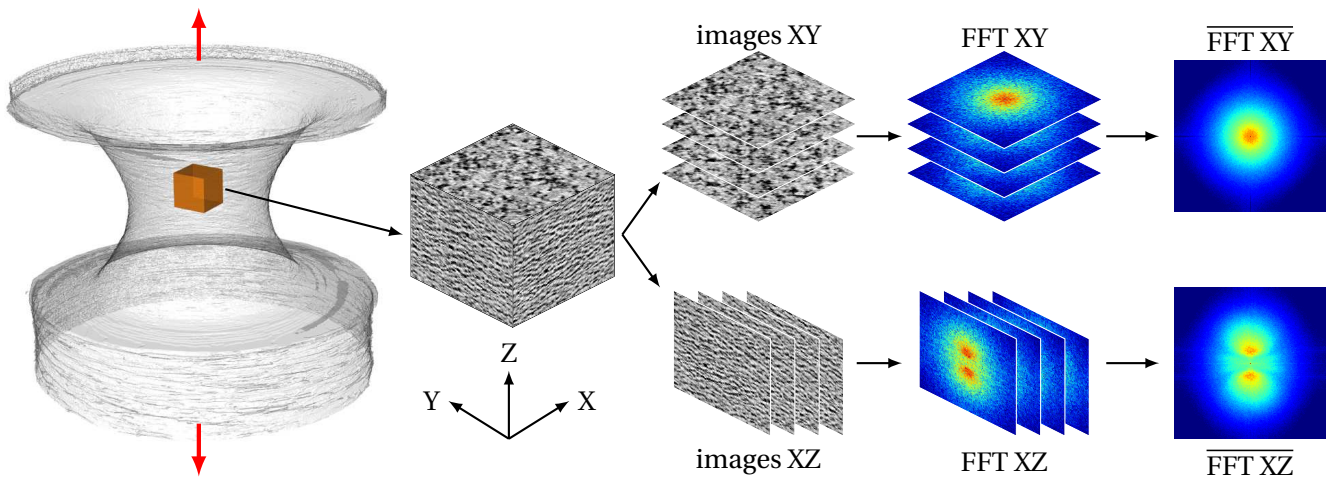


FIGURE 1.19 – Illustration de la méthode de la transformée de Fourier sur un sous-volume du scan t . La direction de sollicitation de l'éprouvette est colinéaire à l'axe Z et symbolisée par des flèches rouges.

sont assez marqués. Les motifs FFT sont subtils et diffus, il n'y a pas un halo bien défini. C'est à partir des premiers objets clairement distinguables à l'œil (en o) que le motif FFT commence à être intéressant. Les halos de la FFT dans l'espace réciproque sont circulaires. Cela signifie que dans cette direction d'observation, le volume est isotrope : les objets sont globalement des disques et répartis de manière aléatoire. Le signal FFT ne fait cependant pas apparaître d'ondulations évidentes (anneaux concentriques) et caractéristiques de la taille des objets présents dans l'image (comme c'était le cas dans les travaux de Blaise *et al.* sur le PEHD [Blaise *et al.*, 2010, Blaise, 2011, Blaise *et al.*, 2012]).

Poursuivons l'étude et réalisons une intégration angulaire (qui n'est valable que dans le cas où le motif est isotrope et centré). L'image FFT (x, y) est transformée en coordonnées polaires (r, θ) avec pour centre celui de l'image de la FFT (où la fréquence est nulle). Ensuite, pour un rayon r donné, les valeurs d'intensité sont moyennées sur tous les θ . On représente alors le profil de l'intensité (en échelle logarithmique) en fonction de la fréquence spatiale, notée f_{sp} , exprimée en pixel^{-1} . Le résultat est illustré en figure 1.21. Ce graphe ne présente pas de pic caractéristique et sur aucune des courbes au cours du chargement. Cela signifie qu'il y a une multitude d'objets de tailles différentes au sein du sous-volume choisi (et à l'échelle de la résolution des scans, *i.e.* micrométrique). Ce sous-volume est en effet relativement grand par rapport au volume de l'entaille donc il peut exister un gradient de tailles d'objets dans celui-ci (ce qui sera montré par la suite). Pour autant, avec des sous-volumes plus petits (100 voire 50 voxels de côté) les courbes de profil d'intensité sont similaires et ne font pas apparaître de pic.

Il est cependant utile de remarquer qu'un épaulement prend naissance et se développe au cours de l'essai. La fréquence radiale de ce changement de pente est initialement visible au scan q tel que $f_{sp} = 0,04 \text{ pixel}^{-1}$, ce qui correspond à une longueur caractéristique de $l = 32,5 \mu\text{m}$. Cette longueur évolue et atteint une valeur de $l = 43 \mu\text{m}$ ($f_{sp} = 0,015 \text{ pixel}^{-1}$) au scan u . Puis finalement, à l'amorçage de la rupture, au scan x , cet épaulement présente une fréquence radiale plus importante (d'où une longueur caractéristique plus faible) telle que $l = 12 \mu\text{m}$ ($f_{sp} = 0,11 \text{ pixel}^{-1}$). Ces longueurs caractéristiques données par les épaulements des profils de l'intensité peuvent renseigner sur une taille moyenne des objets. Ces valeurs vont dans le bon sens de ce qu'on observe sur les images en intensité réelle : les objets apparaissent d'abord avec une dimension assez faible, celle-ci croît pendant l'adoucissement puis décroît finalement pendant le rhéo-durcissement. Ces diamètres d'objets sont néanmoins assez élevés et peuvent paraître surprenants. Il s'agit aussi peut-être d'une longueur caractéristique de distance entre objets distincts. Ce point n'est pas élucidé en l'état actuel

des choses. Aussi, est-il pertinent d'ajouter que le maximum d'intensité des profils de la figure 1.21 (pour une fréquence spatiale proche de zéro) chute à partir du rhéo-durcissement. Cette valeur initiale de l'intensité caractérise le niveau de gris moyen du volume et est d'autant plus forte que le niveau de gris moyen est élevé (proche du blanc). Le contraste de phase utilisé lors des scans et qui se matérialise par des interfaces blanches est la raison de l'affaissement des valeurs maximales d'intensité : vers la fin du rhéo-durcissement, il y a de plus en plus d'objets (et donc de contours) mais avec des interfaces plus fines et moins marquées : le niveau de gris moyen décroît.

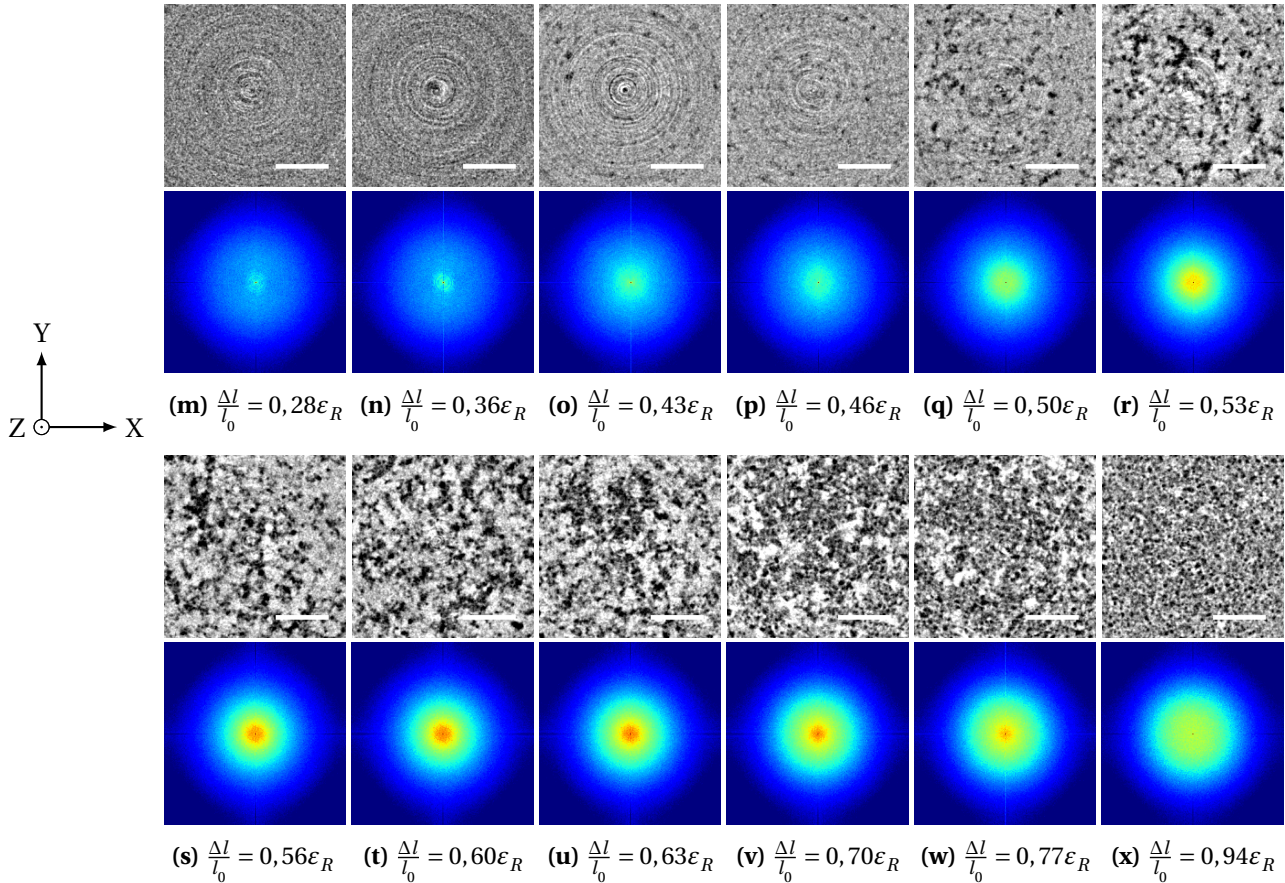


FIGURE 1.20 – Premier rang : images du plan XY en intensité réelle et choisies au centre du sous-volume (la barre d'échelle correspond à 100 μm , Z est la direction du chargement) ; Second rang : intensités moyennes en échelle logarithmique dans l'espace réciproque de la transformée de Fourier des images des plans XY du sous-volume au centre de l'éprouvette et au cours du chargement.

Résultats de la FFT sur les plans XZ Les motifs de la FFT dans les plans XZ présentés en figure 1.22 sont cette fois clairement anisotropes, la forme en papillon en témoigne. Le motif du halo dans l'espace réciproque, s'étire dans le sens de sollicitation et exprime une anisotropie des objets dont l'orientation y est perpendiculaire. Puis le halo s'élargit dans le plan horizontal et suggère alors un allongement des objets dans la direction Z de sollicitation en fin d'essai. Il est cependant délicat d'en tirer directement des conclusions sur la forme des objets en présence mais une autre analyse peut être réalisée.

Transformons, de la même manière que précédemment, cette image FFT dans l'espace réciproque en coordonnées polaires dont le centre de l'image coïncide avec celui du nouveau repère. On détermine le rayon où le pic d'intensité des images FFT (de la figure 1.22) se manifeste. On trace alors la variation

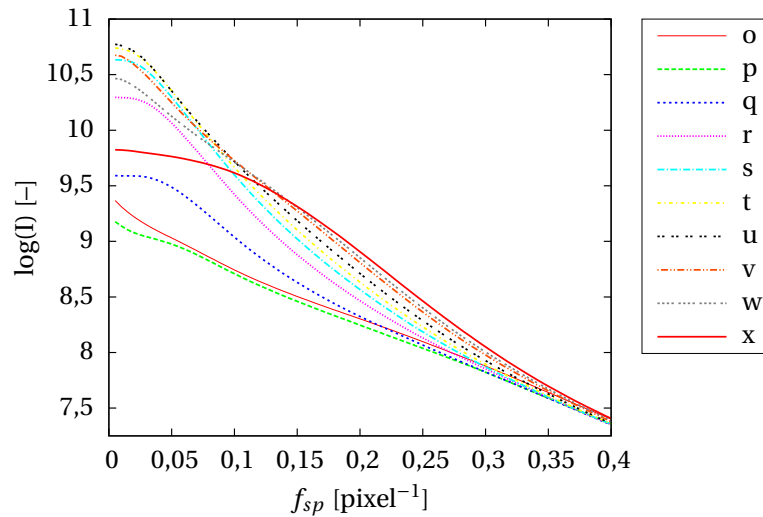


FIGURE 1.21 – Profils radiaux de l'intensité en fonction de la fréquence spatiale pour les transformées de Fourier des images orthogonales à la direction de chargement.

angulaire de l'intensité correspondant à ce rayon particulier pour chaque scan. La figure 1.23(a) présente le résultat pour les scans réalisés du pic de contrainte (*o*) jusqu'à l'amorçage de la rupture (*x*). Les angles 0° et $\pm 180^\circ$ coïncident avec l'axe Z des scans de tomographie (direction de chargement), les angles $\pm 90^\circ$ correspondent à l'axe X. Les courbes aux premiers stades de la cavitation présentent de faibles amplitudes d'intensité. Peu d'objets sont visibles et le motif de la FFT est assez subtil et diffus. La variation angulaire de l'intensité augmente progressivement au cours du chargement (et ainsi l'anisotropie), marquée par deux pics de forte intensité en 0° et $\pm 180^\circ$ sur le graphe 1.23(a) correspondant à la direction du chargement de l'éprouvette. Cela signifie que le volume est fortement texturé dans la direction orthogonale (X ou Y). C'est bien ce qui est observé sur les images correspondantes des objets en intensité réelle en figures 1.22(q) à (u) où ceux-ci apparaissent initialement perpendiculaires à la direction de chargement et bien plus larges que hautes (ce qui est aussi en accord avec la littérature sur la cavitation). À partir du scan *v*, qui marque le début du rhéo-durcissement, les pics visibles sur les figures de FFT en 1.22(s) à (u) disparaissent. Les doubles pics d'intensité perdent en amplitude jusqu'à changer de sens progressivement (graphe 1.23(a)). Le scan *x* marque le début d'une inversion de direction d'anisotropie : l'intensité est maximale pour $\pm 90^\circ$ donc la texture de l'image en intensité réelle est cette fois alignée suivant l'axe Z. Les objets sont alors allongés dans la direction de sollicitation. La situation isotrope (où les objets sont globalement isotropes donc sphériques et répartis de façon homogène) n'a pas été scannée mais se situe vraisemblablement pendant le stade de rhéo-durcissement entre *w* et *x*.

De ces variations angulaires de l'intensité des FFT aux pics remarquables, calculons le coefficient d'anisotropie au cours de la déformation. Celui-ci s'exprime selon la relation 1.9 donnée par Blaise dans les travaux sus-cités.

$$A\left(\frac{\Delta l}{l_0}\right) = A(\varepsilon) = \frac{I_H(\varepsilon) - I_V(\varepsilon)}{I_H(\varepsilon) + I_V(\varepsilon)} \quad (1.9)$$

Le terme I_V (respectivement I_H) correspond à l'intensité de la variation angulaire à la position verticale, soit 0° et $\pm 180^\circ$ (respectivement à la position horizontale, soit $\pm 90^\circ$). Le résultat est présenté sur le graphe de la figure 1.23(b). Cette fonction A présente l'intérêt d'être continue entre -1 (dans le cas où la texture de l'image est très anisotrope dans le sens transverse à la direction de chargement) et +1 (où la texture de l'image est totalement anisotrope également mais dans la direction de

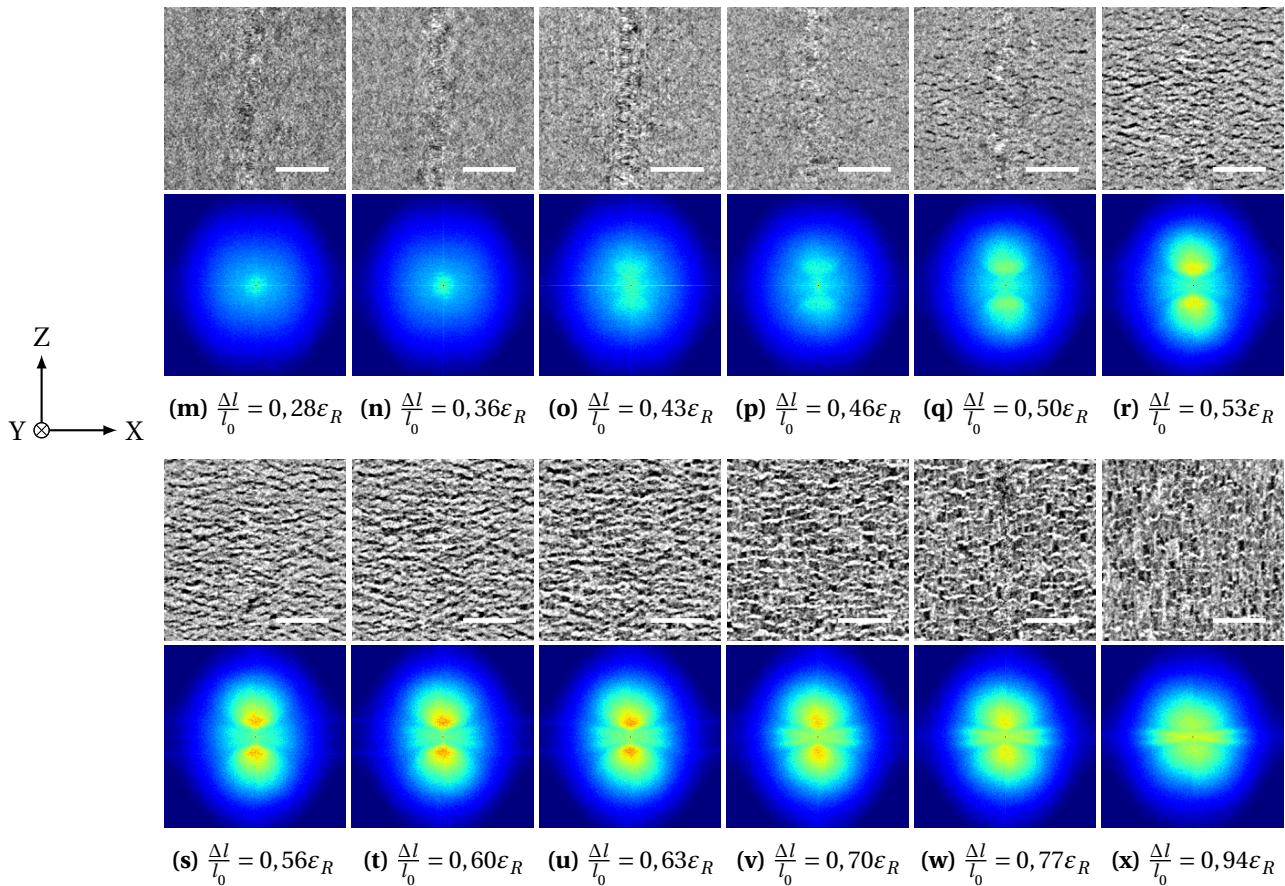


FIGURE 1.22 – Premier rang : images du plan XZ en intensité réelle et choisies au centre du sous-volume (la barre d'échelle correspond à 100 μm, Z est la direction du chargement) ; Second rang : intensités moyennes en échelle logarithmique dans l'espace réciproque de la transformée de Fourier des images des plans XZ du sous-volume au centre de l'éprouvette et au cours du chargement.

sollicitation cette fois). Lorsque $A = 0$, le volume est isotrope dans la direction d'observation. D'après le graphe 1.23(b), la microstructure présente initialement, au scan o , une faible anisotropie transverse et non nulle (certainement due aux ring artefacts ou à d'éventuels objets déjà créés). L'anisotropie transverse va fortement augmenter pour atteindre son maximum en valeur absolue au scan s . L'image en intensité réelle de la figure 1.22(s) illustre bien cette forte anisotropie transverse. Les objets sont larges mais fins (assimilables à des craquelures) et perpendiculaires à la direction de sollicitation de l'éprouvette. Ensuite, la déformation de l'éprouvette augmentant, l'indice d'anisotropie se rapproche de la valeur 0. Un changement de la morphologie de la microstructure s'opère au cœur du sous-volume : l'anisotropie transverse diminue et tend vers une anisotropie longitudinale (certes faible) qui correspond à des objets allongés dans la direction Z.

Le fort indice d'anisotropie transverse obtenu au cours de l'adoucissement (notamment au scan s avec $A = -0,92$ comme évoqué précédemment) est assez largement supérieur à celui obtenu par Blaise *et al.* dans leurs travaux sur le PEHD [Blaise *et al.*, 2010, Blaise, 2011] (où l'indice d'anisotropie atteignait $A = -0,3$). Il peut être imputé à la géométrie de l'éprouvette utilisée ici. La triaxialité de contraintes apportée par l'entaille amplifie *a priori* le développement des objets transverses, contrairement à un essai sur éprouvette lisse et plate (comme étudiée par Blaise *et al.*). À l'inverse, l'indice d'anisotropie ne dépasse pas 0,02 dans la présente étude, on assiste à une rupture de

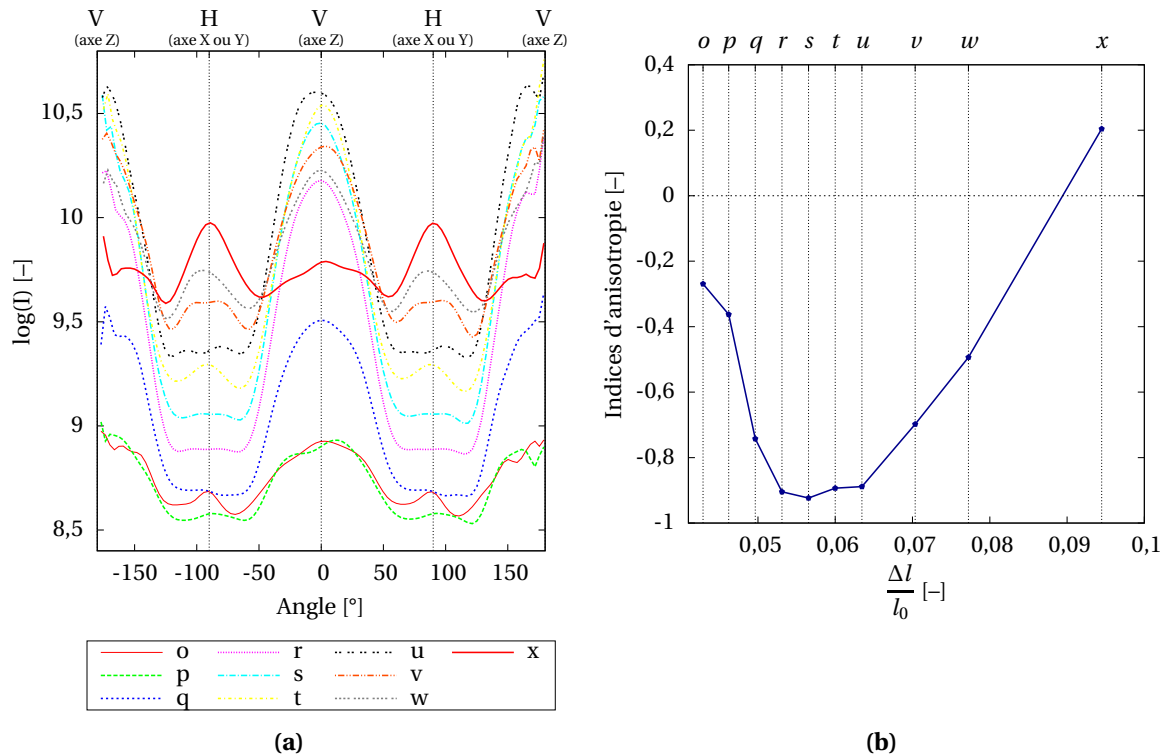


FIGURE 1.23 – (a) Variations angulaires de l'intensité des transformées de Fourier à la fréquence spatiale du pic pour les images des plans XZ; (b) Indices d'anisotropie associés aux scans o à x en fonction de la déformation au cours de l'essai.

l'éprouvette alors que les objets sont assez peu allongés par rapport à l'état fibrillaire qu'obtiennent Blaise *et al.* aux grandes déformations et en fin d'essai sur les éprouvettes lisses. Un point commun tout de même, le minimum de cet indice d'anisotropie semble correspondre, d'après Blaise *et al.*, à la striction de l'éprouvette et c'est aussi ce qui est observé dans la présente étude. Le stade de ré-entailage – striction de l'entaille originelle usinée – qui se développe entre les scans o et u marque la chute de l'indice d'anisotropie pour atteindre son minimum au cours de ce stade. Ainsi, l'indice d'anisotropie (microscopique et dans l'épaisseur de l'éprouvette) calculé par FFT peut traduire la formation d'une striction (macroscopique et surfacique) sur l'échantillon sollicité. Ce résultat est important puisqu'il est aussi vrai sur une éprouvette axisymétrique entaillée que plate et lisse.

Les résultats obtenus avec l'apport de la transformée de Fourier (sans segmentation et à partir des images brutes en niveaux de gris) permettent de mettre en évidence de manière objective les premières observations qui avaient été faites sur les cavités : les premiers stades de la cavitation apparaissent vraisemblablement autour du pic de contrainte (correspondant au scan o de tomographie). De plus, les dimensions caractéristiques des cavités ainsi que leurs morphologies évoluent au cœur de l'entaille avec la déformation de l'éprouvette. L'anisotropie de l'endommagement est ici manifeste. L'analyse de la FFT dans la direction d'observation XZ révèle une profonde modification de la microstructure au cours de l'essai avec un changement de morphologie et d'orientation principale des cavités.

Plusieurs choses sont néanmoins à garder à l'esprit. Les profils de la figure 1.21 ne sont pas tout à fait conformes à l'attendu : il n'y a pas de pic caractéristique des tailles d'objets (ce qui est équivalent à l'absence d'anneaux concentriques sur les figures 1.20 de FFT dans l'espace réciproque). Cela indique qu'il y a beaucoup d'objets de tailles différentes dans le sous-volume choisi et que les niveaux de gris permettent difficilement par la méthode de la transformée de Fourier de séparer matrice

dense et objets moins denses. Le choix du seuil en traitement d'images sera capital pour avoir des résultats cohérents. Le fait que les scans aient été réalisés en contraste de phase peut limiter la portée et l'utilisation de la méthode de la FFT. Les volumes ne sont pas biphasés mais multiphasés. La méthode ne révèle pas l'existence d'objets clairement identifiables puisque ne présentant pas de contrastes bien différents. L'épaulement des profils de la figure 1.21 est néanmoins intéressant et symptomatique d'une distance caractéristique dans le volume (celle des pores ou de la distance les séparant). Les valeurs dimensionnelles précédemment évoquées pourront être discutées à la suite du traitement d'images.

1.4.2.B Traitement d'images volumiques

Voyons maintenant comment le traitement d'images volumiques peut apporter des informations qualitatives et quantitatives sur les cavités dès leur détection (à la résolution de l'expérience). Les volumes reconstruits (écrits en binaires avec une extension *.raw*) feront l'objet d'un traitement d'images automatisé. Une procédure a été établie et implémentée sous Python et s'appuie sur des modules et bibliothèques disponibles (et libres de droit) que sont *scipy* [Jones *et al.*, 2016] et *skimage* [van der Walt *et al.*, 2014]. Les différentes étapes du traitement d'images sont les suivantes :

1. **Définition du masque de l'éprouvette.** Il s'agit de dissocier le fond de l'éprouvette. La binarisation consiste à détecter les contours avec un filtre sobel [Sobel, 1990] puis de définir deux régions à l'aide de marqueurs. L'opération est illustrée en figure 1.24(a) et (b).
2. **Isoler les cavités de la matrice.** À partir du masque défini, un seuillage en niveau de gris est réalisé uniquement dans la région de l'éprouvette. Un seuil uniforme est choisi pour tous les scans réalisés. Un volume est généré avec les cavités uniquement. Cette segmentation est illustrée en figure 1.24(c) et (d) sur deux scans différents.
3. **Labellisation et individualisation des cavités.** Les volumes créés contiennent à ce stade tous les objets suivants : les pores, le bruit ou artefacts de reconstruction. Une opération d'érosion est effectuée pour séparer chaque objet correctement. Cette étape s'est avérée nécessaire tout particulièrement dans les zones densément endommagées et où les cavités sont de type penny shape et très proches les unes des autres. Une labellisation des objets est ensuite réalisée : chaque objet (formé de voxels connectés) est individualisé et un nombre unique (un label ou étiquette) est attribué à tous ses voxels constitutifs dans le volume. Les objets dont le volume est inférieur à 5 voxels sont supprimés. Ce choix arbitraire a été vérifié sur différents volumes. Les objets restants sont les cavités recherchées, les objets de taille inférieure au seuil sont considérés comme du bruit. Le volume des pores ainsi nettoyé est généré. Ces opérations sont conservatives dans le sens où le taux de porosité ne sera pas surestimé, les objets considérés seront ceux de plus grandes dimensions.
4. **Mesures des cavités.** Chaque porosité est indépendamment dilatée – pour avoir une valeur cohérente de son volume initial (rappelons-nous de l'opération d'érosion) – puis localisée dans l'éprouvette, mesurée et plusieurs paramètres sont extraits pour en caractériser sa forme (ce travail sera explicité dans ce qui suit en partie 1.4.3).

Ce traitement d'image permet d'obtenir *in fine* un volume du masque de l'éprouvette (pour visualiser les contours de celle-ci) et un volume avec les cavités (pour illustrer le nuage et son développement au cours du temps). Les études qualitative et quantitative vont être possibles à partir de ces données.

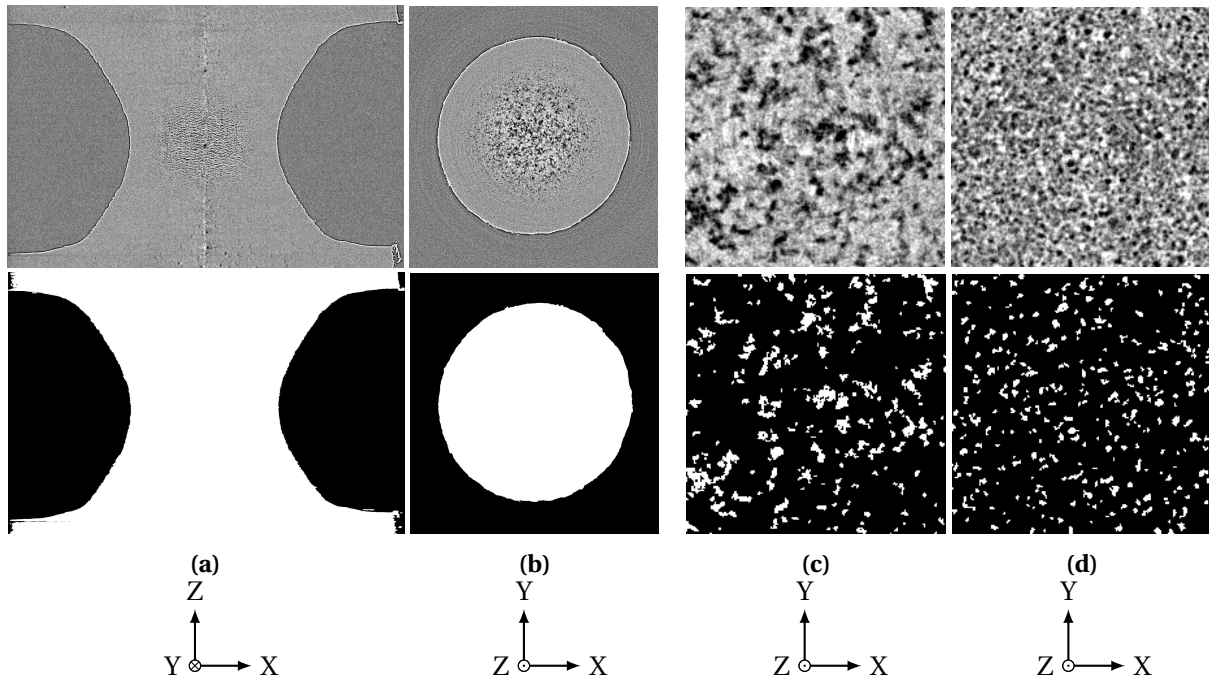


FIGURE 1.24 – Illustration de la méthode du traitement d'images volumiques avec au premier rang les images originales en niveaux de gris et au deuxième rang les résultats binaires des opérations : (a,b) Définition du masque (scan u illustré) ; Pores segmentés dans un sous-volume de 200 voxels de côté (c) du scan r et (d) du scan x . Le repère associé à chaque image est illustré en dessous.

1.4.2.C Visualisation des scans

Des rendus 3D des volumes de tomographie segmentés sont possibles à l'aide d'un programme Python appelé *pymicro* qui est développé au Centre des Matériaux. La figure 1.25 (combinant contours de l'éprouvette et pores) présente les illustrations obtenues.

Notons que pour les essais suivis *in situ*, la traverse se déplace vers le bas, d'où l'ouverture de l'entaille dans ce sens (par rapport aux essais monotones et les photos correspondantes en figure 1.12). D'autre part, deux échelles d'observation se dessinent alors : une première associée à l'éprouvette et au volume (nuage) de porosité qui se développe au cœur de l'entaille et une seconde, plus fine, qui s'intéresse aux cavités individuelles peuplant ce nuage de porosité.

Les stades caractéristiques du matériau se retrouvent aisément dans les illustrations de la figure 1.25 (notamment en comparant uniquement le contour de l'éprouvette aux photos de la figure 1.12). Ces stades sont d'ailleurs repérés par un cadre rouge.

Les premières cavités apparaissent en figure 1.25(o) et sont très peu nombreuses, ceci est dû au seuillage en volume des cavités. Le nuage de porosité se développe au cœur de l'entaille à partir du scan r (au cours de l'adoucissement) et présente une forme sphéroïdale "prolate". Cette forme est conservée mais évolue au long de l'adoucissement : le nombre de pores se densifie, s'étend en largeur dans l'entaille (toujours au centre, laissant les bords de l'entaille sans porosité) et surtout croît en hauteur. La striction est subtile mais peut se deviner. Au cours du rhéo-durcissement ou encore du dernier stade d'ouverture d'entaille, la zone strictionnée est clairement visible et s'allonge dans le sens de traction. Le nuage de porosité suit cette évolution et ne fait que s'allonger lors de ce stade, sa forme est celle d'un cylindre allongé à extrémités hémisphériques. Enfin, à l'amorçage de la rupture, les entailles locales sont bien visibles sur les contours de l'éprouvette à la limite de la zone

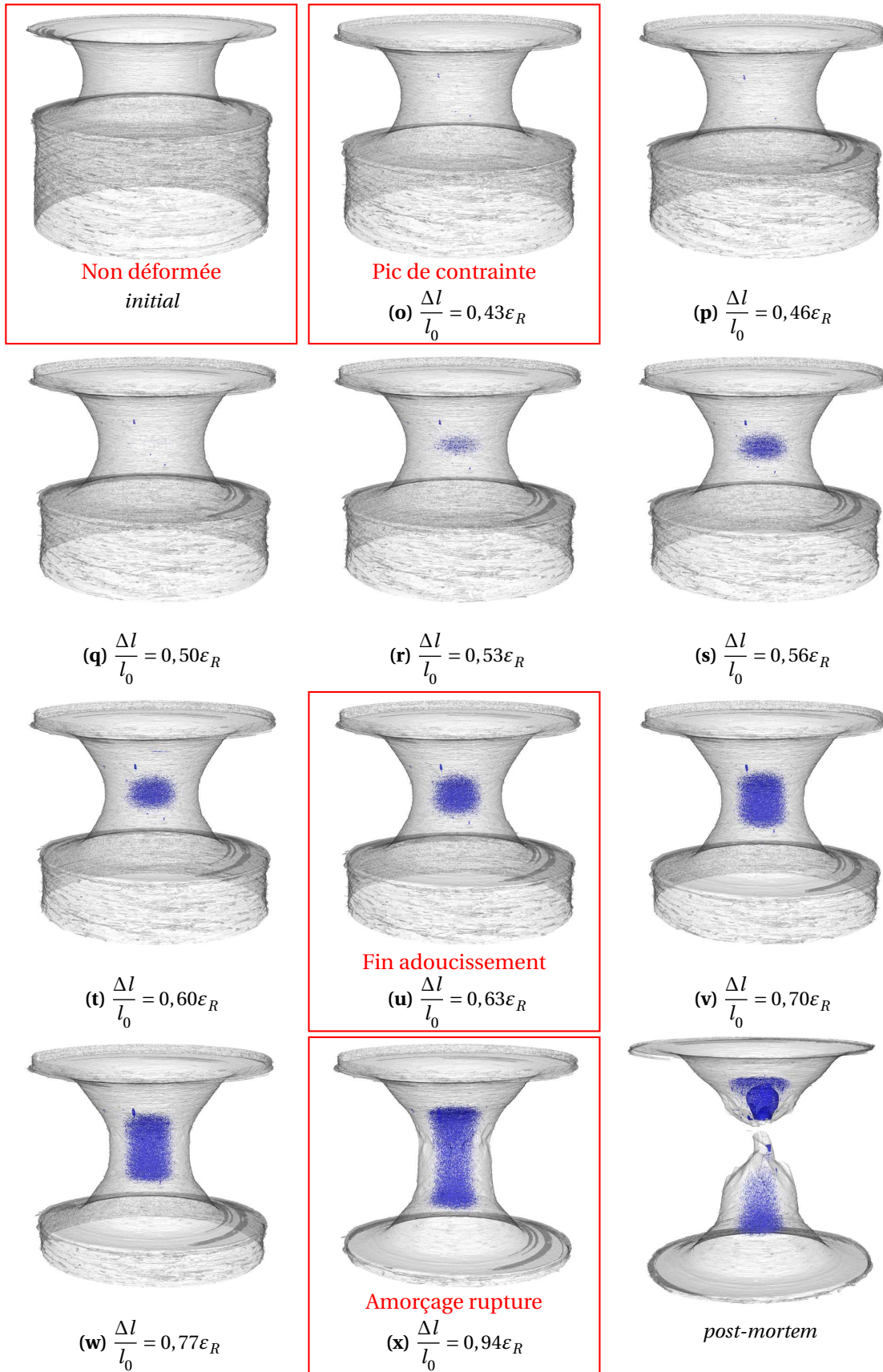


FIGURE 1.25 – Rendus 3D tomographiques de l'éprouvette au cours de l'essai de traction. Les contours de l'éprouvette sont en gris et les cavités sont illustrées en bleu. Les légendes et valeurs des paliers de déplacement sont indiqués sous chaque sous-figure et correspondent aux données du tableau 1.3.

strictionnée et sont distribuées tout autour de l'échantillon.

Quant aux cavités individuelles, tout comme le nuage, leur forme évolue. Ces évolutions étaient bien observables sur les images 1.18 et commentées au paragraphe 1.4.1.C où deux populations de cavités bien distinctes sont présentes au cœur du nuage avec des cavités de types penny-shaped et cigar-shaped. Néanmoins, une analyse quantitative sera nécessaire pour évaluer ces populations en termes de dimensions ou de localisation au sein de l'entaille.

1.4.3 Analyse quantitative des cavités

Les données collectées lors du traitement d'image peuvent être représentées :

- de manière globale : sous forme d'histogrammes des tailles de cavités dans tout le volume par exemple ;
- de manière plus locale : par l'introduction de régions d'intérêt (ROI - Regions of Interest) où sont observées les tailles de pores. Il est ainsi possible de représenter les gradients de propriétés dans le nuage de porosité.

1.4.3.A Représentation globale

Variation de volume Les polymères peuvent présenter une variation de volume sous sollicitation. Les phénomènes de cavitation ont d'ailleurs été mis en évidence notamment par le suivi de l'augmentation de volume d'éprouvettes sous chargement (rappelons les travaux [Cessna, 1974, Naqui et Robinson, 1993, Schirrer *et al.*, 1996, Castagnet *et al.*, 2000, Castagnet et Debruck, 2007] cités en partie 1.1.2.C). Cette augmentation de volume peut être significative et dépasser 50% du volume initial [Cessna, 1974]. Cette variation de volume est essentiellement due à la création de vides dans l'éprouvette observée.

Les volumes de tomographie reconstruits donnent accès à cette augmentation de volume du polymère au cours de l'essai. Le graphe présenté en figure 1.26 illustre, au cours du chargement de traction, l'augmentation du volume de l'entaille uniquement (n'est considérée que la partie de l'éprouvette entre les épaules de l'entaille). La variation de volume est définie par $\frac{V - V_0}{V_0}$ où V_0 est le volume délimité par l'entaille (massive, entre les épaules) sur l'éprouvette non déformée. Le principe du calcul consiste à isoler le volume du masque défini et illustré en figure 1.24 entre deux plans parallèles positionnés de part et d'autre de l'entaille (et orthogonaux à l'axe de révolution de l'éprouvette) puis de faire la somme de tous les voxels appartenant à ce volume. Une autre stratégie consistait à ne considérer qu'un profil de l'entaille et d'intégrer celui-ci sur la circonférence, méthode utilisée par Lafarge *et al.* [Lafarge, 2004, Challier *et al.*, 2006].

La courbe présente une augmentation de volume faible dans les premiers incréments de chargement, presque proportionnelle à la déformation de l'échantillon. C'est autour du pic de contrainte, scan o , que les résultats montrent une rapide augmentation du volume de l'entaille jusqu'à la fin de l'adoucissement u . Enfin, le rhéo-durcissement entraîne un plateau, la variation de volume reste constante alors que l'entaille s'ouvre.

Les valeurs de variation de volume ne permettent pas de faire la distinction entre variation de volume élastique ou inélastique [Schirrer *et al.*, 1996] (qui aurait nécessité expérimentalement des décharges pour calculer la contribution élastique). La variation de volume calculée s'élève donc à près de 15% en fin d'essai. Peu de résultats de la littérature sont directement comparables puisque sont habituellement réalisés sur éprouvettes lisses à section rectangulaire (où seules les données des déformations longitudinales et transverses de la surface de la section permettent d'accéder à une variation de volume). Ces éprouvettes étant de plus soumis à une faible triaxialité des contraintes dans la partie utile. Brusselle-Dupend *et al.* [Brusselle-Dupend *et al.*, 2011] ont, par la méthode de

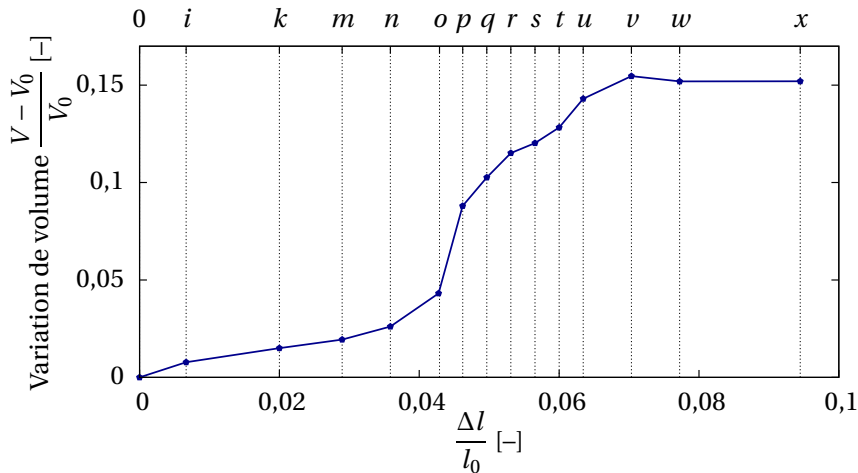


FIGURE 1.26 – Évolution de la variation de volume (totale de l'entaille considérée comme massive ou réelle sans les cavités) en fonction de la déformation imposée au cours de l'essai de traction. Les noms des scans réalisés sont rappelés sur le second axe des abscisses.

tomographie à rayons X, déterminé des variations de volume de l'ordre de 20% en fin d'essai sur les éprouvette CNRB*2.0 de PVF2 (polymère semi-cristallin). Ce résultat dépend aussi de la sévérité de l'entaille, puisque dans la même étude sur les éprouvettes CNRB*0.5 qui présentent un rayon en fond d'entaille plus faible, l'augmentation du volume en fin d'essai était de 60%. Nos résultats sur le PA11 semblent en accord.

Néanmoins, les résultats de variation de volume de l'éprouvette – lorsqu'uniquement mesurés en surface – sont trompeurs : il existe un gradient de variation de volume à travers l'épaisseur de l'éprouvette [Laiarinandrasana *et al.*, 2016a]. L'apport de la tomographie est évident dans le cas de géométries d'éprouvettes plus complexes et permet surtout d'obtenir des résultats locaux et précis. Les variations de volume seront déterminées localement dans ce qui suit par analyse d'images par le suivi de la création de cavités. Le modèle présenté en chapitre 2 devra rendre compte de cette augmentation de volume globale et locale.

Nombre de cavités et volumes Le nombre de pores, illustré en figure 1.27, croît progressivement au cours du chargement, de quelques dizaines à plusieurs dizaines de milliers juste avant la rupture. Notons qu'il est impossible de dire si germination il y a ou si ce sont seulement les microcavités initiales dans le matériau qui se développent et dépassent le seuil de détection choisi. À partir du palier *q* (en phase d'adoucissement), le nombre de cavités semble évoluer de façon presque proportionnelle par rapport à la déformation puis décélère à partir de *v* (début de la phase de rhéodurcissement).

Notons que l'augmentation très rapide du volume total de l'entaille est observable et quantifiable autour du pic de contrainte en figure 1.26 mais que seul un très faible nombre de cavités est segmenté à ce stade (et jusqu'au scan *q*). L'essentiel de l'évolution de volume mesurée serait donc liée au développement de micro-cavités non-visibles à la résolution de l'expérience. De même, du scan *v* à *x*, le volume de l'entaille reste constant alors que le nombre de cavités continue d'augmenter. Le volume moyen des cavités diminue.

Les volumes de ces objets segmentés sont illustrés par les histogrammes en figure 1.28. La courbe de la fonction de distribution cumulative, d'abord discrète parce qu'il y a peu de cavités, est lissée au fur et à mesure de la sollicitation croissante. Le nombre de cavités devient très important et montre une dispersion importante des volumes de pores au sein de l'éprouvette. Les barres de densité de

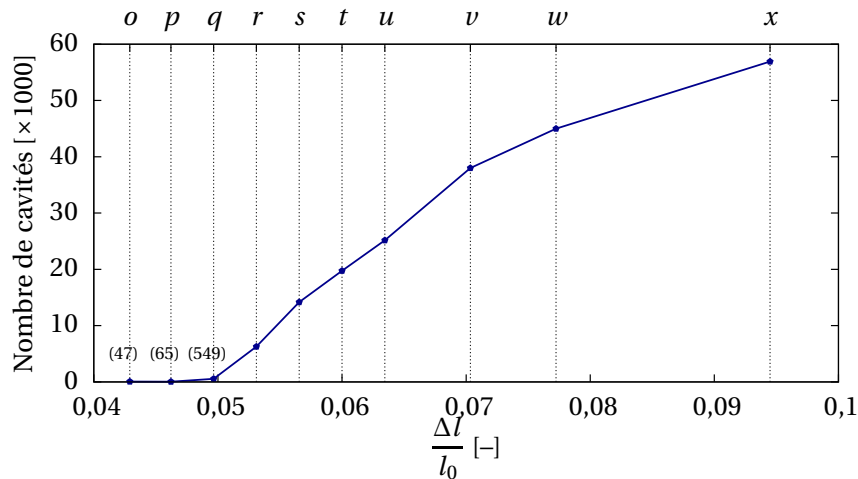


FIGURE 1.27 – Évolution du nombre de cavités en fonction de la déformation imposée au cours de l'essai de traction. Les noms des scans réalisés sont rappelés sur le second axe des abscisses.

probabilité montrent une évolution identique. Les petites cavités représentent la majorité de celles segmentées dans le volume. Les queues de courbes – regroupées et affichées sur la dernière barre de densité de probabilité – rendent compte de la forte augmentation du nombre de grosses cavités (le nombre total de cavités augmentant), notamment entre les scans *r* et *s*.

Ces résultats (densités de probabilité et fonctions de distribution cumulative) permettent aussi, par exemple, de déterminer le nombre de cavités sous un certain seuil de volume. Cependant, ce type de représentation n'apporte pas une information locale, pourtant intéressante, des volumes, de leur évolution ou de leur distribution dans l'entaille. C'est pourquoi un traitement de données va être nécessaire.

1.4.3.B Choix et définitions pour la représentation locale

Système de coordonnées et ROI Il est intéressant de sélectionner des sous-volumes du volume global et d'y extraire des données locales sur les cavités présentes (nombre, formes, taux volumique...). Ceci permettra de représenter les gradients des paramètres des vides au sein même du nuage de porosité. Ces régions d'intérêt (ou ROI de l'anglais : Regions of Interest), sont choisies comme étant des cubes de $50\ \mu\text{m}$ de côté. Dans ces ROI, sont calculés tous les paramètres pertinents associés aux vides (et présentés au paragraphe suivant 1.4.3.B). La moyenne des données est calculée dans ces sous-volumes, il est aussi possible de calculer le mode [Selles *et al.*, 2016a, Laiarinandrasana *et al.*, 2016a] (qui est la fréquence maximale de l'histogramme d'un paramètre considéré).

Un système de coordonnées, représenté en figure 1.29(a), est introduit pour repérer chaque ROI dans l'éprouvette. Les axes des abscisses et ordonnées ont pour origine le centre de la section minimale de l'éprouvette. L'axe des abscisses est défini suivant une direction radiale et l'abscisse vaut 1 en absolu sur les bords de l'éprouvette (R est le rayon de la section minimale de l'éprouvette au scan considéré). L'axe des ordonnées est choisi confondu à l'axe de révolution de l'éprouvette, la valeur en ordonnées vaut 1 en absolu aux épaules de l'entaille (δ étant l'ouverture d'entaille au scan considéré).

Un pavage avec des ROI d'un plan passant par l'axe des ordonnées défini est considéré (figure 1.29(b)). Cette grille permet d'effectuer des cartographies des paramètres statistiques étudiés. De la même manière, des chemins de ROI non chevauchants, sont définis pour représenter les données suivant des directions privilégiées. Les figures 1.29(c) et (d) représentent, respectivement, les chemins axial (passant par le centre de l'éprouvette et parallèle à la direction de chargement) et radiaux

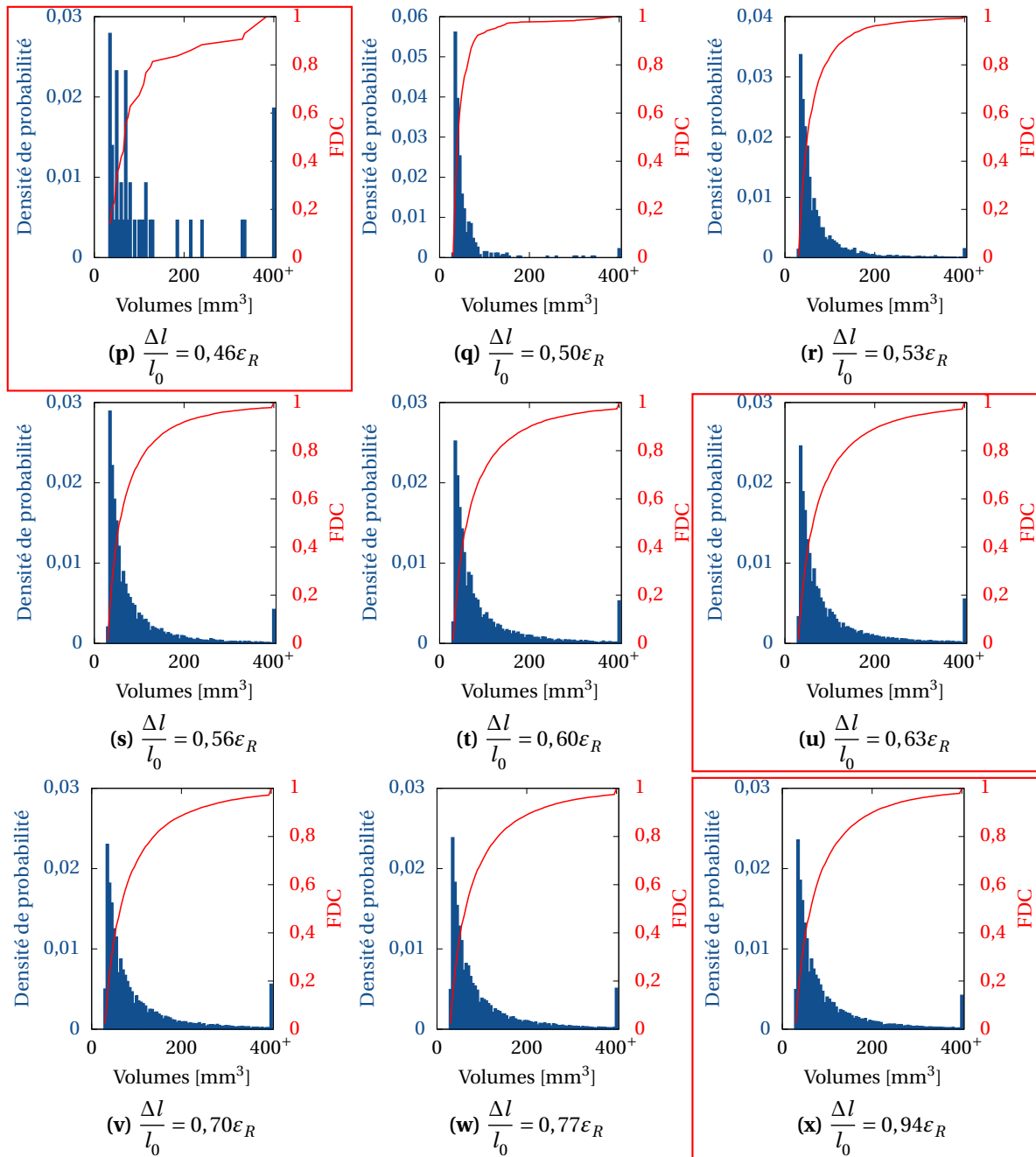


FIGURE 1.28 – Histogrammes des volumes des cavités segmentées dans l'éprouvette et pour différents instants de chargement. Pour chaque incrément de chargement, la valeur de déformation correspondante est notée en accord avec le tableau 1.3. Les barres en bleu correspondent à la densité de probabilité (axe bleu), la courbe rouge est associée à la fonction de distribution cumulative (notée FDC, axe rouge). (p) scan après le pic de contrainte, (u) fin de l'adoucissement et (x) l'amorçage de la rupture.

(orthogonaux définis sur la section minimale de l'éprouvette). Dans chacun des cas, les chemins ou grille présentent un ROI dont le centre est confondu avec le centre du repère.

Le choix du volume du ROI est déterminant. Il faut que ce ROI soit assez petit pour qu'il y ait peu de gradient des paramètres considérés en son sein et puisse permettre de discrétiser l'espace pour illustrer les variations de ces mêmes paramètres mesurés entre les différents ROI. De même, il faut

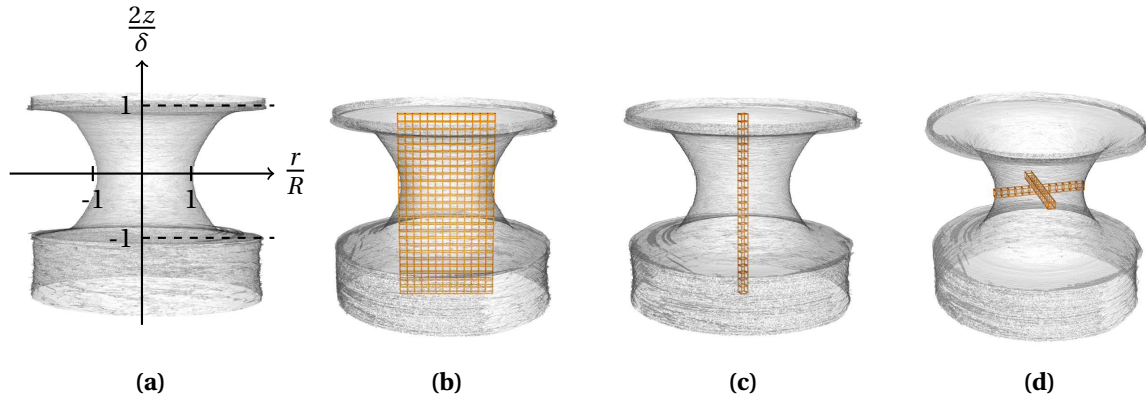


FIGURE 1.29 – (a) Système de coordonnées utilisé dans l'analyse quantitative; (b) Grille de ROI pour les cartographies; Chemins de ROI (c) suivant l'axe de sollicitation et au centre de l'éprouvette ou (d) suivant deux axes orthogonaux dans la section minimale de l'éprouvette.

utiliser un volume assez grand pour veiller à ce que le nombre d'hétérogénéités dans le sous-volume considéré garantisse une représentativité des paramètres mesurés et pour ne pas être à l'échelle des macromolécules. Autrement dit, il faut que ce volume de ROI contienne un nombre assez important de cavités (et donc de sphérolites). Dans la littérature, le choix d'un volume élémentaire représentatif (VER) pour les matériaux hétérogènes est au cœur de nombreux travaux (ce qui sera notamment discuté dans le chapitre 3). Dans le cas des polymères semi-cristallins, Teixeira-Pinto *et al.* [Teixeira-Pinto, 2012, Teixeira-Pinto *et al.*, 2016] établissent qu'au moins plusieurs dizaines de sphérolites sont nécessaires pour définir un VER (et garantir, avec une précision fixée, une mesure macroscopique de déformation). Cet ordre de grandeur sera conservé. Une étude de sensibilité a été réalisée et le cube de $50\ \mu\text{m}$ de côté s'est avéré pertinent, remplissant les différents critères de présence d'hétérogénéités dans le sous-volume. Si, initialement, les sphérolites ont une longueur caractéristique moyenne de $10\ \mu\text{m}$ (résultat établi par les observations en figure 1.7) et sont compactés, plus d'une centaine d'entre eux sont enfermés dans un ROI, faisant de lui un VER. De plus, en cours d'essai, plusieurs dizaines de cavités sont contenues dans les différents ROI au cœur de l'éprouvette.

Description des cavités Chaque porosité segmentée est étudiée individuellement. Plusieurs mesures sont effectuées sur cet objet afin de caractériser sa forme.

- **Centre de masse** Le centre de masse de chaque objet, de coordonnées (x_G, y_G, z_G) , est calculé et permet de localiser celui-ci dans le volume total.
- **Volume** Il s'agit du nombre de voxels qui constituent cet objet. Connaissant la résolution des images, le volume en μm est facilement accessible.
- **Diamètres de Feret** Chaque objet peut être inclus dans une boîte englobante minimale dont les axes (X, Y, Z) sont les axes du scan de tomographie (rappelons que dans cette étude, Z est orienté dans le sens de traction). Les diamètres de Feret [Feret, 1932] sont les dimensions de cette boîte. d_x et d_y sont les diamètres suivant X et Y , respectivement. La hauteur des pores, notée h , correspond au diamètre de Feret suivant Z .

Exemples et cas concrets La figure 1.30 montre différents types de cavités présentes au sein des éprouvettes. La figure est anticipée ici (ces résultats seront détaillés en section 1.4.3.C) pour illustrer les qualificatifs associés aux pores. En effet, les termes “prolate” et “oblate” sont utilisés de manière

générale dans le sens de la classification de Zingg [Zingg, 1935]. Initialement développée dans le domaine de la minéralogie pour caractériser les roches, la classification de Zingg est depuis utilisée dans de nombreux domaines tels que les poudres, les alliages métalliques ou encore la microbiologie pour qualifier les particules 3D [Vecchio *et al.*, 2012]. L'intérêt de la classification de Zingg revisitée [Bullock *et al.*, 1985, Stoops, 2003, Smart, 2013] réside dans sa simplicité d'utilisation. Seuls les diamètres de Feret sont nécessaires : les rapports de longueur $Z_x = c/b$ et $Z_y = b/a$ sont calculés avec a , b et c les diamètres de Feret de l'objet considéré tels que $a \geq b \geq c$. Le graphe 1.31 illustre cette classification et met en perspective les résultats précédents des cavités de la figure 1.30, l'utilisation des termes oblate et prolate n'est ici pas abusive.

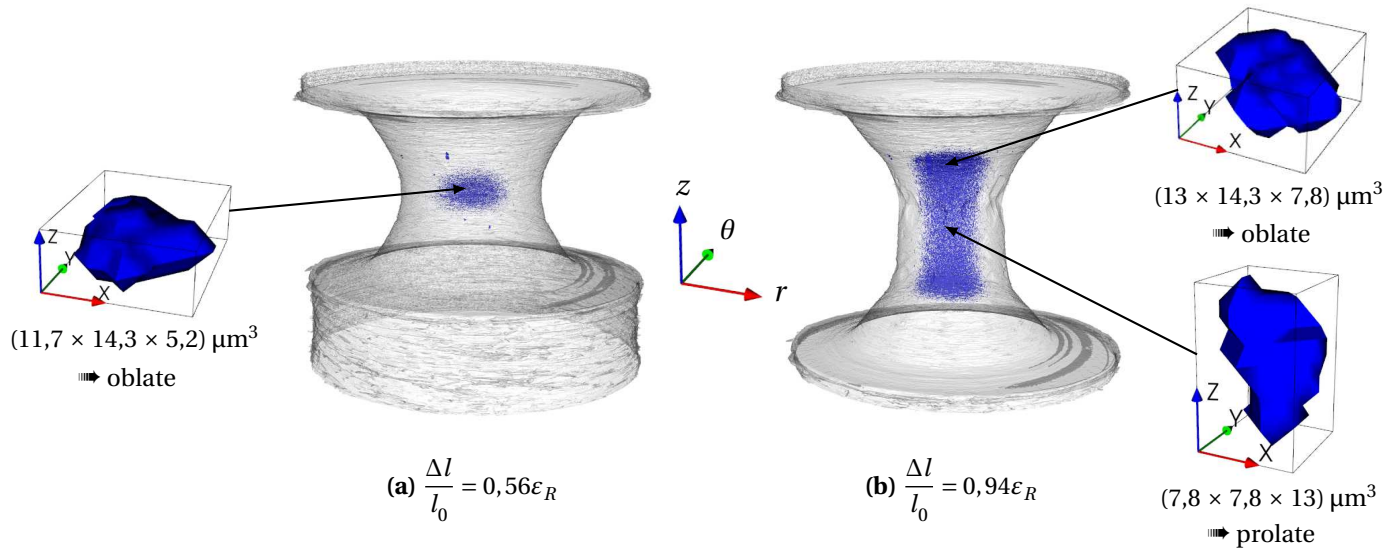


FIGURE 1.30 – Illustrations des cavités “moyennes” au cœur de l’éprouvette (a) pendant la phase d’adoucissement et (b) à l’amorçage de la rupture avec leurs équivalents en termes de forme (prolate ou oblate).

La littérature est assez dense sur le traitement d’images, la caractérisation et la classification des formes bidimensionnelles. Citons notamment les ouvrages [Costa et Cesar Jr, 2000, Pratt, 2001, Russ, 2006]. La caractérisation des objets tridimensionnels – appelée morphométrie – est cependant moins répandue et plus récente. Naturellement, elle se développe fortement avec les nouvelles technologies d’imagerie 3D. Dans ces travaux, d’autres calculs de descripteurs ont été réalisés sur les cavités individuelles tels que :

- la compacité discrète [Bribiesca, 2000, Bribiesca, 2008] ;
- les moments d’inertie principaux adimensionnels [Parra-Denis, 2007, Parra-Denis *et al.*, 2008, Delloro, 2015] ainsi que les orientations associées aux axes principaux d’inertie ;
- le calcul de l’ellipsoïde englobante minimale [Khachiyan et Todd, 1993, Moshtagh, 2006] (permettant d’obtenir aussi les orientations associées).

Les résultats ne seront néanmoins pas présentés ici puisque qu’ils alourdiraient cette partie. Les conclusions viennent conforter les observations réalisées et justifient l’utilisation des termes dédiés “prolate”, “oblate” ou sphérique même si l’objet n’est pas rigoureusement un sphéroïde.

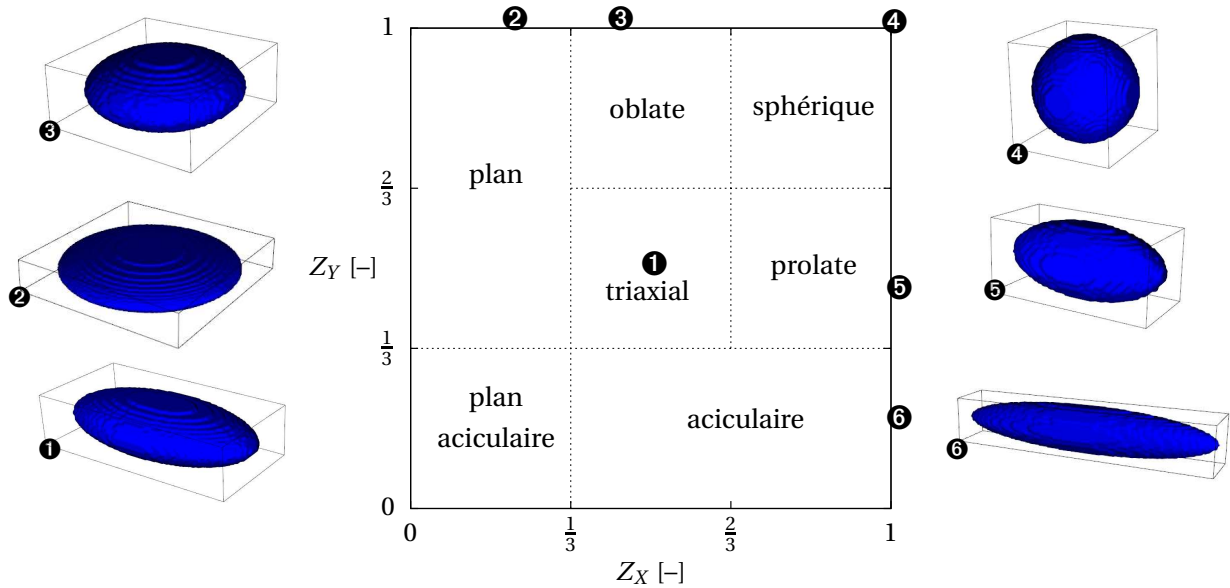


FIGURE 1.31 – Graphique de la classification de Zingg en fonction des rapports des longueurs des objets, d'après [Zingg, 1935, Bullock et al., 1985, Stoops, 2003, Smart, 2013].

1.4.3.C Représentation locale

Les outils nécessaires à la quantification et représentation locale sont maintenant établis. Cette partie est dédiée à l'illustration des observations et à l'analyse des résultats.

VVF : fraction volumique de vide Le centre de masse de chaque porosité est connu. Ainsi, la fraction volumique de vide (ou VVF de l'anglais : Void Volume Fraction) associée à un ROI est accessible : il s'agit du ratio du volume de toutes les cavités dont le centre de masse est contenu dans le ROI courant d'étude sur le volume de ce ROI. Les valeurs de VVF sont présentées sous forme de cartographies ou le long des chemins de ROI choisis précédemment. Dans ce qui suit, le premier scan considéré n'est pas l'instant o (où il y a trop peu de pores à observer) mais le scan suivant, nommé p . Les résultats présentés balayent l'adoucissement, le rhéo-durcissement, jusqu'à l'amorçage de la rupture (soit de p à x). Ces stades clés de la déformation sont d'ailleurs encadrés dans les figures pour les repérer aisément.

Cartographies des VVF au cours de l'essai

La figure 1.32 illustre les cartes des isovaleurs de VVF sur la grille de ROI (présentée en figure 1.29(b)). Le nuage de porosité est toujours bien centré sur l'entaille. La valeur maximale de VVF augmente progressivement et trouve son maximum au centre de la section minimale jusqu'à la fin de l'adoucissement (sous-figures 1.32(p) à (u)). Les contours de l'éprouvette bien visibles font apparaître le changement de rayon de fond d'entaille de p à u , le stade de déformation est justement appelé le ré-entailage. Le profil de l'entaille en figure 1.32(u) est en deux parties, avec au centre un rayon de fond d'entaille plus petit que le rayon de fond d'entaille initial de 0,4 mm. À partir du rhéo-durcissement, le maximum de la fraction volumique de vide se scinde en deux. Les maxima locaux de porosité sont situés de part et d'autre de la zone strictionnée. Alors que la partie centrale s'étire dans le sens de sollicitation, la valeur de la fraction volumique de vide décroît aussi au cœur de cette zone. Ce résultat confirme l'observation qualitative faite sur la figure 1.18(f) où l'on pouvait deviner une fraction volumique de vide moindre dans la partie centrale de l'éprouvette par rapport aux zones plus proches des épaules de l'entaille. Au cours des différents instants de chargement, les valeurs des

maxima restent figées à environ 20% de vide.

Il est possible de suivre l'évolution du nuage de porosité à l'aide de cette figure. Celui-ci apparaît et évolue en gardant une forme prolata (figure 1.32(p) à (s)) puis il s'étire suivant l'axe de sollicitation jusqu'à avoir une forme sphérique (figure 1.32(u)) à la fin de l'adoucissement. Enfin, l'extension suivant Z se poursuit au cours de l'essai, le nuage de porosité se transforme de prolata à un aspect proche d'un sablier.

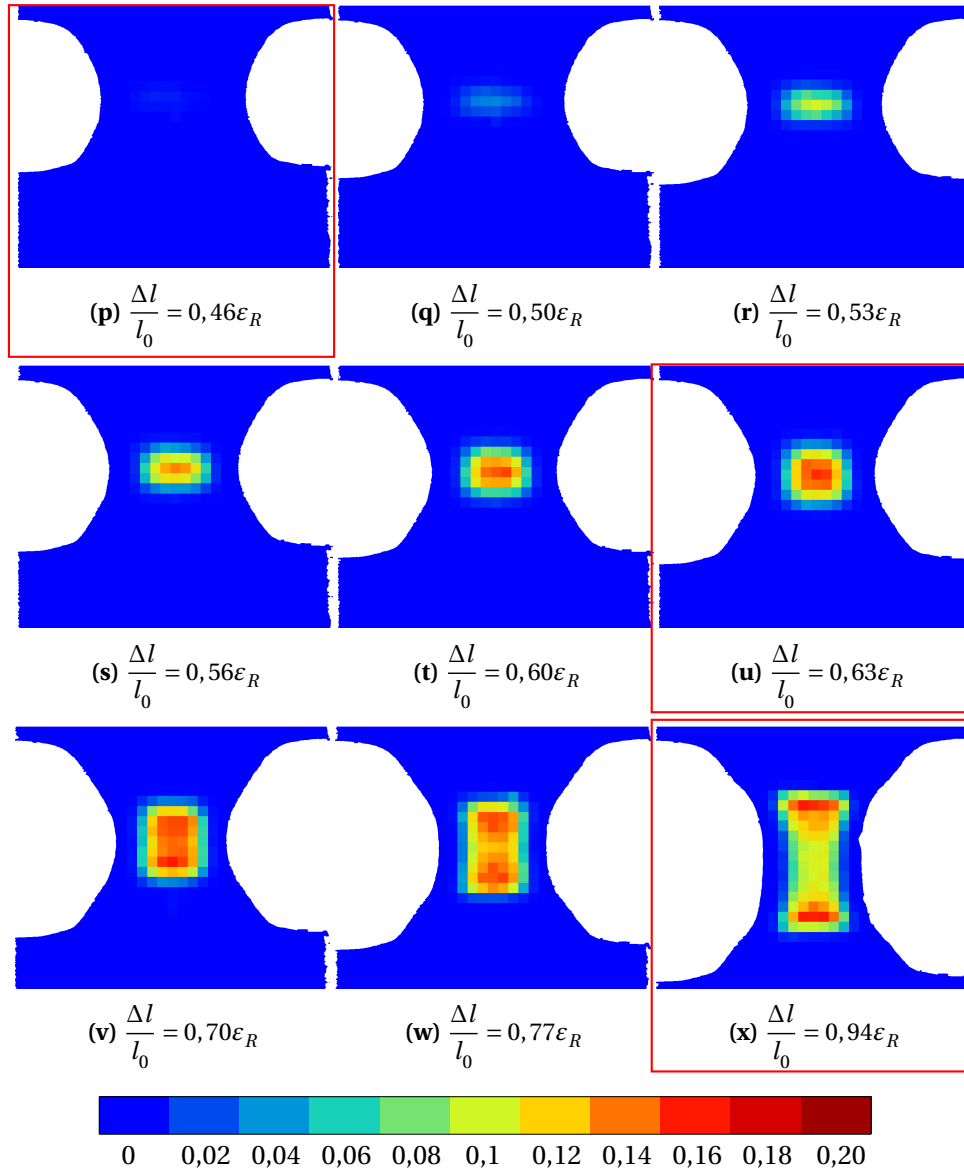


FIGURE 1.32 – Cartographies d'isovaleurs de la fraction volumique de vide (VVF) au centre de l'éprouvette pour différents incréments de l'essai suivi par tomographie in situ . Les paliers et valeurs de déformation correspondantes sont indiquées pour chaque sous-figure et rappellent les données du tableau 1.3. Sont encadrés les résultats : (p) au scan juste après le pic de contrainte, (u) à la fin de l'adoucissement et (x) à l'amorçage de la rupture.

Profils des VVF au cours de l'essai

Les figures 1.33 et 1.34 illustrent les courbes de valeurs des fractions volumiques de vide le long des chemins de ROI sélectionnées (et présentées en figures 1.29(c) et (d)). Il s'agit en réalité d'une représentation différente des cartographies, se concentrant uniquement sur l'axe central (chemin axial) ou sur la section minimale (chemins radiaux).

Le profil de la porosité le long de l'axe de révolution de l'éprouvette (figure 1.33) est gaussien avec un pic au centre de la section minimale (à la position axiale nulle). Le profil reste identique avec un pic qui augmente au cours de l'essai jusqu'à atteindre 20%. Au début du rhéo-durcissement, scan ν , le profil change radicalement, un plateau apparaît dans la partie centrale de l'entaille et se transforme pour donner un profil en M. Les maxima de VVF sont situés de part et d'autre de la zone centrale strictionnée et valent 20%. Alors qu'au scan u , le pic de VVF se trouve au centre de l'entaille, au scan x avant la rupture, la valeur de VVF a chuté à près de 12%.

Ce profil en M de la porosité le long de l'axe central de l'éprouvette a déjà été établi dans les travaux de Brusselle-Dupend *et al.* [Brusselle-Dupend *et al.*, 2011, Rosenberg *et al.*, 2011] et Ricard [Ricard, 2013].

Les taux de porosité relevés sur les chemins radiaux et orthogonaux sur la section minimale de l'éprouvette, en figure 1.34, sont manifestement superposés : le nuage de porosité est bien axisymétrique et centré par rapport à la section. D'autre part, les profils sont en cloche à tous les instants de chargement sur la section de l'entaille avec un pic de VVF au centre de celle-ci. Comme observé sur le profil axial, au début du rhéo-durcissement, la fraction volumique de vide diminue en intensité au centre de l'éprouvette avec un plateau (les valeurs de VVF sont constantes sur un disque de 100 μm de diamètre au cœur de la section). Le plateau perdure jusqu'à l'amorçage de la rupture tout en diminuant de valeur (12% au centre comme vu précédemment).

Discussion des précédents résultats

- ▷ Remarquons que le taux de porosité mesuré sur les bords de l'éprouvette est nul (ou très faible), et cette observation est valable à tous les stades de déformation considérés. Les raisons de ce phénomène sont encore indéterminées. Un effet mécanique dû à la géométrie de l'éprouvette peut être évoqué : le maximum de la triaxialité des contraintes est localisé au cœur de l'éprouvette, les bords de celle-ci ne sont pas sujets à une cavitation assez importante (en termes de dimensions de cavités) pour être visible par la méthode expérimentale. Autre possibilité, la porosité est peut-être essentiellement submicrométrique et donc n'est pas résolue par la tomographie (pour rappel, la résolution de l'étude est de 1,3 μm). Enfin, l'usinage des éprouvettes pourrait être mis en cause, l'échauffement provoqué par l'outil pourrait changer localement, en bord d'éprouvette, la microstructure et les propriétés du matériau et empêcher la cavitation. Il s'agit peut-être d'une combinaison de ces possibilités évoquées, c'est un point sur lequel il faudra chercher des réponses dans les travaux futurs (puisque remarqué aussi dans la thèse de N. Selles en cours).
- ▷ Dans les premiers stades de déformation (post pic de contraintes), le nuage de porosité est localisé – et trouve son maximum en valeur – au cœur de l'éprouvette (centré sur la section minimale et en hauteur). Cette observation fait le lien entre d'une part la théorie de Bridgman [Bridgman, 1944] qui détermine que le profil de triaxialité des contraintes est maximal au cœur de l'entaille et d'autre part les travaux de Rice et Tracey [Rice et Tracey, 1969] qui ont montré que l'évolution de la porosité peut être approchée par une fonction exponentielle de la triaxialité des contraintes.
- ▷ Une discussion s'ouvre aussi sur le profil axial en M de la porosité au cœur de l'échantillon pendant le stade de rhéo-durcissement. Manifestement, la triaxialité des contraintes reste positive dans la zone réentallée, le cylindre droit est en extension dans le sens de la sollicitation. Il est même possible de considérer que ce cylindre est en traction uniaxiale (vérifié par le calcul

au chapitre 2) donc que la triaxialité vaut $\eta = 0,33$ dans cette zone. Comment justifier alors que le taux de porosité puisse décroître alors que la triaxialité est positive? Une fois de plus, la résolution de la tomographie (et le traitement d'images subséquent) peut être mise en défaut. La section de ce cylindre diminue par effet Poisson et il est fort probable que ce phénomène referme la section des cavités segmentées pendant l'adoucissement. Le critère en volume de segmentation peut supprimer une partie des vides existants mais de faible dimension. Le calcul du taux de porosité donne de ce fait une valeur plus faible alors qu'en réalité, celui-ci est peut-être toujours aussi important voire plus fort (sans compter qu'il y a aussi des cavités submicrométriques que la résolution ne permet pas de déterminer). À partir du rhéodurcissement, les mécanismes de la cavitation semblent évoluer fortement et sont difficiles à observer à une échelle micrométrique. Un élément de plus est à trouver en partie 1.4.3.A sur le calcul de la variation de volume total de l'entaille qui avait été déterminée en fin d'essai à une valeur de 15%. Pour rappel, la variation de volume total est à imputer à la création de vides. Localement, et en fin d'essai encore, la porosité atteint la valeur maximale de 20%, cette valeur est du même ordre de grandeur que la variation de volume total de l'entaille. Il y a alors un grand nombre de cavités submicrométriques qui ne sont pas déterminées par la méthode de la tomographie aux rayons X à la résolution de l'expérience. Notons quand même que les cavités segmentées (pour rappel, plus de 60 000 à la fin de l'essai) représentent des résultats très riches, peu présents dans la littérature sur un essai de traction sur un polymère et suivi *in situ* par la tomographie aux rayons X. Les gradients du taux de porosité dans l'échantillon seront des données d'entrée précieuses pour la modélisation. Le calcul même du taux de porosité pourrait être enfin abordé. Le volume de référence pour calculer ce paramètre est conservé constant (ROI de 50 μm de côté) alors que l'élément de volume se déforme beaucoup en réalité dans certaines zones au cours de l'essai. Il est aisé d'imaginer que les petites cavités initialement présentes dans le ROI peuvent augmenter de volume et en sortir, la déformation augmentant. La baisse de la fraction volumique peut aussi diminuer de cette manière.

Évolution des dimensions des cavités individualisées Comme vu précédemment, plusieurs paramètres sont calculés sur les cavités individuelles, notamment les diamètres de Feret qui permettent d'accéder à des descripteurs simples de forme. La quantification spatiale est réalisée ici sur les mêmes chemins que précédemment. Dans ces ROI, la moyenne des dimensions est calculée, et ce uniquement lorsque le nombre de pores est supérieur à 5 (sans quoi les valeurs ne seraient pas représentatives, dans ce cas la valeur est fixée nulle). Les figures 1.35 et 1.36 illustrent ces résultats. Les barres d'erreurs types sont ajoutées. L'erreur type est, par définition, le rapport de l'écart type des données (diamètres de Feret) par la racine carrée de la population (nombre de cavités observées dans le ROI). Visuellement, remarquons que les erreurs calculées sont faibles et que les variations des moyennes des diamètres de Feret le long des chemins sont bien observées et ne sont pas imputables aux erreurs sur les grandeurs mesurées.

Le long du chemin axial et lors de l'adoucissement en figures 1.35(q) à (t), les cavités sont en moyenne de type oblate. Les profils des dimensions d_x , d_y et h sont en cloche avec les valeurs maximales au centre de l'éprouvette. Les cavités croissent pendant ce stade de déformation : au palier q , $d_x \simeq d_y \simeq 8\mu\text{m}$ et $h \simeq 4\mu\text{m}$ alors qu'en t , $d_x \simeq d_y \simeq 10\mu\text{m}$ et $h \simeq 6\mu\text{m}$. Pendant le rhéodurcissement (figures 1.35(u) à (w)), le profil des diamètres change progressivement d'un plateau puis en profil en M. Les cavités individuelles de part et d'autre des épaules de l'entaille voient leurs diamètres augmenter alors qu'au centre de l'éprouvette, les diamètres diminuent. Les hauteurs des pores sont toujours maximales au centre. Ainsi, deux types de cavités sont discernables dans le nuage : au centre, elles sont de type sphérique ($d_x \simeq d_y \simeq h$) alors qu'aux extrémités, elles sont oblate. Enfin, à l'amorçage de la rupture, les cavités moyennes au centre présentent des hauteurs supérieures aux diamètres : elles sont de type prolata. La figure 1.30 représente de "vraies" cavités sélectionnées pour leurs dimensions

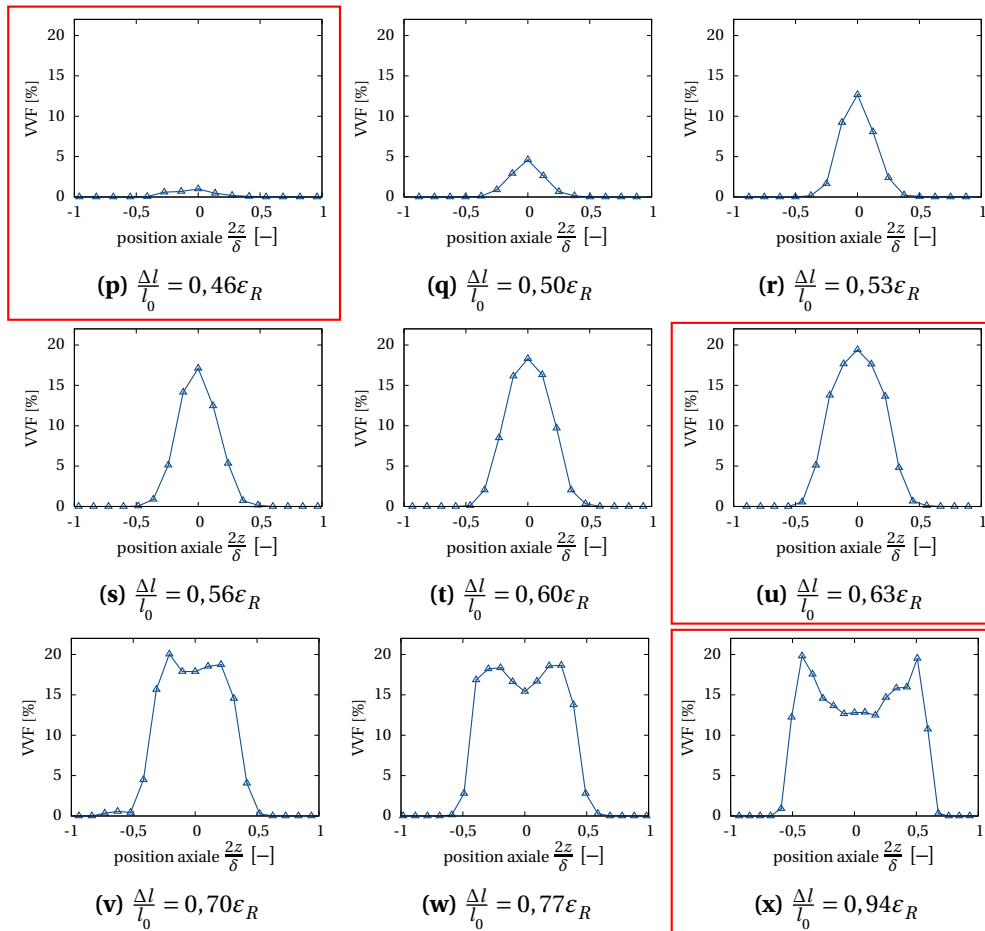


FIGURE 1.33 – VVF le long du chemin axial (illustré en figure 1.29(c)) au cœur de l'éprouvette et pour différents instants de chargement. Sont encadrés les résultats : (p) au scan juste après le pic de contrainte, (u) à la fin de l'adoucissement et (x) à l'amorçage de la rupture.

puisqu'elles illustrent bien les différentes morphologies et les évolutions détaillées précédemment. Les profils de l'évolution des dimensions le long des chemins radiaux sur la section minimale de l'éprouvette sont présentés en figure 1.36. Lors de l'adoucissement (figures 1.36(q) à (t)), les cavités sont de type oblate avec des diamètres plus importants au cœur de l'échantillon que près des contours de l'éprouvette. Au cours du rhéo-durcissement (figures 1.36(u) à (w)), les hauteurs des pores augmentent (de $6\mu\text{m}$ à $8\mu\text{m}$) alors que les diamètres diminuent. Les cavités, au palier w , sont sphériques sur toute la section minimale de l'échantillon. Enfin, les hauteurs deviennent supérieures aux diamètres en figure 1.36(x) : les pores sont alors de type prolata à l'amorçage de la rupture.

Ces évolutions de tailles et formes de cavités ont été aussi établies par Humbert *et al.* [Humbert *et al.*, 2010] lors d'essais de traction sur éprouvettes lisses de PE suivis *in situ* par SAXS. De oblate, les pores passent progressivement à une forme prolata juste avant l'amorçage de la rupture. Ces résultats illustrent la partie état de l'art en figure 1.4(b) où les motifs SAXS correspondant renseignent sur les types de cavités présents dans le volume étudié. Néanmoins, le gradient de dimensions n'était pas accessible lors de cette étude contrairement aux résultats présentés précédemment.

Les cavités apparaissent de manière perpendiculaire à la direction de chargement, de forme penny shape également comme dans la présente étude, puis s'étirent vers une forme prolata dans la partie centrale de l'éprouvette.

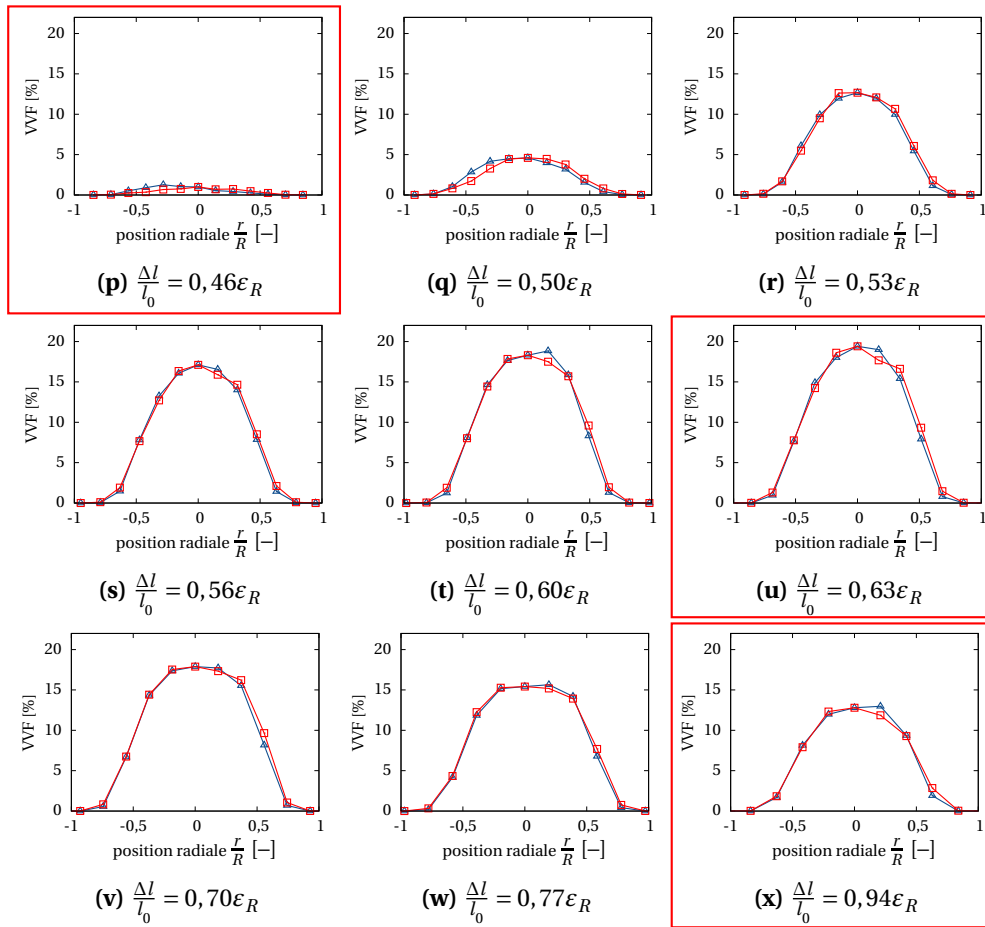


FIGURE 1.34 – VVF le long des deux chemins radiaux (orthogonaux) à la section minimale de l'éprouvette (illustrés en figure 1.29(d)) pour différents instants de chargement. Sont encadrés les résultats : (p) au scan juste après le pic de contrainte, (u) à la fin de l'adoucissement et (x) à l'amorçage de la rupture.

VVF et volume de l'ellipsoïde moyen : comparaison des profils axiaux Remarquons sur le chemin axial que l'évolution de la fraction volumique de vide s'apparente à celle du diamètre (d_x ou d_y indépendamment). En effet, notamment pendant le stade de rhéo-durcissement des scans v à x en partie centrale de l'éprouvette, on distingue un profil en M aux figures 1.33 et 1.35. Si l'on considère les cavités en présence comme des ellipsoïdes (rigoureusement) de grand-axes d_x , d_y et h , le volume est défini par la relation 1.10.

$$V = \frac{4}{3}\pi \frac{d_x}{2} \frac{d_y}{2} \frac{h}{2} = \frac{1}{6}\pi d_x d_y h \quad (1.10)$$

Les graphes de la figure 1.37 représentent la superposition des courbes du calcul de la fraction volumique de vide dans les ROI le long du chemin axial et le volume moyen de l'ellipsoïde tel que calculé avec la formule 1.10 où d_x , d_y et h sont les grandeurs obtenues et présentées aux graphes des figures 1.35 et 1.36. Rappelons que la fraction volumique de vide est calculée uniquement après le seuillage (soit avant la labellisation et l'individualisation des cavités). Les graphes de la figure 1.37 se superposent très bien. Le long du chemin axial, la fraction volumique de vide mesurée semble être directement liée à l'évolution des dimensions radiales des cavités.

Ainsi, l'augmentation faible de h ne permet pas de compenser la diminution du diamètre d (au carré dans l'expression 1.10). Les cavités observées dans la partie centrale au cœur de l'entaille se referment au cours du rhéo-durcissement et expliquent la baisse du taux de porosité quantifiée.

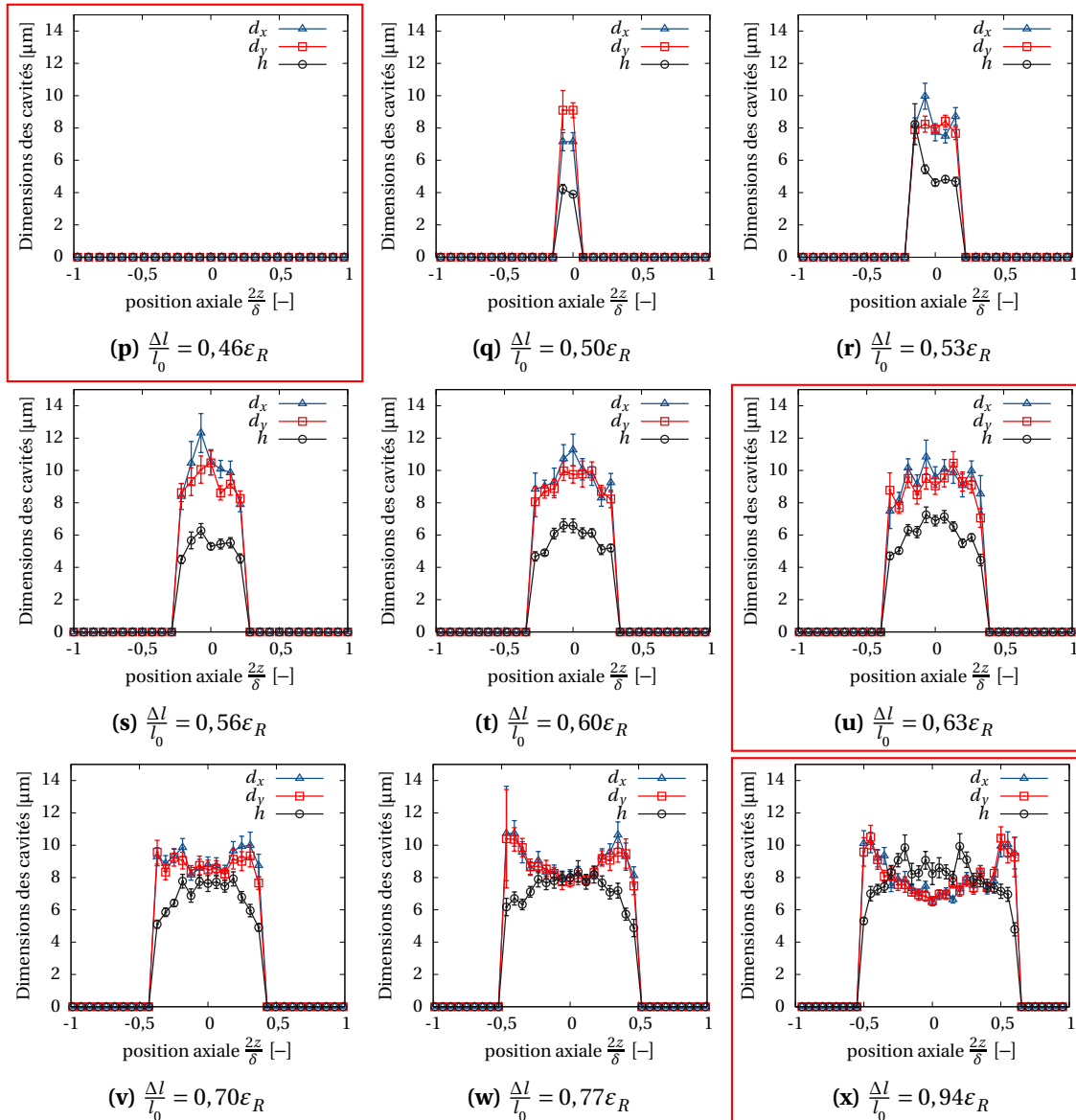


FIGURE 1.35 – Dimensions (diamètres et hauteur) des cavités avec leur barre d'erreur type suivant le chemin vertical passant par le centre de l'éprouvette et pour différents instants de chargement. Sont encadrés les résultats : (p) au scan juste après le pic de contrainte, (u) à la fin de l'adoucissement et (x) à l'amorçage de la rupture.

Comme évoqué précédemment cependant, il existe certainement une autre population de cavités, non résolues ici (parce que submicroniques), qui cohabitent mais qu'il n'est pas possible de quantifier par la méthode.

Retour sur la FFT et l'indice d'anisotropie À la lumière des précédents résultats établis, revenons sur l'indice d'anisotropie déterminé et illustré en figure 1.23(b). Pour rappel, les résultats de la FFT sur les plans XZ ont permis d'obtenir l'indice d'anisotropie caractérisant la texture du volume suivant cette direction (il s'agit du profil de l'entaille donc on s'intéresse aux cavités vues de profil sur les images réelles). Par analogie avec la formule 1.9, on définit l'indice suivant :

$$I = \frac{h-d}{d+h} \quad (1.11)$$

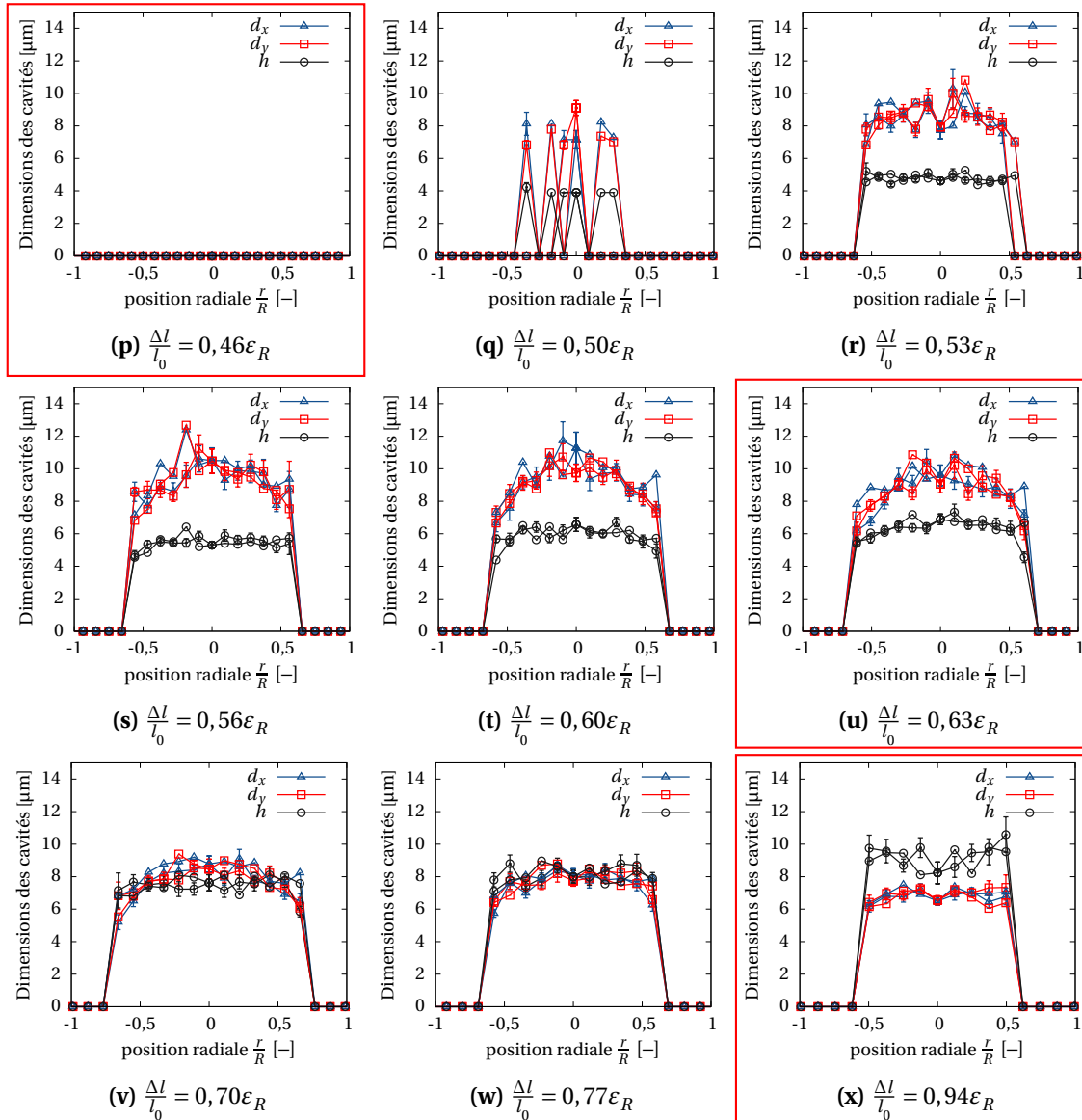


FIGURE 1.36 – Dimensions (diamètres et hauteur) des cavités avec leur barre d'erreur type suivant deux chemins radiaux orthogonaux dans la section minimale de l'éprouvette et pour différents instants de chargement. Sont encadrés les résultats : (p) au scan juste après le pic de contrainte, (u) à la fin de l'adoucissement et (x) à l'amorçage de la rupture.

où d correspond à la moyenne des diamètres d_x et d_y et h est la hauteur des cavités déterminées par traitement d'images et segmentation. Le ROI central est considéré (au centre de la section minimale). L'indice I est défini en remplaçant l'intensité FFT horizontale I_H de l'expression de A (relation 1.9) par le diamètre d et de la même façon, l'intensité FFT verticale I_V par la hauteur h des cavités. L'indice I est calculé et tracé en figure 1.38 pour les différents scans réalisés. Le graphe de l'indice d'anisotropie A déterminé par FFT est ajouté à cette figure 1.38.

Les indices d'anisotropie ainsi représentés sont en adéquation, les allures des courbes étant similaires. La texture de l'image déterminée par FFT, et donc la caractérisation des objets, peut être reliée à l'identification des cavités dans le matériau sous sollicitation (c'est le cas au cœur de l'éprouvette mais ce résultat pourrait être généralisé à l'éprouvette entière). Les objets caractérisés

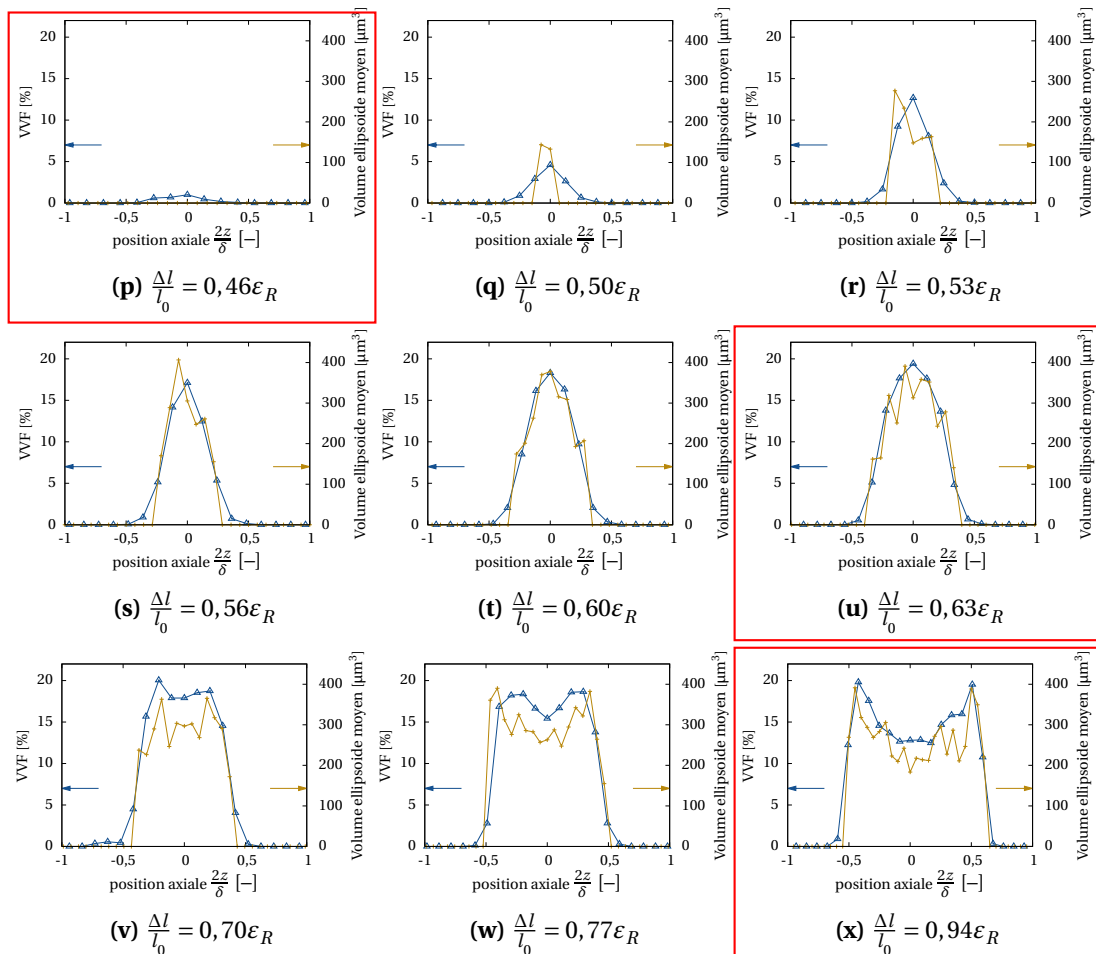


FIGURE 1.37 – VVF et volumes de l'ellipsoïde moyen le long du chemin axial au cœur de l'éprouvette et pour différents instants de chargement. Sont encadrés les résultats : (p) au scan juste après le pic de contrainte, (u) à la fin de l'adoucissement et (x) à l'amorçage de la rupture.

par la FFT semblent correspondre aux cavités segmentées par analyse d'images.

Rappelons que les ROI choisis pour la FFT et la segmentation sont différents, respectivement de 200 et 50 μm de côté mais tous deux centrés sur la section minimale. Il faudrait une meilleure résolution (plus de voxels) dans le volume initial pour choisir un ROI en FFT identique à celui de l'analyse d'images et ainsi garantir un signal de bonne qualité (qui permettrait d'effectuer l'intégration angulaire et *in fine* l'indice d'anisotropie). Néanmoins, cela ne remet pas en cause l'analogie et le résultat qui associe les objets aux cavités déterminés par les deux méthodes. Si le ROI de la FFT est plus grand, il existe alors un gradient des cavités en son sein, mais l'indice d'anisotropie est pertinent.

1.5 Conclusions partielles

Dans ce chapitre, un essai mécanique sur une éprouvette axisymétrique entaillée a été suivi *in situ* par une méthode expérimentale d'observation non destructive qu'est la tomographie aux rayons X. Ces travaux ont permis de mettre en évidence l'évolution de la microstructure au cœur de l'échantillon au cours de la déformation, à savoir, le développement de cavités. Plusieurs méthodes ont été mises en œuvre. Une analyse par la transformée de Fourier des volumes de tomographie a permis de statuer sur le caractère anisotrope de la cavitation se développant au cœur

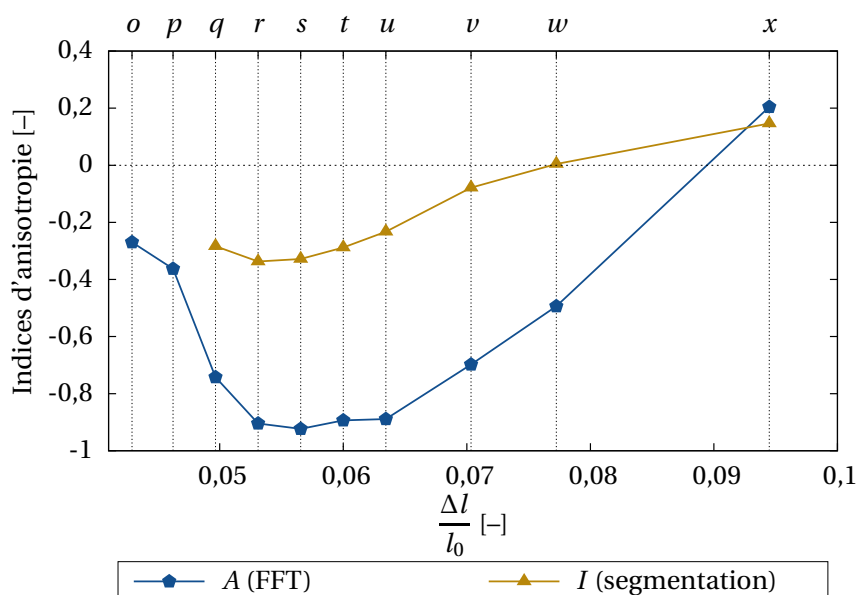


FIGURE 1.38 – Comparaison des indices d'anisotropie A (déterminé par FFT) et I (analyse d'images et segmentation) au cœur de l'entaille (ROI central) en fonction de la déformation imposée au cours de l'essai. Le nom des scans considérés est rappelé sur le second axe des abscisses.

de l'entaille. Ensuite, un traitement d'images volumiques a donné accès à des données qualitatives et quantitatives sur le nuage de porosité et les entités individuelles le constituant. Enfin, les évolutions microstructurales ont été associées aux différents grands stades de déformation observés à la fois en essais monotone et suivi *in situ*.

Ces travaux ne permettent pas de confirmer ou d'infirmer les théories sur les premiers stades des phénomènes de cavitation à des échelles plus fines que celle de la mesure (micrométrique) de la tomographie aux rayons X utilisée ici. Les résultats sont néanmoins cohérents avec la littérature sur le suivi de la cavitation et l'évolution des formes des cavités individuelles [Humbert *et al.*, 2010, Brusselle-Dupend *et al.*, 2011, Rosenberg *et al.*, 2011, Pawlak *et al.*, 2014]. La quantification spatiale de la cavitation au cœur de l'éprouvette est d'ailleurs primordiale pour calibrer les modèles numériques plus prédictifs et fondés sur des phénomènes observés (développement de la porosité). Cet objectif est réalisé par les travaux de cette étude, les résultats constituent une base de donnée riche pour le modèle introduit au chapitre suivant où la porosité est une variable interne.

Plusieurs points discutés dans la littérature sont confirmés par cette étude expérimentale sur le PA11 :

- La cavitation est un phénomène rencontré dans ce polymère soumis à des contraintes triaxiales, c'est le cas pour la plupart des semi-cristallins [Pawlak *et al.*, 2014] ;
- Les différents stades de déformation (macroscopiques) se traduisent par une évolution microstructurale importante. Une forte augmentation du volume de l'entaille coïncide au pic de contrainte (donc une création de vides) ;
- La porosité micrométrique naissante et diffuse n'est pas responsable du blanchiment qui apparaît légèrement avant le pic de contrainte (*yield point*). Des cavités nanométriques, dispersées en gradients, et confinées dans l'entaille entraînent le changement des propriétés optiques du polymère [Schirrer *et al.*, 1996] ;

- Les cavités se localisent dans les zones de plus forte triaxialité (au centre de l'éprouvette) et le développement de la cavitation est accéléré par la géométrie de l'éprouvette [Castagnet et Debruck, 2007];
- D'abord oblate et perpendiculaires à la direction de chargement, les cavités tendent à se réorienter, changer de facteur de forme en fonction de la sollicitation, d'où plusieurs populations (en termes de morphologies de cavités) se trouvent dans différentes zones de l'échantillon à la fin de l'essai. Ces résultats sont en accord avec ceux de Schneider *et al.* [Schneider *et al.*, 2006], Blaise *et al.* [Blaise *et al.*, 2010, Blaise, 2011, Blaise *et al.*, 2012] sur le PEHD ou Humbert *et al.* [Humbert *et al.*, 2010] sur le PE.

La complémentarité des méthodes (FFT et analyse d'images) est établie, bien qu'une meilleure résolution permettrait d'utiliser des volumes d'intérêt (ROI) de même dimension. La FFT requiert un volume d'intérêt grand (au moins une centaine de voxels dans notre cas) pour garantir un signal de qualité suffisante alors que les gradients des paramètres des cavités dans les volumes utilisés sont importants (les ROI de 50 μm sont nécessaires pour les discrétiser sur la section de l'éprouvette). Ainsi, le choix des ROI différents est imposé par la résolution utilisée (elle-même imposée en partie par les dimensions des éprouvettes utilisées pour ne faire qu'un unique scan par incrément de déformation). Pour compléter cette étude, il faudrait de la même façon qu'ont été réalisés des chemins de ROI par analyse d'images, d'effectuer une étude détaillée par FFT de sous-volumes au sein de l'éprouvette.

Pour finir et pour être plus riche, une telle étude devrait être réalisée avec d'autres rayons de fond d'entaille pour évaluer l'évolution de la cavitation en fonction de la triaxialité macroscopique apportée par la géométrie de l'éprouvette. C'est ce qui a été notamment investigué par Castagnet et Debruck [Castagnet et Debruck, 2007], Bruselle-Dupend *et al.* [Bruselle-Dupend *et al.*, 2011, Rosenberg *et al.*, 2011], Cayzac *et al.* [Cayzac *et al.*, 2013, Cayzac, 2014] ou Selles *et al.* [Selles *et al.*, 2016b, Selles *et al.*, 2016a, Laiarinandrasana *et al.*, 2016b]. Ce à quoi il faudra ajouter d'autres états de multiaxialités, différentes vitesses de sollicitation pour appréhender la dépendance au temps du polymère et du phénomène de cavitation, des essais en température et d'autres types de microstructures (avec ou sans recuit, des taux de cristallinités différents). L'apport de la *fast tomography* (comme son nom l'indique, les scans ne durent que quelques secondes) permettra de s'affranchir des temps de relaxation pour scanner et solliciter l'éprouvette de manière continue. Bien sûr, la quête d'une meilleure résolution d'image sera toujours bénéfique pour atteindre les échelles de déformation des sphérolites, cœur de la compréhension des phénomènes de cavitation.

Les travaux menés actuellement au Centre des Matériaux apporteront davantage d'éléments sur la déformation des polymères semi-cristallins. Des campagnes expérimentales réalisées en fluage et fatigue font l'objet de la thèse de Nathan Selles sur le PA6 (dont certains articles sont disponibles et ont déjà été évoqués) afin de vérifier si les mécanismes de déformation sont identiques – d'une part entre eux et éventuellement – à ceux des sollicitations monotones. Le taux de cristallinité, grand oublié de la présente étude, et inaccessible par la tomographie aux rayons X seule, sera traité par la combinaison simultanée (et *in situ*) de cette dernière méthode évoquée et de la diffraction dans la thèse de Maxime Pélerin sur le PEKK Kepstan®.

La matrice thermoplastique PA11 – étude numérique

CHAPITRE 2

2.1 Modèle Gurson-Tvergaard-Needleman (GTN)

La méthode des éléments finis (EF) s'est avérée très pertinente pour les calculs mécaniques des structures et notamment lorsque le comportement des matériaux est non-linéaire [Besson *et al.*, 2001a]. C'est dans ce cadre que cette étude s'inscrit. Les travaux numériques sont fondés uniquement sur l'utilisation de la méthode des éléments finis pour simuler la déformation du polymère PA11.

2.1.1 Choix du modèle et éléments bibliographiques

La partie expérimentale au chapitre 1 a mis en évidence plusieurs caractéristiques du PA11 qui seront à modéliser correctement dans ce qui suit. D'une part, la courbe contrainte nette-déformation nominale illustrée en figure 1.11 – obtenue sur un essai de traction monotone sur éprouvette CNRB – présente une déformation assez importante, un adoucissement puis un rhéo-durcissement. D'autre part, la tomographie aux rayons X a révélé le développement de cavités au sein du matériau lors de sa déformation, synonyme de variation de volume irréversible. La modélisation souhaitée doit rendre compte du comportement macroscopique du polymère tel que déterminé expérimentalement mais aussi de la croissance de cavités. La dépendance au temps ne sera pas négligée et sera prise en compte à partir d'essais expérimentaux supplémentaires.

Dans le matériau PA11 considéré, plusieurs composantes de déformations ont été révélées : élastique (réversible) et non élastique (irréversible, visqueuse). Chaque composante peut se décomposer en cisaillement (déviatorique) et en variation de volume (sphérique). Parmi les modèles de la littérature, ceux fondés sur une contrainte équivalente déviatorique et une plasticité sans variation de volume ne conviendront pas. Quant aux modèles traitant de l'endommagement ductile des matériaux, ils se divisent en trois catégories :

- ▷ les modèles d'endommagement découplés (où comportement du matériau et endommagement ne sont pas liés) : la rupture est considérée lorsqu'une variable externe atteint une valeur critique qui elle, est obtenue par exemple, par postprocessing sur un trajet de chargement spécifique [Rice et Tracey, 1969] mais le comportement du matériau n'est pas modifié par l'évolution de la variable externe. Le modèle de Drucker-Prager [Drucker et Prager, 1952] fait partie de cette catégorie, il ne peut cependant convenir pour la présente étude puisqu'il prend en compte le premier invariant – la contrainte moyenne – sans considérer la variation de volume ;
- ▷ les modèles phénoménologiques couplés (où comportement du matériau et endommagement sont effectivement couplés) : l'endommagement mécanique est établi de manière macroscopique (en résulte une diminution du module élastique) mais les mécanismes microstructuraux ne sont pas considérés (le cadre thermodynamique est cependant assuré) [Lemaitre, 1985]. Souvent appelés modèles CDM (de l'anglais Continuum Damage Mechanics), cette terminologie n'est pas tout à fait adapté puisque la catégorie suivante (des modèles micromécaniques) est aussi fondée sur une description continue de l'endommagement [Besson, 2009a] ;

- ▷ les modèles micromécaniques : cette fois, l'endommagement physique est associé à un taux de porosité qui est alors une variable interne du modèle. Des lois de germination, croissance et coalescence des cavités déterminent ainsi la surface de charge.

Dans la présente étude, ces derniers modèles sont particulièrement intéressants pour le caractère intrinsèque du changement de volume, pris en compte directement et la similarité avec les observations expérimentales menées (développement et croissance de cavités). Les modèles issus de la mécanique des matériaux poreux ont fait l'objet de nombreux travaux dans la littérature, principalement sur les matériaux métalliques, et ont plus récemment aussi été éprouvés pour modéliser la réponse mécanique des polymères.

Le premier modèle – dit micromécanique – d'endommagement ductile couplé (déformation plastique et cavitation) est établi par Gurson [Gurson, 1977] et considère, dans sa démarche micro-macro, une cavité sphérique immergée dans un matériau rigide parfaitement plastique. L'endommagement se manifeste par la cavitation. Les cavités, initialement sphériques, vont croître, la variable de porosité f pourra être comparée au VVF déterminé expérimentalement. Tvergaard [Tvergaard, 1982] puis Tvergaard et Needleman [Tvergaard et Needleman, 1984, Needleman et Tvergaard, 1984] enrichissent le modèle initial en prenant en compte les phénomènes de couplage, de germination et de coalescence des cavités (dans la définition de la fonction seuil). Il s'agit alors du modèle Gurson-Tvergaard-Needleman, GTN, dont il sera question dans ce qui suit. Ce modèle poreux a, en effet, été adapté aux polymères lors de plusieurs travaux de thèses effectués au Centre des Matériaux [Lafarge, 2004, Regrain, 2009, Devilliers, 2011, Ricard, 2013, Cayzac, 2014, Selles *et al.*, 2016b]. Citons notamment ceux de Lefèbvre et Boisot [Lefèbvre, 2002, Boisot, 2009, Boisot *et al.*, 2011] sur le PA11. Ces implémentations ont tour à tour permis d'améliorer le modèle afin de l'adapter aux spécificités du polymère étudié (grandes déformations, viscosité, multi-mécanismes, contributions respectives des phases amorphe et cristalline...). Le choix de ce modèle tient donc de l'expérience acquise sur celui-ci et de la pertinence des résultats antérieurs obtenus.

Précisons qu'il existe naturellement beaucoup d'autres types de modèles pour l'endommagement ductile. Un certain nombre d'entre eux sont évoqués dans l'article [Cao et Bouchard, 2016], mais très rares sont ceux à la fois adaptés aux polymères et permettant les calculs de structures (par éléments finis).

2.1.2 Description du critère

2.1.2.A Le critère de plasticité initial du modèle GTN

Le critère du modèle GTN s'écrit selon l'équation 2.1.

$$\phi(\underline{\sigma}, f, \sigma_y) = \frac{\sigma_{eq}^2}{\sigma_y^2} + 2f q_1 \cosh\left(\frac{3}{2} q_2 \frac{\sigma_m}{\sigma_y}\right) - (1 + q_1^2 f^2) = 0 \quad (2.1)$$

avec :

- $\underline{\sigma}$: tenseur des contraintes macroscopiques (matrice + cavités)
- σ_y : contrainte d'écoulement de la matrice telle que $\sigma_y = R(p)$ (et qui sera établie plus tard)
- $\sigma_{eq} = \sqrt{\frac{3}{2} \underline{\sigma}^d : \underline{\sigma}^d}$: contrainte équivalente de von Mises ($\underline{\sigma}^d$ est le déviateur du tenseur des contraintes tel que $\underline{\sigma}^d = \underline{\sigma} - \sigma_m \underline{\mathbf{1}}$ et $\underline{\mathbf{1}}$ tenseur identité)
- $\sigma_m = \frac{tr(\underline{\sigma})}{3} = \frac{\sigma_{kk}}{3}$: contrainte moyenne ou pression hydrostatique

Dans cette expression du critère, f est la variable interne d'endommagement qui traduit la fraction volumique de vide (VVF en anglais, pour Void Volume Fraction) ou taux de porosité. Ainsi, il vient $f = 0$ lorsque le matériau est idéalement dense, sans vide ni inclusion. Et $f = 1$ est une valeur limite où le matériau serait idéalement poreux, sans capacité portante. q_1 et q_2 sont les paramètres ajoutés par Tvergaard [Tvergaard, 1982] pour rendre compte de l'interaction possible entre les cavités. q_2 étant placé devant le terme de la pression hydrostatique, il permet d'amplifier ou de diminuer le rôle de la triaxialité des contraintes sur l'évolution de la porosité. De plus, à la rupture, le critère se simplifie et donne $q_1 = \frac{1}{f_u}$ où f_u est le taux de porosité ultime (à la rupture). Précisons ici que la rupture n'intervient donc pas numériquement pour $f = 1$, mais bien avant si la valeur q_1 est judicieusement choisie.

Une seule surface seuil est définie pour deux mécanismes dissipatifs dans le modèle de Gurson (et par extension dans le modèle GTN), dès que l'on a $\phi(\underline{\sigma}, f, \sigma_y) = 0$, il y a alors une évolution simultanée de la plasticité (autrement dit, du cisaillement donc composante déviatorique) et de l'endommagement (de la variation de volume donc composante sphérique). Pour rappel, lorsque $\phi(\underline{\sigma}, f, \sigma_y) < 0$, le comportement du matériau est élastique.

Addendum : Modèle de Gurson

Le modèle de Gurson initial [Gurson, 1977] présente la fonction seuil suivante :

$$\phi(\underline{\sigma}, f, \sigma_0) = \frac{\sigma_{eq}^2}{\sigma_0^2} + 2f \cosh\left(\frac{3}{2} \frac{\sigma_m}{\sigma_0}\right) - (1 + f^2) = 0 \quad (2.2)$$

La matrice considérée est parfaitement plastique avec σ_0 la limite d'élasticité. Les cas $f = 0$ et $\phi(\underline{\sigma}, f, \sigma_y) = 0$ entraînent donc $\sigma_{eq} = \sigma_0$ c'est-à-dire le critère de von Mises : le modèle est insensible à la pression hydrostatique. Alors que dans le cas $f \neq 0$, le modèle est sensible à σ_m , la pression hydrostatique.

La figure 2.1 met en évidence la différence entre les critères de Gurson et de von Mises. La porosité rend le seuil sensible à la pression hydrostatique et diminue la limite d'élasticité prévue par von Mises. L'augmentation de la fraction volumique de vide f a pour effet de réduire la taille de la surface de charge et de diminuer la contrainte équivalente : le phénomène d'adoucissement est correctement simulé.

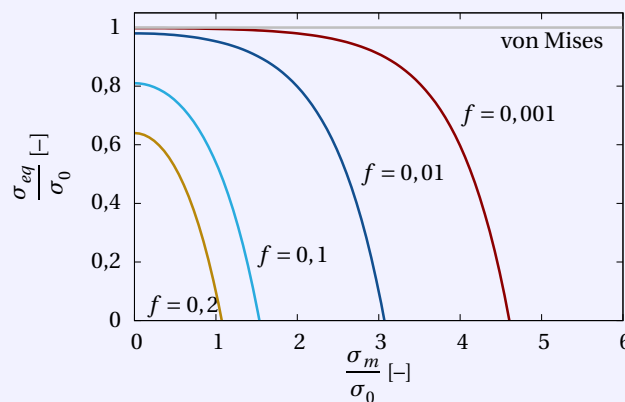


FIGURE 2.1 – Comparaison des critères de Gurson et de von Mises.

2.1.2.B Loi d'évolution de la déformation plastique

L'évolution de la déformation plastique obéit au principe de normalité par rapport à ϕ (relation 2.3). C'est une hypothèse des modèles de Gurson et GTN.

$$\dot{\underline{\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}}}^p = \dot{\lambda} \frac{\partial \phi}{\partial \underline{\underline{\boldsymbol{\sigma}}}} \quad (2.3)$$

où $\dot{\lambda}$ est le multiplicateur plastique déterminé à partir de la relation de cohérence $\dot{f} = 0$ et vérifie :

$$\begin{cases} \dot{\lambda} = 0 & \text{si } \phi(\underline{\underline{\boldsymbol{\sigma}}}, f, \sigma_y) < 0 \\ \dot{\lambda} \geq 0 & \text{si } \phi(\underline{\underline{\boldsymbol{\sigma}}}, f, \sigma_y) = 0 \end{cases} \quad (2.4)$$

D'où, par définition de la fonction seuil, il vient :

$$\begin{aligned} \dot{\underline{\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}}}^p &= \dot{\lambda} \frac{\partial}{\partial \underline{\underline{\boldsymbol{\sigma}}}} \left(\frac{\sigma_{eq}^2}{\sigma_y^2} \right) + \dot{\lambda} 2f q_1 \frac{\partial}{\partial \underline{\underline{\boldsymbol{\sigma}}}} \left(\cosh \left(\frac{3}{2} q_2 \frac{\sigma_m}{\sigma_y} \right) \right) \\ &= \dot{\lambda} \frac{1}{\sigma_y^2} \frac{\partial \sigma_{eq}^2}{\partial \underline{\underline{\boldsymbol{\sigma}}}} + \dot{\lambda} \frac{3f q_1 q_2}{\sigma_y} \sinh \left(\frac{3}{2} q_2 \frac{\sigma_m}{\sigma_y} \right) \frac{\partial \sigma_m}{\partial \underline{\underline{\boldsymbol{\sigma}}}} \\ &= \dot{\lambda} \frac{3}{\sigma_y^2} \underline{\underline{\boldsymbol{\sigma}}}^d + \dot{\lambda} \frac{f q_1 q_2}{\sigma_y} \sinh \left(\frac{3}{2} q_2 \frac{\sigma_m}{\sigma_y} \right) \underline{\underline{\mathbf{I}}} \end{aligned} \quad (2.5)$$

Cette dernière équation donnée par l'égalité 2.5 découle des deux expressions suivantes :

$$\frac{\partial \sigma_{eq}^2}{\partial \underline{\underline{\boldsymbol{\sigma}}}} = \frac{\partial}{\partial \underline{\underline{\boldsymbol{\sigma}}}} \left(\frac{3}{2} \underline{\underline{\boldsymbol{\sigma}}}^d : \underline{\underline{\boldsymbol{\sigma}}}^d \right) = \frac{3}{2} \frac{\partial}{\partial \sigma_{ij}} \left(\sigma_{k\ell}^d \sigma_{k\ell}^d \right) = \frac{3}{2} 2 \sigma_{k\ell}^d \frac{\partial \sigma_{k\ell}^d}{\partial \sigma_{ij}} = 3 \sigma_{k\ell}^d \left(\delta_{ik} \delta_{j\ell} - \frac{1}{3} \delta_{ij} \delta_{k\ell} \right) = 3 \sigma_{ij}^d = 3 \underline{\underline{\boldsymbol{\sigma}}}^d \quad (2.6)$$

$$\frac{\partial \sigma_m}{\partial \underline{\underline{\boldsymbol{\sigma}}}} = \frac{\partial}{\partial \underline{\underline{\boldsymbol{\sigma}}}} \left(\frac{1}{3} \text{trace}(\underline{\underline{\boldsymbol{\sigma}}}) \right) = \frac{1}{3} \underline{\underline{\mathbf{I}}} \quad (2.7)$$

De l'équation 2.5, vient alors :

$$\dot{\underline{\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}}}^p = \dot{\underline{\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}}}^p + \dot{\varepsilon}_m^p \underline{\underline{\mathbf{I}}} \quad \text{avec} \quad \begin{cases} \dot{\underline{\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}}}^p = \dot{\lambda} \frac{3}{\sigma_y^2} \underline{\underline{\boldsymbol{\sigma}}}^d \\ \dot{\varepsilon}_m^p \underline{\underline{\mathbf{I}}} = \dot{\lambda} \frac{f q_1 q_2}{\sigma_y} \sinh \left(\frac{3}{2} q_2 \frac{\sigma_m}{\sigma_y} \right) \underline{\underline{\mathbf{I}}} \end{cases} \quad (2.8)$$

La relation 2.8 fait apparaître un premier terme purement déviatorique $\dot{\underline{\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}}}^p$ et un second purement hydrostatique $\dot{\varepsilon}_m^p \underline{\underline{\mathbf{I}}}$. Alors, dans le cas du modèle,

$$\text{tr}(\dot{\underline{\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}}}^p) \neq 0 \implies \left(\frac{\Delta V}{V} \right) \neq 0 \quad (2.9)$$

L'incompressibilité plastique n'est plus vérifiée dès que le matériau contient des cavités.

La matrice n'est ici plus parfaitement plastique, d'où $\sigma_y = f(p)$ avec p la variable d'écouissage. Cet écouissage est supposé isotrope. La loi d'évolution de p est donnée par l'expression 2.10 où la dissipation plastique macroscopique du matériau réel (terme de gauche de l'équation) est égal à la dissipation microscopique du matériau fictif sans considérer les cavités (terme de droite de l'égalité, le préfacteur $(1-f)$ tient du fait que seule cette fraction est occupée par la matière) [Gurson, 1977]. Enfin, l'expression permettra par la suite de calculer le multiplicateur plastique introduit à l'équation 2.3.

$$\underline{\underline{\boldsymbol{\sigma}}} : \dot{\underline{\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}}}^p = (1-f) \sigma_y \dot{p} \quad (2.10)$$

2.1.2.C Loi d'évolution de la porosité

Croissance des cavités La loi d'évolution de la porosité est donnée par la relation 2.11 où la matrice incompressible présente un volume Ω et un volume occupé par les cavités ω . La conservation de la masse est assurée. D'une part, le taux de porosité s'exprime par l'égalité $\dot{f} = \frac{\dot{\omega}}{\Omega}$, et d'autre part, il vient naturellement $\dot{\Omega} = \dot{\omega}$.

$$\dot{f} = \frac{d}{dt} \left(\frac{\omega}{\Omega} \right) = \frac{1}{\Omega} \dot{\omega} - \omega \frac{\dot{\Omega}}{\Omega^2} = \left(1 - \frac{\omega}{\Omega} \right) \frac{\dot{\Omega}}{\Omega} \quad (2.11)$$

De plus,

$$\frac{\dot{\Omega}}{\Omega} = \text{trace}(\dot{\underline{\underline{\epsilon}}}) = \text{trace}(\dot{\underline{\underline{\epsilon}}}^e) + \text{trace}(\dot{\underline{\underline{\epsilon}}}^p) \quad (2.12)$$

Or, le terme $\text{trace}(\dot{\underline{\underline{\epsilon}}}^e)$ est nul, la relation 2.11 devient finalement :

$$\dot{f} = (1 - f) \text{trace}(\dot{\underline{\underline{\epsilon}}}^p) \quad (2.13)$$

Cette dernière équation démontre que la plasticité est responsable de l'évolution de la porosité dans ce modèle.

Coalescence Tvergaard et Needleman [Tvergaard et Needleman, 1984, Needleman et Tvergaard, 1984] proposent ensuite de remplacer la variable f par une fonction bilinéaire $f_*(f)$, appelée porosité effective. Cette fonction se justifie par la coalescence possible des cavités, celles-ci peuvent se rejoindre et on observe alors une accélération de leur croissance, et ce, à partir d'une porosité critique notée f_c . La fonction $f_*(f)$ est donnée par la relation 2.14 et est illustrée par la figure 2.2. Il s'agit de la phase de croissance lorsque $f < f_c$ et de la phase de coalescence pour $f \geq f_c$.

$$f_*(f) = \begin{cases} f & \text{si } f < f_c \\ f_c + \delta(f - f_c) & \text{si } f \geq f_c \end{cases} \quad (2.14)$$

avec :

- δ : le facteur d'accélération de la porosité effective illustré en figure 2.2 et tel que $\delta = \frac{f_{u*} - f_c}{f_R - f_c}$
- f_R : le seuil de rupture ductile
- $f_{u*}(f_R) = \frac{1}{q_1}$: la porosité effective ultime à rupture

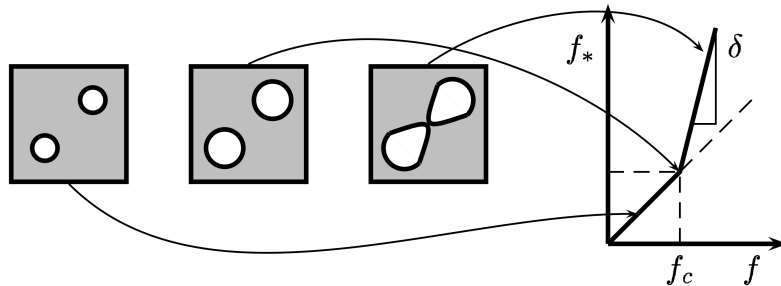


FIGURE 2.2 – Fonction bilinéaire $f_*(f)$ de la porosité effective, d'après [Tanguy, 2001].

Le critère de plasticité peut alors se réécrire :

$$\phi(\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}, f_*, \sigma_y) = \frac{\sigma_{eq}^2}{\sigma_y^2} + 2f_* q_1 \cosh\left(\frac{3}{2} q_2 \frac{\sigma_m}{\sigma_y}\right) - (1 + q_1^2 f_*^2) = 0 \quad (2.15)$$

Dans la présente étude, δ sera conservé égal à l'unité. En effet, d'après les observations expérimentales réalisées au chapitre 1, la coalescence des cavités n'est pas observée jusqu'aux derniers stades de la déformation investigués. Les cavités se développent et leur morphologie évolue sans coalescence évidente.

Germination Il est aussi possible de prendre en compte la germination, c'est-à-dire l'apparition de cavités supplémentaires en cours de calcul, avec le modèle GTN. Le lecteur est invité à s'intéresser aux travaux de Chu et Needleman [Chu et Needleman, 1980], Zhang et Hauge [Zhang et Hauge, 1999] ou Cao *et al.* [Cao *et al.*, 2014] à cet égard.

La germination ne sera pas considérée dans notre cas. Plusieurs raisons justifient ce choix : l'implémentation en est facilitée (les paramètres correspondant à la germination sont très délicats à obtenir expérimentalement et à calibrer) et une porosité initiale est observée expérimentalement. Il sera plus aisé de faire croître cette porosité initiale. Compte-tenu de la résolution micrométrique de la méthode de tomographie aux rayons X utilisée précédemment, il n'était pas possible d'observer les cavités initiales dans la matrice. Néanmoins, une étude complémentaire a permis d'évaluer cette porosité initiale à 0,5%. Il s'agit de cavités nanométriques dispersées dans la matrice. Ce résultat est en accord avec les travaux de Boisot sur le PA11 [Boisot, 2009].

Interaction entre les cavités : expression des paramètres q_1 et q_2 Le paramètre q_1 est choisi constant (rappelons que la relation $q_1 = \frac{1}{f_u}$ détermine la valeur ultime de rupture du matériau), contrairement à q_2 qui est défini comme une fonction de p_1 avec p_1 plus grande déformation plastique principale.

Dans ses travaux de thèse, Lafarge [Lafarge, 2004] avait initialement choisi q_2 fonction de p_1 en remarquant que les premiers stades de déformation font effectivement augmenter le taux de porosité mais qu'ensuite cette déformation ovalise les cavités sans en modifier la croissance. Ainsi, q_2 doit être une fonction – alors choisie exponentielle dans ses travaux – décroissante de la déformation plastique principale. La définition de q_2 permet, d'une part, de reproduire le ralentissement de l'endommagement volumique et de traduire, d'autre part, indirectement le développement de l'anisotropie des cavités aux grandes déformations (en gardant à l'esprit que dans le modèle GTN tel qu'il est écrit ici, les cavités sont initialement sphériques et il n'est pas possible de remonter à la forme des cavités au cours de calcul puisque f est un scalaire). Notons aussi que q_2 a une plus grande influence que q_1 sur l'endommagement, q_2 étant directement lié à la pression hydrostatique dans le cosinus hyperbolique du critère. De ce constat et des résultats prometteurs, Boisot [Boisot, 2009] avait poursuivi dans cette direction en choisissant quant à lui une fonction en tangente hyperbolique. L'expression de $q_2 = f(p_1)$ est donnée par la relation 2.16 et le graphe en figure 2.3 illustre la fonction pour plusieurs vitesses de transition.

$$q_2 = (M - m) \frac{\tanh(v(p_t - p_1)) + 1}{2} + m \quad (2.16)$$

où :

- M et m : sont respectivement les valeurs initiales et finales de la fonction q_2
- v : la vitesse de transition

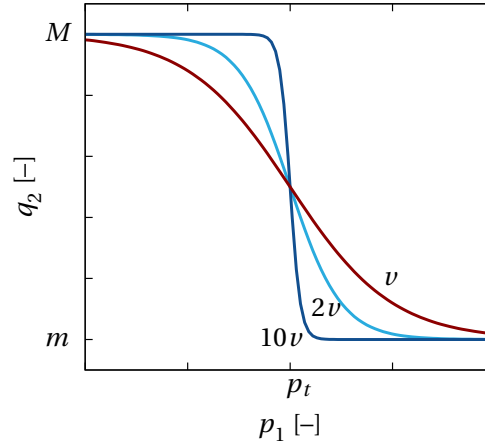


FIGURE 2.3 – Illustration de q_2 en fonction de p_1 pour différentes vitesses de transition.

- p_t : la déformation plastique principale de transition

Dans la partie expérimentale au chapitre 1 précédent, les résultats ont montré lors des essais suivis *in situ* sur éprouvettes CNRB une augmentation de la porosité jusqu'à une certaine déformation au-delà de laquelle les cavités changeaient de forme. Le taux de porosité ne croît plus dans la partie centrale de l'éprouvette. Ainsi, la définition de q_2 (décroissante et fonction de la déformation plastique principale) sera adaptée dans ce qui suit. L'expression déterminée par Boisot (la relation 2.16) sera conservée et les paramètres seront optimisés pour obtenir des résultats en accord avec nos résultats expérimentaux.

2.1.2.D Contrainte scalaire effective

Besson *et al.* [Besson *et al.*, 2001b, Besson, 2009a, Besson, 2009b] introduisent la notion de contrainte scalaire effective – notée σ_* – qui est fonction du tenseur macroscopique des contraintes $\underline{\sigma}$ et de la porosité f_* . La contrainte scalaire effective est définie par la relation 2.17.

$$\phi(\underline{\sigma}, f_*, \sigma_y) = \sigma_* - \sigma_y = 0 \quad (2.17)$$

Cette contrainte scalaire s'interprète comme une mesure de contrainte telle qu'elle est perçue par le matériau dense restant. σ_* est une fonction homogène de $\underline{\sigma}$ de degré 1, ce qui permet d'établir par le théorème d'Euler :

$$\frac{\partial \sigma_*}{\partial \underline{\sigma}} : \underline{\sigma} = \sigma_* \quad (2.18)$$

L'expression 2.10, en injectant l'égalité 2.17, se réécrit naturellement comme suit :

$$\underline{\sigma} : \underline{\dot{\epsilon}}^p = (1 - f) \sigma_* \dot{p} \quad (2.19)$$

La fonction seuil finale présente la forme suivante :

$$\Phi(\underline{\sigma}, f_*, \sigma_*) = \frac{\sigma_{eq}^2}{\sigma_*^2} + 2f_* q_1 \cosh\left(\frac{q_2}{2} \frac{\sigma_{kk}}{\sigma_*}\right) - (1 + q_1^2 f_*^2) \stackrel{\text{def. } \sigma_*}{=} 0 \quad (2.20)$$

Cette dernière reformulation du critère avec la contrainte scalaire effective σ_* permet une écriture unifiée et est directement comparable à d'autres critères de la littérature comme par exemple celui de Rousselier [Rousselier, 1987] (les deux critères avaient été de cette façon mis en regard dans l'article

de Besson [Besson *et al.*, 2001b]). De plus, cette écriture facilite l'implémentation et la résolution par la méthode des Éléments Finis.

Rappelons que la règle de normalité donne :

$$\dot{\underline{\underline{\epsilon}}}^p = \dot{\lambda} \frac{\partial \phi}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} = \dot{\lambda} \frac{\partial \sigma_\star}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} \quad (2.21)$$

En utilisant les expressions précédentes 2.18, 2.19 et 2.21 on a alors :

$$\dot{\underline{\underline{\epsilon}}}^p : \underline{\underline{\sigma}} = \dot{\lambda} \frac{\partial \sigma_\star}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} : \underline{\underline{\sigma}} \implies \dot{\lambda} = (1 - f) \dot{p} \quad (2.22)$$

Finalement, le tenseur des vitesses de déformations viscoplastiques s'exprime selon la relation 2.23.

$$\dot{\underline{\underline{\epsilon}}}^p = (1 - f) \dot{p} \frac{\partial \sigma_\star}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} \quad (2.23)$$

Le modèle est implémenté dans Z-set/ZeBuLoN, la suite logicielle pour la mécanique des matériaux et le calcul de structures [Besson et Foerch, 1997, Missoum-Benziane *et al.*, 2011] conjointement développée par le Centre des Matériaux, l'Onera et NW Numerics. C'est ce code de calcul qui sera utilisé dans toute cette étude. Le critère GTN est écrit en grandes déformations et tient compte de l'écriture de la fonction seuil proposée à l'équation 2.20.

Un modèle de comportement nécessite le choix de plusieurs éléments :

- un critère de plasticité
- une loi d'évolution de la déformation plastique (fonction d'écoulement plastique)
- une loi d'évolution de la porosité
- une loi d'écrouissage

Les trois premiers points ont été établis dans la section précédente. Poursuivons donc le développement du modèle.

2.1.3 Modélisation de l'élasto-visco-plasticité

2.1.3.A Tenseur des déformations

Le comportement du PA11 fait apparaître un premier stade de déformation linéaire élastique assez bref suivi d'une déformation viscoplastique (déterminée par des essais sur barreaux lisses à différentes vitesses de chargement et présentés en partie 2.2.1). On admet que la déformation totale du matériau peut se décomposer comme suit :

$$\underline{\underline{\epsilon}} = \underline{\underline{\epsilon}}^e + \underline{\underline{\epsilon}}^{vp} + \underline{\underline{\epsilon}}^{ve} \quad (2.24)$$

où :

- $\underline{\underline{\epsilon}}^e$: tenseur des déformations élastiques
- $\underline{\underline{\epsilon}}^{vp}$: tenseur des déformations visco-plastiques
- $\underline{\underline{\epsilon}}^{ve}$: tenseur des déformations visco-élastiques

Néanmoins, les essais réalisés dans cette étude ne permettent pas de mettre en évidence la visco-élasticité. On associe, par hypothèse, visco-élasticité et viscoplasticité. Le terme $\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}^{vp}$ est donc négligé. La relation 2.24 se réécrit alors :

$$\underline{\boldsymbol{\varepsilon}} = \underline{\boldsymbol{\varepsilon}}^e + \underline{\boldsymbol{\varepsilon}}^{vp} \quad (2.25)$$

La loi de Hooke fait intervenir le tenseur de déformation élastique $\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}^e$ et le tenseur des contraintes $\underline{\boldsymbol{\sigma}}$, tels que :

$$\underline{\boldsymbol{\sigma}} = \underline{\underline{\mathbb{C}}}^0 : \underline{\boldsymbol{\varepsilon}}^e = \underline{\underline{\mathbb{C}}}^0 : (\underline{\boldsymbol{\varepsilon}} - \underline{\boldsymbol{\varepsilon}}^{vp}) \quad (2.26)$$

avec $\underline{\underline{\mathbb{C}}}^0$ matrice de rigidité (tenseur de Hooke d'ordre 4) qui peut être écrit, pour un matériau isotrope, uniquement en fonction de E et ν , respectivement module d'Young et coefficient de Poisson. Cette relation traduit le fait qu'il n'y ait pas d'influence de l'endommagement sur la rigidité du matériau, le modèle de Gurson ne simule pas la perte de rigidité du matériau mais modélise l'adoucissement.

La base expérimentale étant constituée uniquement d'essais de traction, le modèle DDI (Double Déformation Inélastique) n'a pas été considéré. Celui-ci considérant l'influence d'un terme de déformation visco-plastique aux temps courts (essais de traction, mises en charge) et un autre aux temps longs (essais de fluage) comme traité par Lefèbvre dans ses travaux de thèses [Lefèbvre, 2002] sur le fluage du PA11, notamment. Un seul terme visco-plastique $\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}^{vp}$ est utilisé dans la modélisation.

La relation 2.23 devient la vitesse de déformation visco-plastique :

$$\dot{\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}}^{vp} = (1 - f) \dot{p} \frac{\partial \sigma^*}{\partial \underline{\boldsymbol{\sigma}}} \quad (2.27)$$

où \dot{p} , la vitesse de déformation plastique effective, est choisie selon une loi de Norton exprimée comme suit (cette écriture est préconisée par Besson [Besson, 2009b]) :

$$\dot{p} = \dot{\varepsilon}_0 \left\langle \frac{\Phi}{K} \right\rangle^n \quad (2.28)$$

avec :

- K : coefficient d'intensité de la déformation (homogène à une contrainte)
- n : quantifie la non-linéarité du comportement visco-plastique du matériau
- $\dot{\varepsilon}_0 = 1 \text{ s}^{-1}$
- $\langle \cdot \rangle = \max(\cdot, 0)$: fonction partie positive

2.1.3.B Loi d'écrouissage

Il reste à définir la loi d'écrouissage associée au critère de plasticité. Elle se traduit par la relation 2.17 avec $\sigma_y = R(p)$. La contrainte d'écoulement R de la matrice s'exprime par l'équation 2.29. $R(p)$ correspond à la courbe contrainte vraie-déformation plastique vraie du matériau. Ce terme d'écrouissage fait, dans cette étude, écho au durcissement ou adoucissement structural du matériau bien qu'il soit usuellement consacré aux métaux et en lien avec les dislocations.

$$R(p) = R_0 + Q \left(1 - e^{-bp}\right) + A(e^{Bp} - 1) \quad (2.29)$$

où :

- R_0 : seuil initial d'écoulement viscoplastique

- Q et b : paramètres de l'écroissage isotrope
- A et B : paramètres du rhéo-durcissement

Il y a deux termes d'écroissage, le premier (avec le préfacteur Q) étant un terme d'écroissage isotrope non-linéaire, doit être complété par un second terme (avec le préfacteur A) de rhéo-durcissement. En effet, numériquement, le seul terme d'écroissage isotrope non-linéaire est insuffisant pour modéliser le rhéo-durcissement où le matériau se rigidifie lors de l'alignement des chaînes pour de grandes déformations (et observé expérimentalement). La loi d'écroissage présentée ici a été éprouvée dans plusieurs travaux de thèse [Lafarge, 2004, Boisot, 2009, Ricard, 2013]. Précisons aussi que les modélisations réalisées concernent des chargements monotones, un écroissage cinématique aurait pu convenir tout autant.

2.1.3.C Bilan du modèle

Paramètres du modèle Ainsi établi, le modèle complet de comportement poro-visco-plastique présente les paramètres suivants :

- E et ν : coefficients du comportement linéaire élastique du matériau, ils sont déterminés lors des essais de traction sur éprouvettes lisses ;
- K et n : paramètres de la loi de Norton du comportement visqueux du matériau, ils sont déterminés par les essais de traction monotone sur éprouvettes lisses à différentes vitesses de sollicitation ;
- R_0 , Q , b , A et B : paramètres de la loi d'écroissage (non-linéarité du comportement et rhéo-durcissement), ils sont déterminés à partir des essais de traction monotone sur éprouvettes CNRB et lisses ;
- q_1 et q_2 (soit encore M , m , ν et p_r) : paramètres d'interaction entre cavités, ils sont déterminés par l'étude des essais de traction monotone et suivis *in situ* sur éprouvettes CNRB.

Limites du modèle Le modèle souffre néanmoins de quelques lacunes qui sont évoquées dans ce qui suit.

- ▷ Il n'y a pas de cadre thermodynamique pour le modèle : il n'y a pas de normalité pour l'évolution de f . \dot{f} n'étant pas obtenu par normalité, on peut trouver des cas de figure où l'on viole le second principe.
- ▷ La contrainte hydrostatique σ_m tient un rôle essentiel : si $\sigma_m = 0$ (par exemple dans le cas du cisaillement pur) alors $\text{trace}(\dot{\varepsilon}^p) = 0$ et par suite $\dot{f} = 0$ (d'après la relation 2.13). Dans ce cas, il n'y a pas de croissance de vides donc pas de rupture. Ce qui peut être mis en défaut. Les basses triaxialités mettent le modèle en difficulté (lorsque le cisaillement domine l'état de contrainte local), et certains auteurs ont contribué à palier ce problème. Citons par exemple, les travaux de Nahshon et Hutchinson [Nahshon et Hutchinson, 2008] ou Xue [Xue, 2008], d'autres modifications du modèle de Gurson sont aussi discutées dans [Cao et Bouchard, 2016].
- ▷ Enfin, comme tout modèle adoucissant, il est dépendant du maillage. Une attention particulière sera portée à la finesse du maillage choisi – considérée comme un paramètre supplémentaire du modèle – puisque présente une influence sur les résultats.

2.2 Identification des coefficients du modèle

Une méthode d'identification inverse est proposée afin de déterminer les paramètres du modèle introduit précédemment. La base expérimentale développée ici – ou qui a déjà été en partie présentée par les essais sur éprouvettes CNRB du chapitre 1 – est constituée de plusieurs types d'essais et observables qui permettront de fixer les coefficients du modèle. Des grandeurs globales et locales sont au cœur de cette identification, où les courbes macroscopiques (*e.g.* contrainte-déformation) et les grandeurs microscopiques locales (*e.g.* fraction volumique de vide) déterminées par la tomographie constituent la référence pour le modèle. Il peut être *a priori* surprenant (voire contradictoire) de calibrer un modèle micromécanique sur des résultats d'essais mécaniques macroscopiques. Ce type d'identification inverse est néanmoins admise dans la littérature. Elle est utilisée dans l'industrie et a fait ses preuves. L'objectif est d'obtenir *in fine* un modèle EF (à savoir un ensemble d'un maillage, d'une loi de comportement et des conditions aux limites appropriées) capable de simuler les essais de structure réalisés sur le polymère. Les résultats d'une étude expérimentale riche (en termes de sollicitations, vitesses de déformation et échelles d'observation) contraignent le modèle numérique calibré à être plus représentatif et plus pertinent.

Néanmoins, gardons à l'esprit que tous les paramètres du modèle ne sont pas indépendants les uns des autres. Ils seront présentés dans ce qui suit séparément pour leur contribution que ce soit sur les essais sur éprouvettes lisses ou entaillées mais tous les coefficients ont fait l'objet de plusieurs optimisations afin d'obtenir les meilleurs résultats (ou autrement dit, le meilleur compromis) sur ces différents essais. Bien sûr, pour chaque essai il est possible de trouver des coefficients où réponses expérimentale et numérique seront très proches, néanmoins sur un autre type d'essais les résultats ne seront pas pour autant pertinents. L'ordre de présentation d'identification fait écho à celui qui a permis de calibrer le modèle, sans oublier de vérifier à nouveau la pertinence des résultats pour toute la base expérimentale (vitesses différentes, éprouvettes lisses et entaillées). Enfin, ce problème n'a pas de solution unique puisque qu'il est mal posé. L'objectif de cette identification inverse est de déterminer le meilleur jeu de paramètres afin de rendre compte numériquement le plus fidèlement possible des observations et des résultats expérimentaux.

2.2.1 Essais de traction monotone sur éprouvettes lisses

Une première partie expérimentale est constituée d'essais de traction monotone sur des éprouvettes lisses.

2.2.1.A Protocole et résultats expérimentaux

Ces essais auraient pu être traités au chapitre 1, consacré à la partie expérimentale de cette étude, mais ils sont exploités uniquement dans ce qui suit.

Les éprouvettes ont été prélevées dans les barreaux fournis par Arkema et ont été usinées au Centre des Matériaux. Les dimensions de ces éprouvettes sont illustrées en figure 2.4(a) et (b). Elles présentent une section carrée en partie utile de 4 mm de côté. Une fois usinées, les éprouvettes ont été conservées pendant quinze jours dans une salle à 23 °C et 50% HR. Une machine INSTRON® 5966 équipée d'une cellule de charge de 10 kN a été utilisée. Les essais ont été réalisés à température ambiante avec un déplacement de traverse imposé monotone pour quatre vitesses de déformation différentes afin de balayer plusieurs décades avec $\dot{\epsilon} = 0,001 \text{ s}^{-1}$, $0,01 \text{ s}^{-1}$, $0,1 \text{ s}^{-1}$ et $0,8 \text{ s}^{-1}$. Notons que la vitesse de $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$ était au-delà des capacités de la machine, d'où le choix d'une vitesse maximale de $\dot{\epsilon} = 0,8 \text{ s}^{-1}$. Les courbes de contrainte nominale en fonction de la déformation nominale sont tracées en figure 2.5. Les essais ont été doublés pour s'assurer de la reproductibilité de la courbe obtenue. Rappelons que la contrainte nominale σ_0 et la déformation nominale ϵ_0 sont définies par

les relations 2.30.

$$\sigma_0 = \frac{F}{S_0} \qquad \varepsilon_0 = \frac{\Delta l}{l_0} \qquad (2.30)$$

La force F est mesurée par la cellule de charge de la machine, S_0 est la section initiale de l'éprouvette (mesurée avant l'essai), Δl et l_0 expriment respectivement le déplacement mesuré et la longueur initiale entre les mors. Une striction apparaît lors de ces essais, le choix est fait de considérer toute la zone entre les mors (pour les calculs de déformation et le calcul éléments finis) puisqu'il n'est pas possible de savoir où les phénomènes de localisation vont se produire. La mesure de déformation obtenue par un extensomètre ne serait plus valide si la localisation se développait en dehors de la zone mesurée. C'est aussi pour ces raisons que la majeure partie de la base expérimentale est constituée d'essais sur éprouvettes entaillées : il est plus pertinent et facile de suivre l'évolution de la force pour une valeur d'ouverture d'entaille par exemple. La zone strictionnée – qui blanchit – ne se situe pas toujours, même rarement, au centre de l'éprouvette. Dans les faits, cette localisation se manifeste généralement d'un côté ou de l'autre de l'épaulement aux extrémités de la zone utile.

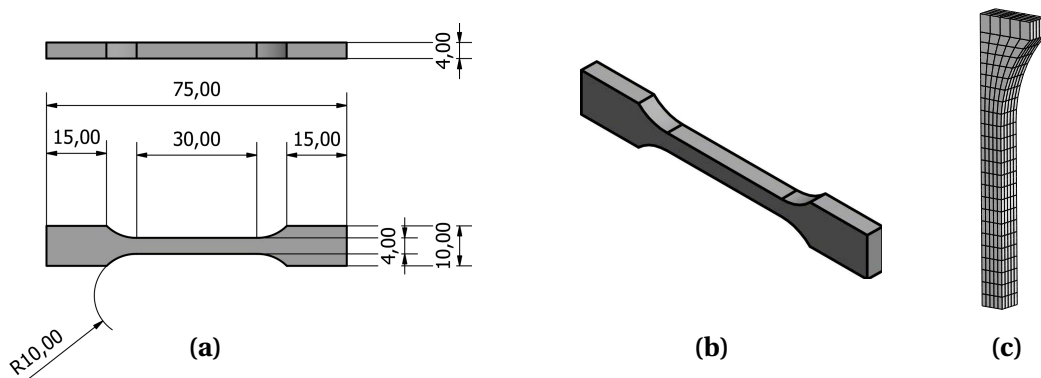


FIGURE 2.4 – (a) Plan et dimensions des éprouvettes lisses de PA11 (les dimensions sont affichées en millimètres); (b) Représentation 3D des éprouvettes; (c) Maillage (du huitième) de l'éprouvette lisse considérée.

Ces essais montrent, en figure 2.5, une dépendance à la vitesse de sollicitation. Les courbes présentent une première partie linéaire puis une partie non linéaire avec un durcissement (le phénomène de blanchiment se devine et est localisé), la force maximale est atteinte et la courbe commence à s'infléchir. À cet instant, la striction apparaît clairement, le rayon de courbure diminue (de l'infini pour l'éprouvette lisse à une valeur minimale) puis augmente à nouveau, l'entaille nouvellement créée s'étire et mène à la rupture de l'éprouvette. Ces mêmes phénomènes sont détaillés pour des éprouvettes lisses sur du PP et PA6 (avec le suivi des rayons de courbures de cette striction) dans l'article [Laiarinandrasana *et al.*, 2016b]. De plus, lorsque la vitesse de traction augmente, la contrainte maximale mesurée augmente aussi alors que la déformation à rupture semble diminuer (à l'exception des plus faibles vitesses).

2.2.1.B Mise en données du calcul et identification des paramètres de comportement

Le maillage considéré est constitué de 3264 nœuds et de 600 éléments hexaèdres quadratiques à intégration réduite (*c3d20r*). La figure 2.4(c) représente le maillage. Un huitième de la géométrie initiale de l'éprouvette est conservée par symétrie matérielle et permet de réduire les temps de calcul. Les conditions aux limites appliquées sont cohérentes avec l'essai de traction réalisé (déplacements bloqués sur les faces des symétries planes de l'éprouvettes ou bords libres dans le cas contraire). Seule la face supérieure de l'éprouvette est soumise à un déplacement de ses nœuds constitutifs avec la vitesse appropriée pour simuler les différents essais expérimentaux dont il est question. Les

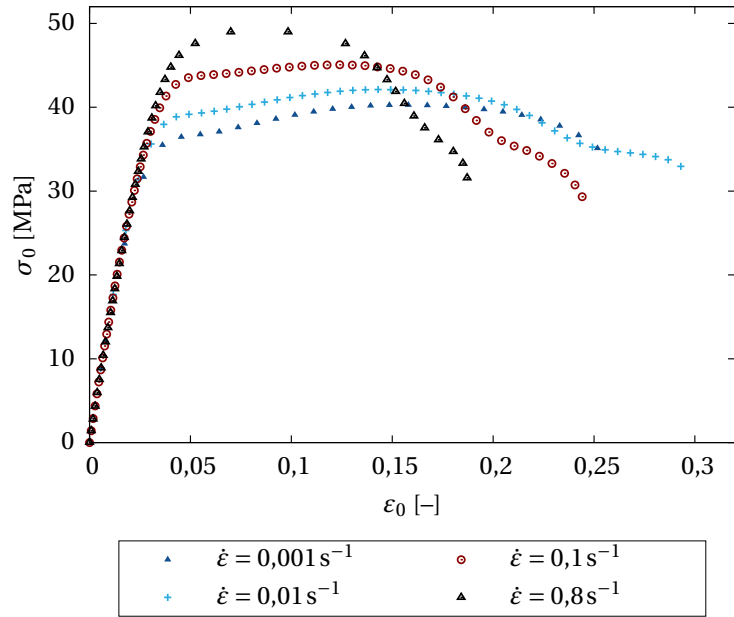


FIGURE 2.5 – Courbes expérimentales de la contrainte nominale en fonction de la déformation nominale pour différentes vitesses de traverse imposées sur les éprouvettes lisses illustrées en figure 2.4.

calculs se déroulent en grande déformation, conformément au modèle GTN implémenté. La figure 2.6 présente les résultats des calculs sur éprouvettes lisses.

Le calcul sur éprouvette lisse est incapable de prédire la localisation (striction) observée expérimentalement sans placer un défaut artificiel au préalable (qui consiste par exemple à déplacer un nœud du maillage en surface pour créer une micro-entaille). Dans ce qui suit, la géométrie de l'éprouvette est conservée sans défaut : il n'y aura donc pas de localisation, ni rupture "numérique" de l'échantillon. Les résultats de début de courbes seront comparables entre essais expérimentaux et résultats numériques et permettent l'optimisation des coefficients matériaux. Au-delà de la localisation de la déformation, les résultats ne seront plus utilisés.

Notons que sont présentés ici des résultats du modèle calibré mais une première phase d'initiation des paramètres est nécessaire avant d'optimiser les coefficients de manière plus aboutie sur des calculs où l'endommagement se manifeste (sur éprouvettes CNRB). Les paramètres E , ν , K , n , R_0 , Q et b sont fixés par optimisation sur les résultats expérimentaux des éprouvettes lisses et entaillées avant que l'endommagement soit pris en compte. L'optimisation consiste à minimiser l'écart entre les courbes contrainte nominale-déformation nominale expérimentales et numériques obtenues par le calcul de structure. L'optimiseur intégré à la suite Z-set est utilisé. Le choix s'est porté sur l'algorithme de Nelder-Mead [Nelder et Mead, 1965] pour sa facilité d'utilisation. Notons que réaliser manuellement une étude de l'influence de chaque paramètre peut s'avérer très profitable pour lancer une première optimisation avec des bornes pertinentes qui aura des chances d'aboutir à un bon jeu de coefficients en sortie.

Identification des paramètres élastiques : E et ν Le module d'Young est déterminé par interprétation graphique sur les courbes contrainte nominale-déformation nominale illustrées en figure 2.5 tel que $E = 1350 \text{ MPa}$. Il s'agit en réalité du module d'Young apparent. Ce module est très proche de celui fourni par Arkema dans la fiche technique de ce grade du PA11, qui est de 1320 MPa obtenu avec la norme ISO 527. Le coefficient de Poisson est évalué à $\nu = 0,4$ par analyse de la déformation de la

section de l'éprouvette (obtenue par un extensomètre à couteaux aux premiers stades bien avant la localisation).

TABLEAU 2.1 – Paramètres élastiques E et ν de la matrice PA11.

Paramètre [Unité]	Valeur
E [MPa]	1350
ν [-]	0,4

Identification des paramètres de comportement visco-plastique : R_0 , Q , b , A , B , n et K Une étude de sensibilité avait été réalisée par Lafarge [Lafarge, 2004] et seules quelques grandes lignes sur l'influence des paramètres et les résultats seront présentés ici. Tous les paramètres jouant en même temps sur la réponse mécanique observée numériquement (ainsi que l'évolution de la porosité numérique), il est assez difficile de les dissocier et de les fixer les uns après les autres de manière itérative.

Les coefficients K et n de la loi de Norton – permettant de simuler la non-linéarité du comportement mécanique – sont interdépendants, en fixant K (qui caractérise l'intensité de la vitesse de déformation), n (qui quantifie cette non-linéarité) s'impose. Le choix des valeurs de ces paramètres a été fait afin de répondre au mieux aux résultats des vitesses intermédiaires ($\dot{\epsilon} = 0,01 \text{ s}^{-1}$ et $0,1 \text{ s}^{-1}$).

La limite d'élasticité (R_0) – qui n'a pas de signification évidente sur un polymère – est difficile à établir de manière graphique puisqu'elle varie en fonction de la vitesse du chargement (comme illustré par les courbes en figure 2.5). La valeur de R_0 déterminée numériquement pour le modèle est très différent de celle donnée par la fiche technique (qui est de 41 MPa obtenu par la norme ISO 527). Cette valeur a été ajustée par optimisation et ne revêt pas une réelle signification physique dans notre cas.

Q et b , paramètres de l'écrouissage isotrope non-linéaire, sont déterminés en ne considérant les courbes sur éprouvettes lisses uniquement jusqu'à la contrainte maximale (comme explicité auparavant, lorsqu'il y a localisation, la modélisation n'est plus correcte). L'inflexion assez lente des courbes (notamment aux vitesses importantes) en figure 2.5 invite à proposer un coefficient b important (de l'ordre de la centaine ou plus) mais ce choix ne permet pas d'avoir une réponse pertinente sur les éprouvettes entaillées. Ainsi, la valeur du paramètre b a été imposée inférieure à la dizaine. Les paramètres A et B du rhéo-durcissement ont une très grande importance dans le cas des éprouvettes entaillées (B doit être de l'ordre de l'unité sinon la contrainte croît trop fortement) mais il est important de les intégrer dès à présent dans le cas des calculs sur éprouvettes lisses (le terme du rhéo-durcissement influence la loi d'écrouissage, rappelons-nous de la relation 2.29).

2.2.1.C Résultats

La courbe 2.6 présente la comparaison entre la réponse mécanique expérimentale et numérique sur les éprouvettes lisses avec le modèle calibré. Le tableau 2.2 fait l'inventaire des paramètres jusqu'ici déterminés. Les premières parties des courbes numériques pour les différentes vitesses sont en bon accord avec les résultats expérimentaux, excepté pour la plus faible vitesse. Pour la vitesse $\dot{\epsilon} = 0,001 \text{ s}^{-1}$, la réponse numérique sous-estime légèrement la contrainte nominale déterminée expérimentalement. Le modèle est sensible aux vitesses de sollicitation imposées lors des calculs.

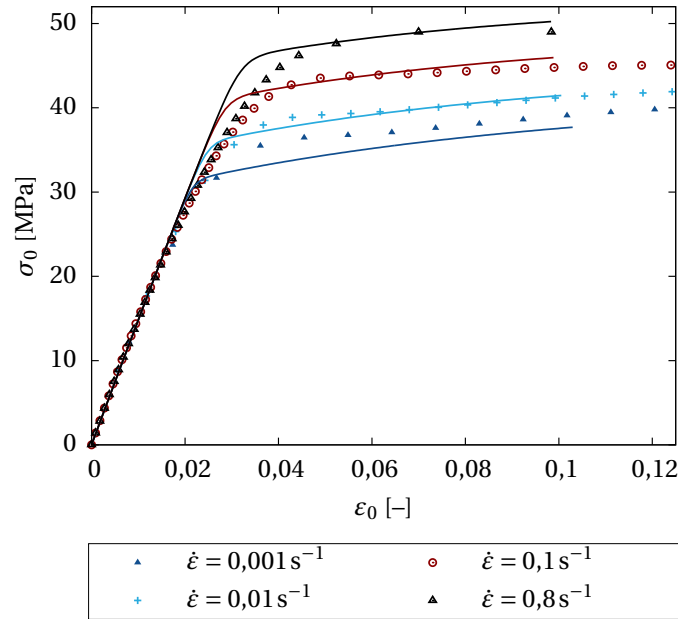


FIGURE 2.6 – Courbes expérimentales et numériques de la contrainte nominale en fonction de la déformation nominale pour différentes vitesses de sollicitation sur les éprouvettes lisses. Les courbes en traits continus illustrent les résultats numériques et les points sont les résultats expérimentaux.

2.2.2 Essais de traction monotone sur éprouvettes CNRB

Considérons à présent les éprouvettes axisymétriques pour illustrer la réponse du modèle calibré.

2.2.2.A Protocole et résultats expérimentaux

Le protocole expérimental et les résultats ont fait l'objet de la partie 1.3.2 du chapitre précédent. Seule la courbe expérimentale de référence (des essais monotones) sera présentée dans ce qui suit. Rappelons que l'ouverture d'entaille est mesurée *a posteriori* sur les images de l'acquisition vidéo réalisée lors de l'essai. La force est donnée par la cellule de charge. De plus, le RLS est relevé (*a posteriori* aussi) et ajouté au graphe, il s'agit d'une mesure de réduction diamétrale (explicitée par la relation 1.8). Ces courbes pourront être obtenues numériquement et permettront l'optimisation des derniers coefficients du modèle. Notons aussi que la courbe de réduction diamétrale présente des oscillations en fin de courbe, qui ne sont qu'un artefact dû au calcul par le traitement d'image. À ce stade de la déformation, la réduction diamétrale est très faible et est proche de la résolution de la caméra utilisée.

Les résultats des éprouvettes CNRB sont présentés en fonction de l'ouverture d'entaille puisque même si la consigne de la machine est donnée en rampe, l'ouverture d'entaille subit initialement une accélération pour atteindre cette rampe. La mise en place de l'essai justifie ce temps de latence. Le graphe 2.8 illustre l'ouverture de l'entaille en fonction du temps. La fin de la courbe illustre la rupture, l'ouverture d'entaille accélère de manière exponentielle. Les calculs seront donc réalisés en imposant une rampe de chargement proportionnelle au temps mais les courbes des résultats seront dès lors données en fonction de l'ouverture d'entaille (NOD).

TABLEAU 2.2 – Paramètres visco-plastiques R_0 , Q , b , A , B , n et K .

Paramètre [Unité]	Valeur
R_0 [MPa]	6
Q [MPa]	23
b [-]	5,1
A [MPa]	7
B [-]	2,5
n [-]	14
K [MPa]	44

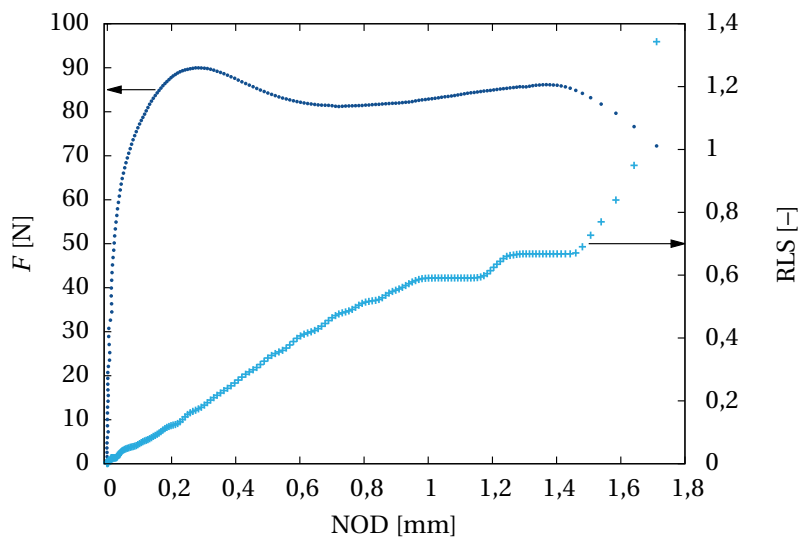


FIGURE 2.7 – Courbes expérimentales de la force (F) et de la réduction diamétrale (RLS) en fonction de l'ouverture d'entaille (NOD) mesurée.

2.2.2.B Mise en données du calcul et identification des paramètres d'endommagement

La symétrie matérielle des échantillons permet de simplifier le maillage. On considère le maillage présenté en figure 2.9 où les dimensions de l'éprouvette initiale sont respectées. Il est constitué de 927 nœuds et de 286 éléments quadrangles. Ces éléments sont choisis quadratiques axisymétriques à intégration réduite (éléments *cax8r* de ZeBuLoN). Ce type d'élément est préconisé par Besson [Besson *et al.*, 2001b] afin de limiter l'influence du maillage. La convergence du maillage et le choix des éléments seront des points traités au paragraphe 2.2.3.A.

Les conditions aux limites sont exprimées sur la figure 2.9. La symétrie au niveau de la section minimale de l'éprouvette impose un déplacement vertical nul (suivant l'axe 2 illustré en figure 2.9) de ces nœuds. L'axe de révolution de l'éprouvette implique aussi un déplacement horizontal nul (suivant l'axe 1) des nœuds de celui-ci. Enfin, un déplacement est imposé sur les nœuds de la face supérieure de la géométrie d'où la force de réaction est déterminée. Le suivi des nœuds mis en évidence sur la figure 2.9 permet de retrouver l'ouverture d'entaille et la réduction diamétrale (qui avaient été déterminés expérimentalement lors des essais).

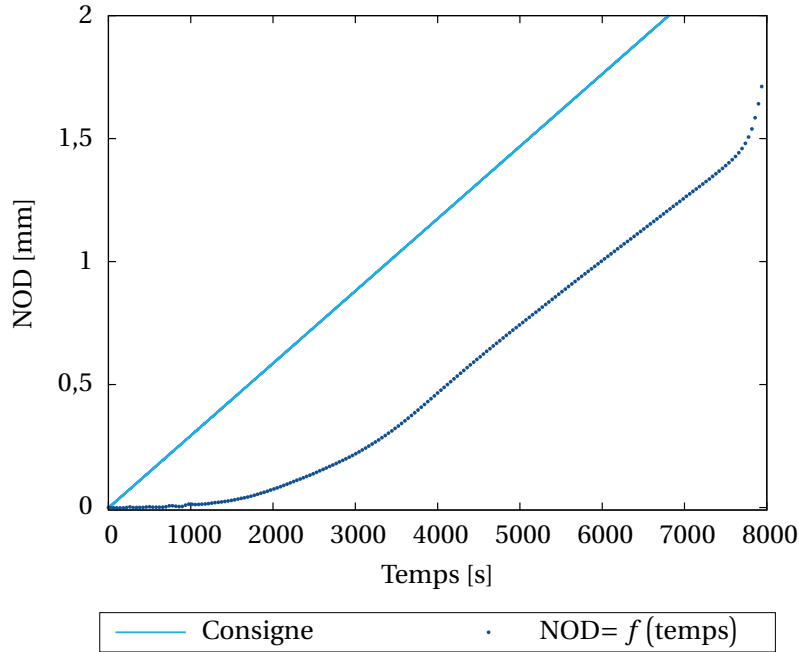


FIGURE 2.8 – Consigne machine et ouverture d'entaille mesurée (NOD en mm) en fonction du temps lors de l'essai expérimental de traction monotone sur éprouvette entaillée.

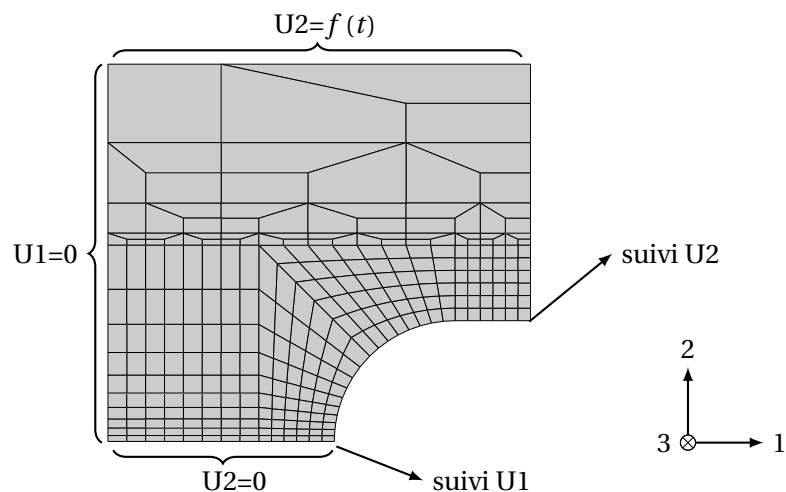


FIGURE 2.9 – Maillage ① de l'éprouvette axisymétrique et conditions aux limites appliquées.

Identification des paramètres d'endommagement : q_1 et q_2 q_1 est déterminé par optimisation tel que $q_1 = 2,1$. Cela implique aussi, puisque $f_{u^*}(f_R) = \frac{1}{q_1}$, que $f_{u^*} = 0,48$ d'où la porosité critique donnée par le modèle est de 48%. Expérimentalement, la valeur maximale de la porosité calculée (à la résolution de tomographie et pour les ROIs considérés) est de l'ordre de 20%. Le paramètre q_1 étant aussi très influent sur le comportement mécanique, il sera conservé à cette valeur. Néanmoins, un autre critère de rupture des éléments pourra être utilisé pour rompre les éléments prématurément et sera expliqué au paragraphe 2.2.3.B.

q_2 est défini comme une fonction de la plus grande déformation plastique principale dont l'expression a été donnée par la relation 2.16. La fonction q_2 est calibrée à la fois sur les courbes expérimentales de la force (F) et de la réduction diamétrale (RLS) en fonction de l'ouverture d'entaille (NOD) que sur les taux de porosité mesurés lors des essais suivi *in situ* par tomographie. Une

précaution s'impose toutefois, chaque scan est associé par le rapport $\frac{\varepsilon}{\varepsilon_R}$ à un instant du calcul pour pouvoir y être comparé. Les coefficients de la fonction $q_2 = f(p_1)$ sont particulièrement difficiles à déterminer. Ils ont une réelle influence sur le développement de la porosité (donc du comportement mécanique) puisque rappelons-le, q_2 est un préfacteur de la pression hydrostatique dans le critère du modèle GTN. Une optimisation manuelle de ces paramètres a été préférée en l'occurrence pour obtenir une réponse – peut-être plus éloignée mais – avec les bonnes tendances vis à vis des résultats expérimentaux.

Rappelons que les paramètres A et B ont été identifiés sur ces essais, le stade de rhéo-durcissement est directement lié à ce jeu de coefficients. La valeur du paramètre b est notamment imposée par le calcul sur éprouvette CNRB, si b est fort (plusieurs centaines comme la courbe 2.5 le suggère) alors on obtient un pic abrupt de contrainte suivi d'un adoucissement tout aussi brutal, ce qui n'est pas observé sur les essais. b doit alors avoir une valeur modérée, du même ordre que B .

2.2.2.C Résultats

Le graphe de la figure 2.10 présente le résultat de la modélisation d'un essai sur éprouvette entaillée. Le tableau 2.3 renseigne les coefficients calibrés et qui seront utilisés dans ce qui suit. Les comparaisons expérimental-numérique relatives aux taux de porosité au cœur de l'entaille seront établies et détaillées dans une section ultérieure. Les courbes numériques sont en adéquation avec les résultats expérimentaux. Les différents stades de déformation caractéristiques du matériau sont représentés : la montée en charge jusqu'à un pic de contrainte, l'adoucissement et enfin le rhéo-durcissement. Le pic de contrainte apparaît plus tôt dans le cas du résultat numérique et sa valeur est légèrement surestimée. Notons aussi que la réduction diamétrale est très bien simulée par le calcul EF avec le modèle calibré.

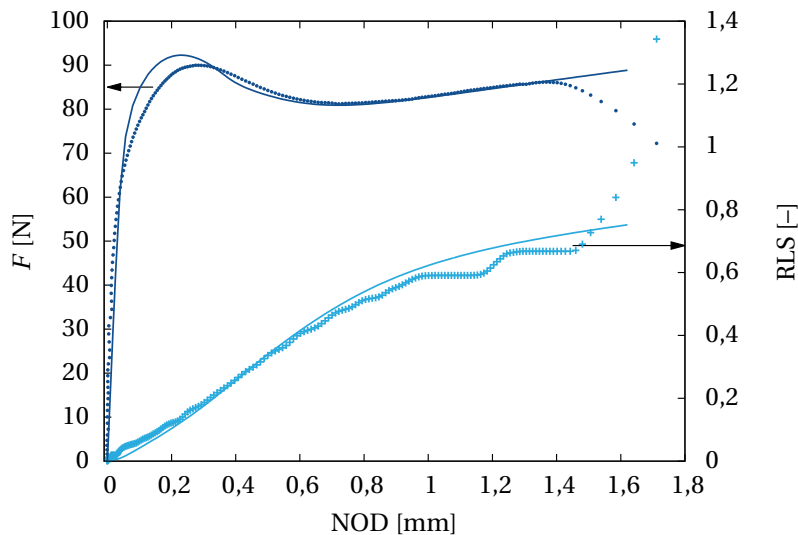


FIGURE 2.10 – Comparaison des courbes expérimentales et numériques de la force (F) et de la réduction diamétrale (RLS) en fonction de l'ouverture d'entaille (NOD) pour l'éprouvette entaillée CNRB. Les courbes en traits continus illustrent les résultats numériques et les points représentent les résultats expérimentaux.

Point de divergence assez important, les fins de courbes ne sont manifestement pas en accord. Les essais de traction sur éprouvettes entaillées sont réalisés jusqu'à rupture, l'objectif serait de pouvoir simuler cette rupture numériquement. Or, les phénomènes menant à la rupture sont très

TABLEAU 2.3 – Paramètres d'endommagement q_1 et q_2 .

Paramètre [Unité]	Valeur	
q_1 [-]	2,1	
M	1,10	
q_2 [-]	m	0,25
	ν	6
	p_t	0,55

localisés et leur séquence n'est pas tout à fait déterminée. En effet, expérimentalement, l'évolution de la porosité est bien observée mais la rupture n'est pas subséquente à la propagation d'une fissure au cœur de l'entaille. Des entailles locales sont soudainement visibles avant la rupture (remarquées et illustrées à la figure 1.12(f)) dans la partie centrale de l'éprouvette. Ce phénomène de "piqûres" en surface très localisées est – pour l'heure – non modélisable et non modélisé.

Bien que le modèle prenne en compte l'endommagement qui se développe au sein de l'échantillon, aucune solution n'est proposée pour simuler la rupture numérique de l'éprouvette puisqu'expérimentalement, la méthode utilisée n'a pas permis de mettre clairement en évidence la cinétique de rupture de l'échantillon. Il est aussi possible de casser des éléments (à l'aide d'un critère explicité au paragraphe 2.2.3.B) en conservant les mêmes valeurs des coefficients q_1 et q_2 . Ce processus sera mis en œuvre dans le cas de calculs sur composites pour simuler la progression de fissures dans la matrice entre les fibres (méthode utilisée par Cayzac dans ses travaux de thèse [Cayzac, 2014]).

Les paramètres (listés dans les tableaux 2.1, 2.2 et 2.3) sont assez proches de ceux déterminés par Boisot dans sa thèse [Boisot, 2009] sur le PA11 neuf identifié à une température de 0 °C. Pour rappel, dans la présente étude, les essais ont été réalisés à température ambiante et sur un grade du matériau différent.

2.2.3 Choix de calcul

2.2.3.A Convergence et dépendance au maillage

Il est nécessaire de vérifier la dépendance au maillage de ce calcul. Nombreux sont les auteurs, notamment Tvergaard et Needleman [Tvergaard et Needleman, 1984] et Besson [Besson *et al.*, 2001b], qui ont montré l'importance et l'influence du maillage sur la localisation du modèle. C'est tout particulièrement le cas lors de la modélisation de l'avancée d'une fissure telle qu'observée dans un matériau métallique massif [Besson *et al.*, 2001b, Tanguy, 2001]. Notons que la forte symétrie imposée par le maillage dans notre cas pourrait être préjudiciable pour modéliser le développement d'une fissure (mais non observée expérimentalement) : il faudrait alors mailler une demi-section d'éprouvette.

Le type d'éléments joue aussi un rôle et peut amplifier voire faussement orienter une fissure. C'est pourquoi le choix s'est tourné vers l'utilisation d'éléments *cax8r* sous ZeBuLoN, moins sensibles au maillage d'après [Besson *et al.*, 2001b].

D'autres calculs sont réalisés avec plusieurs maillages – illustrés en figure 2.11 – que celui utilisé précédemment et présenté en figure 2.9. Les conditions aux limites, le type d'éléments et la mise en données sont conservés identiques pour tous les calculs. Le graphe de la figure 2.12 permet

de comparer les réponses macroscopiques des six maillages différents testés avec la référence expérimentale. Les courbes macroscopiques numériques se superposent aussi bien pour la force que la réduction diamétrale. Ces calculs ne sont pas dépendants du maillage pour la réponse macroscopique. Néanmoins, les taux de porosité locaux sont différents. Choisissons maintenant les éléments au cœur de l'entaille tels qu'appartenant à une surface de 25 microns de côté dans le coin en bas et gauche du maillage. Le volume ainsi sélectionné peut être comparé au ROI central de la partie expérimentale. L'évolution de la porosité au cours de l'ouverture de l'entaille est tracée, les résultats sont illustrés en figure 2.13. Quelques remarques liminaires peuvent être faites. Pour tous les calculs, la porosité initiale présente une valeur f_0 fixée, et croît à partir de 0,2 mm d'ouverture d'entaille. Ce qui correspond, en figure 2.12, au pic de contrainte observé numériquement. Ensuite, le taux de porosité augmente très rapidement lors du stade d'adoucissement et finit par se stabiliser à la fin de celui-ci. La finesse du maillage et le rapport de forme des éléments semblent directement influencer le taux de porosité final calculé (figure 2.13). Ainsi, plus le maillage sera fin en fond d'entaille, plus la fraction volumique de vide sera importante.

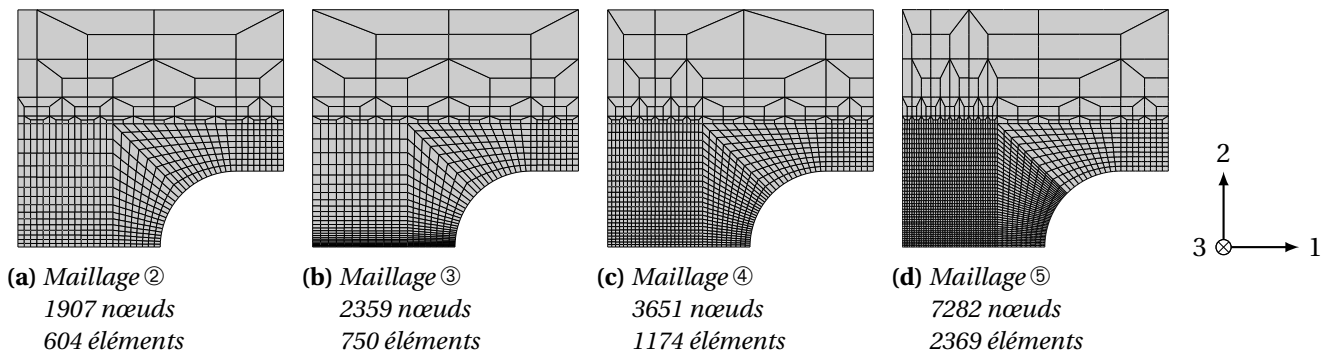


FIGURE 2.11 – Autres maillages de l'éprouvette axisymétrique entaillée.

Remarquons toutefois les points suivants :

- ▷ Si l'objectif de la modélisation est de simuler la fraction volumique de vide au cœur de l'entaille, alors il faudra adapter le jeu de paramètres du modèle. Gardons à l'esprit que la valeur absolue de la fraction volumique de vide déterminée expérimentalement est biaisée par la résolution de la méthode. En réalité, numériquement, la porosité locale n'a que peu (ou pas) d'influence sur le comportement macroscopique. Il en est ainsi puisque peu d'éléments sont concernés par cette augmentation forte de la porosité (très locale, au cœur de l'entaille). Il est donc judicieux de s'intéresser aux gradients des valeurs de la porosité au sein de l'éprouvette. C'est ce que Cayzac [Cayzac, 2014] et Selles *et al.* [Selles *et al.*, 2016a, Selles *et al.*, 2016b] s'attachent à réaliser dans leurs études. Dans cette étude, le choix s'est porté sur un compromis entre pertinence des valeurs absolues obtenues et les gradients de celles-ci au sein de l'éprouvette.
- ▷ Le maillage présente une importance pour les valeurs et l'évolution de la fraction volumique de vide, il faudra veiller à avoir des éléments de dimension équivalente là où la triaxialité est importante *i.e.* au niveau de la section minimale d'une éprouvette axisymétrique ou entre les fibres dans le cas du maillage de composites.
- ▷ Dans le matériau composite étudié *in fine* et où sera utilisé le modèle GTN calibré dans la suite de ces travaux (chapitre 4), la fissure n'est pas libre d'apparaître et de se développer comme ce pourrait être le cas dans un échantillon massif. En effet, les fissures apparaissent localement entre les fibres et coalescent jusqu'à la rupture du pli ou du matériau. Le problème de la localisation et de la forme de la fissure générée ne se pose donc pas réellement dans

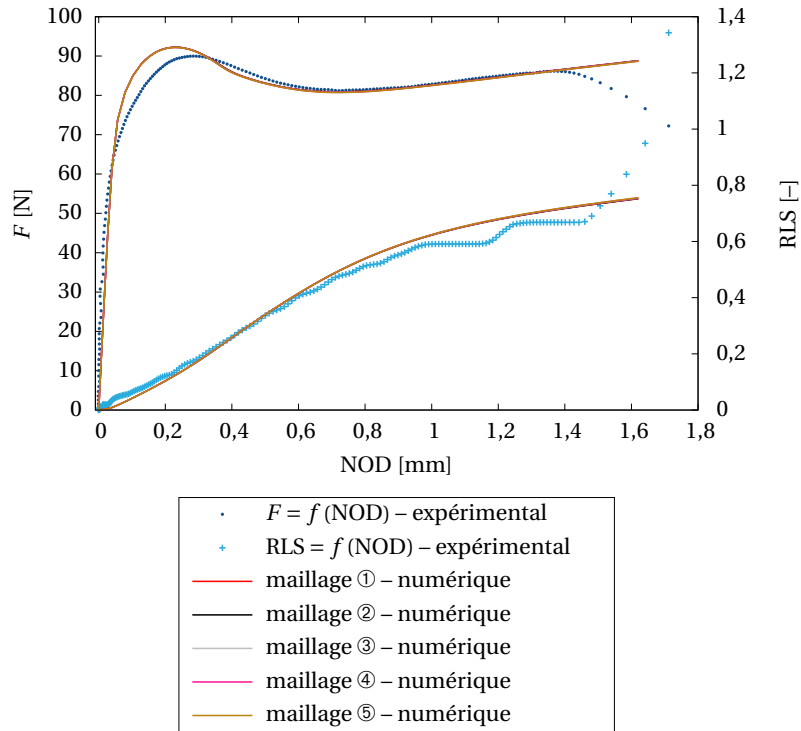


FIGURE 2.12 – Comparaison des courbes expérimentale et numériques de la force (F) en fonction de l'ouverture d'entaille (NOD) pour l'éprouvette entaillée CNRB et les différents maillages investigués. Les courbes en traits continus illustrent les résultats numériques et les points représentent les résultats expérimentaux.

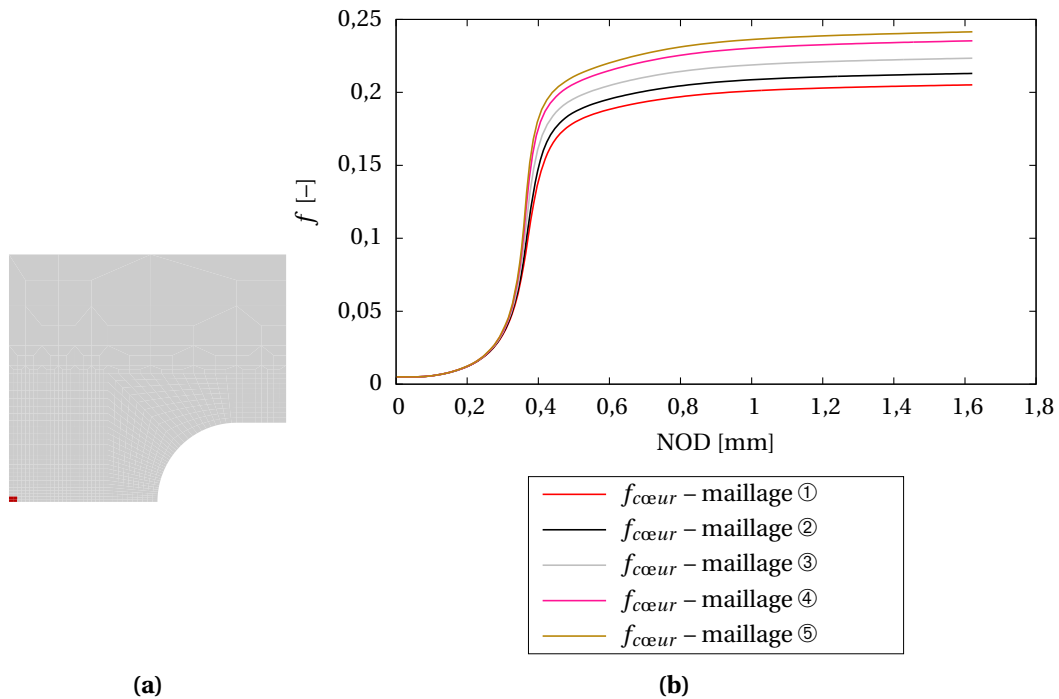


FIGURE 2.13 – (a) ROI considéré au cœur de l'entaille, illustré en rouge ; (b) fraction volumique de vide f dans cette zone – notée $f_{\text{cœur}}$ – pour les différents maillages investigués.

la présente étude. En revanche, la vitesse de propagation de la fissure en sera modifiée. La fissure en question consistera à “casser” les éléments lorsqu’ils atteignent une certaine valeur de fraction volumique de vide (la méthode est explicitée ci-après en partie 2.2.3.B). Par rupture en cascade, on parvient à simuler l’avancée d’une fissure. À la fois la taille des éléments du maillage mais aussi la valeur seuil de rupture d’éléments permettront de jouer sur la vitesse de propagation de la fissure.

Il est primordial de choisir un maillage qui sera utilisé par la suite. Le maillage 2.9 est conservé et les calculs sont détaillés dans les sections ci-après. Le modèle a été calibré sur ce maillage en particulier et il est moins riche en éléments que ceux présentés en figure 2.11 ; le calcul est de ce fait rapide. La surface sélectionnée au cœur de l’entaille qui a permis d’illustrer l’évolution du taux de porosité correspond au ROI central des résultats expérimentaux au chapitre précédent. Alors, une étude équivalente (cartographies et chemins de ROI) sera menée afin de comparer et de valider le modèle tant sur les grandeurs macroscopiques qu’il permet de représenter que sur l’évolution de la variable interne de la porosité.

2.2.3.B Traitement des points endommagés

Le modèle GTN tel qu’il est implémenté dans le code ZeBuLoN considère qu’un élément dont la porosité f – d’au moins un de ses points de Gauss – a atteint la valeur de porosité critique (régie par la relation $f_c = \frac{1}{q_1}$) est alors cassé. Numériquement, la contrainte au sein de cet élément est définie nulle, une rigidité et un coefficient de Poisson artificiels sont attribués à cet élément. Ceci a pour objectif de permettre de continuer le calcul. Cette méthode d’élimination des éléments endommagés, aussi appelée “element erosion” permet de décrire le chemin d’une fissure dans certains cas mais un remaillage automatique adaptatif est souvent nécessaire [Cao et Bouchard, 2016].

Dans notre étude, l’élément sera considéré comme cassé lorsque la porosité atteindra la valeur $f_c = \frac{1}{q_1} = \frac{1}{2,1} = 0,48$. Les propriétés données à l’élément cassé sont $E = 1 \text{ MPa}$ et $\nu = 0,3$.

Un autre critère d’érosion d’éléments peut être fixé. L’appel à cette fonction se fait par l’ajout dans le fichier de mise en données du calcul (.inp) de : `***remove_element`. Le critère est fixé par l’opérateur et permet de casser les éléments selon n’importe quelle variable interne du modèle pour un certain nombre de points de Gauss de l’élément. Dans la présente étude, certains calculs ont été réalisés avec ce critère. La rupture des éléments prévue par le modèle GTN est anticipée par un critère sur la porosité f (puisque expérimentalement, la porosité n’atteint pas la valeur de 48%). La syntaxe complète est la suivante :

```
***remove_element ft 0.2 2
```

Ou encore, l’élément est rompu lorsque la fraction volumique de vide atteint 20% sur au moins deux points de Gauss de celui-ci.

Le même calcul que précédemment est réalisé (maillage de référence, en figure 2.9, et mêmes conditions aux limites) où l’option `***remove_element` est activée. Les résultats sont présentés par le graphe 2.14. Seuls quelques éléments (au nombre de 3) cassent numériquement et provoquent des oscillations sur la courbe macroscopique force-ouverture d’entaille (matérialisés par les flèches sur la figure 2.14). Ces trois éléments se trouvent tout à fait au cœur de l’échantillon. Ces éléments sont cassés relativement tôt par rapport à la rupture observée expérimentalement. Notons que si le critère est fixé à 21% par exemple, on retarde uniquement le pas de temps pour lequel le premier élément casse mais la courbe macroscopique présente des oscillations identiques (naturellement,

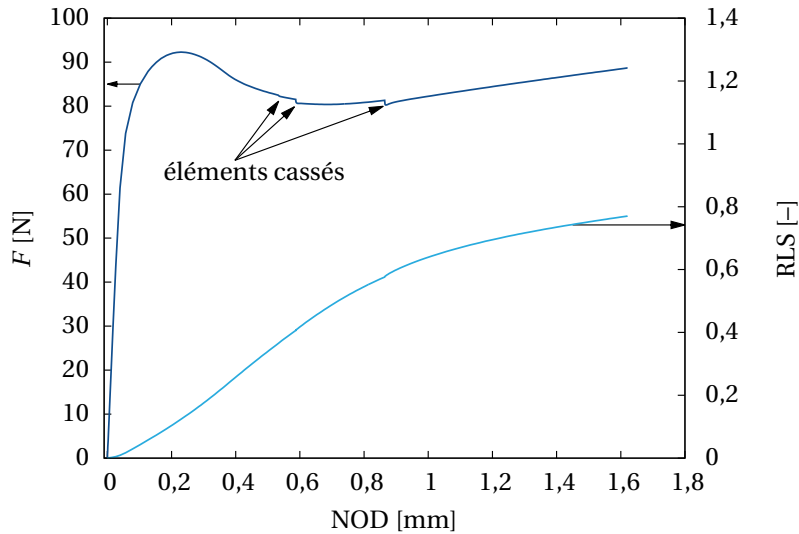


FIGURE 2.14 – Courbes de la force (F) et de la réduction diamétrale (RLS) en fonction de l'ouverture d'entaille (NOD) calculées avec érosion des éléments endommagés.

elles apparaissent pour un NOD plus important, sur la pente du rhéo-durcissement).

Pour rappel, cette méthode ne permet pas de simuler la rupture numérique de l'éprouvette. Expérimentalement, la rupture est déclenchée par l'apparition de "piqûres" en surface localisées au niveau de l'entaille. Ce phénomène n'est ni modélisé, ni modélisable pour l'heure.

Des critères additionnels (qui viennent remplacer ou anticiper le critère de rupture des éléments inhérent au modèle GTN) peuvent être utilisés pour la simulation de propagation de fissures (matricielles) au cœur des matériaux composites. C'est cette mise en données qui sera utilisée pour les calculs dans le chapitre 4 et qui avaient été mise en œuvre par Cayzac [Cayzac, 2014]. Les fortes triaxialités de contraintes générées entre les fibres vont permettre la création et le développement d'une fissure. Cette localisation est entièrement imposée par l'agencement des fibres. Les problèmes de localisation ou dépendance au maillage comme il est possible de voir sur une éprouvette massive en polymère sont inhibés par la présence des fibres dans la microstructure considérée. Le modèle est pertinent pour la suite et va ainsi permettre de modéliser le comportement de la matrice du matériau composite.

Dans ce qui suit, les calculs sur éprouvettes lisses ou axisymétriques entaillées sont réalisés sans érosion d'éléments (sauf mention contraire).

2.3 Comparaison des résultats expérimentaux et numériques

Voyons dans quelle mesure le modèle peut rendre compte le plus fidèlement possible des résultats expérimentaux. Rappelons que la méthode de la tomographie aux rayons X a permis le suivi *in situ* de la porosité au cœur de l'éprouvette, autrement difficilement accessible. Commençons par associer les différents scans réalisés à certaines cartographies de calcul afin de débiter cette comparaison.

2.3.1 Approche qualitative

2.3.1.A Comparaison des courbes macroscopiques

Comme vu précédemment, en figure 2.10, les réponses macroscopiques sont en adéquation entre expérience de traction monotone et calcul EF sur éprouvette entaillée. Superposons alors

en figure 2.15 les différents résultats, à savoir, expériences suivie *in situ*, traction monotone et réponse du calcul EF. Sur cette figure, seuls les points où un scan de tomographie a été réalisé sont représentés. Les trois courbes présentent, en fonction de l'ouverture d'entaille, les mêmes stades caractéristiques évoqués en chapitre 1. Remarquons cependant que la courbe de la force en fonction de l'ouverture d'entaille dans le cas de cet essai suivi *in situ* présente des valeurs plus faibles que celles correspondant à la traction monotone. Ceci se justifie par le temps de relaxation opéré après un incrément de déplacement imposé : la force chute pendant ce maintien, les points relevés sont alors plus bas graphiquement.

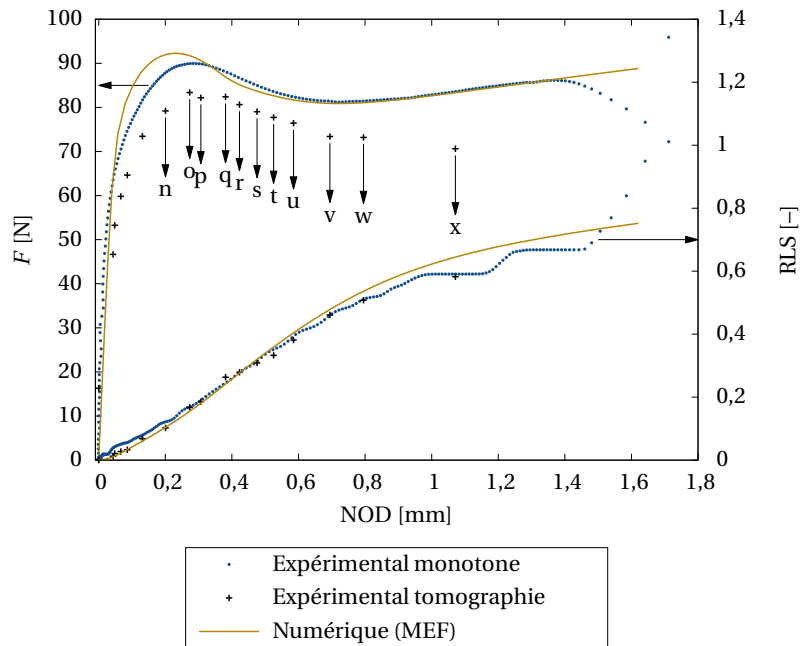


FIGURE 2.15 – Comparaison des courbes expérimentales (traction monotone et suivi *in situ*) et numériques de la force (F) et de la réduction diamétrale (RLS) en fonction de l'ouverture d'entaille (NOD) pour l'éprouvette entaillée CNRB. Les courbes en traits continus illustrent les résultats numériques et les points représentent les résultats expérimentaux.

2.3.1.B Comparaison des profils de l'entaille

Afin de comparer les grandeurs microscopiques (par exemple les cartographies de la porosité aux différents instants du chargement), les résultats numériques correspondants aux scans de o à x – en termes de même valeur d'ouverture d'entaille que pour les essais expérimentaux – vont être identifiés et détaillés. Par souci de simplification, ces différents pas de temps dans le calcul numérique seront nommés de la même façon : avec o pour l'instant initial et de o au pic de contrainte à x à l'amorçage de la rupture de l'éprouvette.

Le premier résultat qu'il est possible de dégager est en figure 2.16. Cette figure illustre visuellement l'entaille au cours du chargement. Les images issues du calcul EF représentent uniquement le maillage déformé (le maillage initial est dupliqué par symétries pour obtenir un visuel directement comparable aux autres). L'ouverture d'entaille et la réduction diamétrale sont bien représentées, ce qui est conforme à l'attendu puisque le modèle a notamment été calibré sur les courbes de ces grandeurs. Le ré-entaillage peut être apprécié sur le maillage déformé où au pic de contrainte, le profil de l'entaille est un arc de cercle alors qu'à la fin de l'adoucissement, celui-ci est formé de deux parties assez distinctes. La striction locale – facilement identifiable sur les observations expérimentales – démarre et initie le développement d'une partie centrale qui sera soumise uniquement en traction

uniaxiale. Ce cylindre central s'étire alors dans la direction de la sollicitation jusqu'à rupture de l'échantillon.

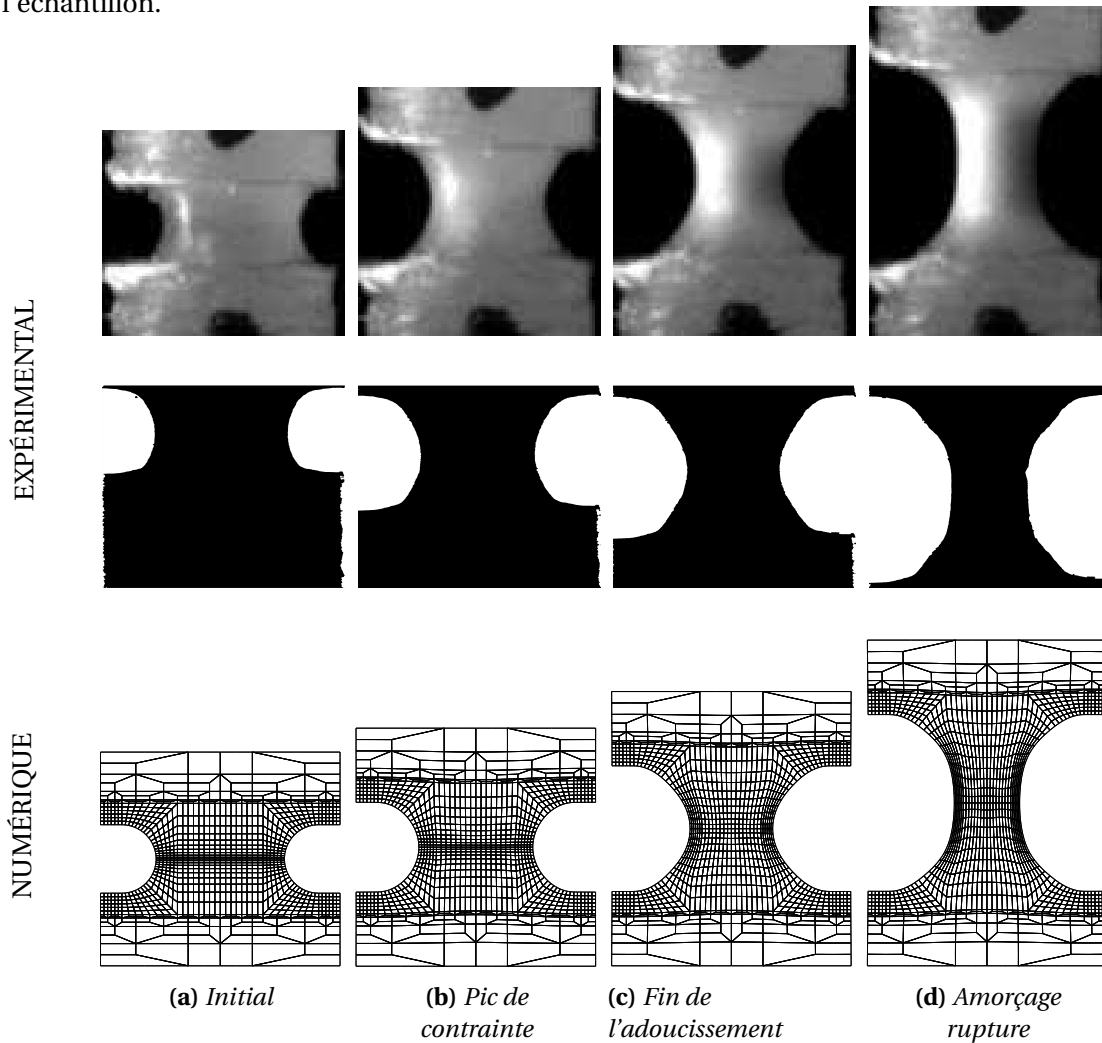


FIGURE 2.16 – Comparaison du profil de l'entaille observé expérimentalement (par vidéo lors de l'essai en traction monotone ou reconstruit après les scans de tomographie) et obtenu numériquement par EF (visualisation du maillage déformé uniquement).

2.3.2 Approche quantitative

2.3.2.A Distribution et évolution de la porosité

Dès lors, il est possible d'illustrer les cartographies de la porosité au cours du temps en figure 2.18. Ici encore, le maillage et les résultats sont dupliqués par symétrie afin de représenter une éprouvette complète. La figure 2.18 peut être directement comparée à la figure 1.32 (les barres d'échelle sont identiques).

Le calcul nécessite de fixer une porosité initiale (pour rappel $f_0 = 0,005$), la valeur au pic de contrainte en figure 2.18(o) n'est donc pas uniformément nulle mais très faible (et se différencie des résultats expérimentaux où initialement, on considère que la porosité est nulle dans toute l'éprouvette puisqu'elle n'est pas perceptible à la résolution de la tomographie). La barre d'échelle ne permet pas d'apprécier le gradient de la porosité qui se développe mais un maximum de 2% de

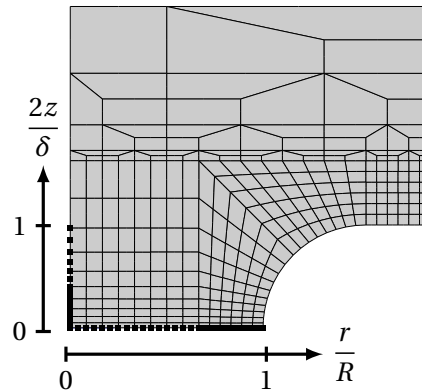


FIGURE 2.17 – Chemins de nœuds axial et radial pour le dépouillement du calcul EF

fraction volumique de vide se trouve à la section minimale de l'éprouvette. Ce faible pic de porosité dans la section minimale, est initialement localisé près du bord de l'entaille et non pas au cœur de l'éprouvette. Il croît et progresse pour se localiser au centre de l'échantillon. Le nuage de porosité apparaît oblate (avec ses plus grands demi-axes perpendiculaires à la direction de chargement) en figure 2.18(q) et le reste jusqu'à 2.18(t). Ce qui est tout à fait similaire aux résultats expérimentaux. Le changement de forme (de oblate à prolate) du nuage de porosité se déroule à partir de la fin de l'adoucissement, de la figure 2.18(u) à l'amorçage de la rupture en figure 2.18(x). La figure 1.32 s'en approche tout à fait.

L'observation expérimentale de l'absence de cavités sur les bords de l'entaille est confirmée ici par ces résultats numériques. Le modèle GTN permet de conserver un taux de porosité très faible ($< 2\%$) qu'il n'est pas évident de conforter quantitativement par la méthode de la tomographie à la résolution d'images utilisée.

Point de divergence toutefois, à partir de la fin de l'adoucissement, le nuage de porosité observé expérimentalement s'étire dans la direction de sollicitation certes mais les maxima de porosité se délocalisent aux extrémités de celui-ci avec une baisse du taux de porosité dans la partie centrale de l'échantillon (profil en M). Ce n'est pas ce qui est observé par le calcul, le maximum de porosité reste confiné au cœur de l'entaille. La figure 2.18, à partir du pas de temps (q) où le maximum de porosité est calculé au centre, illustre ce propos.

Le modèle peine à modéliser deux phénomènes observés expérimentalement : la diminution du taux de porosité dans la partie centrale pendant le rhéo-durcissement et la relocalisation du maximum du taux de porosité (ou l'intensification de la fraction volumique de vide de part et d'autre de la partie centrale).

Pour le premier phénomène évoqué, la référence expérimentale est critiquable. En effet, intuitivement, l'état de contrainte local n'est certainement pas de la compression multiaxiale (le taux de triaxialité n'est pas négatif et on le verra par la suite) alors comment expliquer une diminution du taux de porosité ? Il semble naturel de penser que le modèle donnera une augmentation continue de la fraction volumique de vide calculée au cœur de l'éprouvette. Quant au deuxième phénomène évoqué, il semble lié au premier. Le paramètre q_2 , préfacteur du terme de la pression hydrostatique dans l'expression de la fonction seuil (expression 2.20) et qui permet donc d'en amplifier ou atténuer l'influence, est responsable de ces différences avec les résultats numériques. Pour rappel, l'expression générale de la fonction q_2 choisie a été évoquée par la formule 2.16 et les paramètres sont rappelés au tableau 2.3. Cette fonction permet d'amplifier l'influence de la triaxialité (sur l'évolution du taux de porosité) pour des déformations plastiques faibles et ainsi déclencher et faire augmenter rapidement le taux de porosité. Ensuite, la valeur de q_2 chute pour des déformations plastiques plus importantes, ce qui a pour effet de ralentir l'évolution du taux de porosité au cœur tout en permettant au nuage de

porosité de progresser dans toute l'entaille. L'évolution de la triaxialité dans l'éprouvette au cours de la sollicitation permet d'apporter d'autres informations, c'est l'objet du paragraphe suivant.

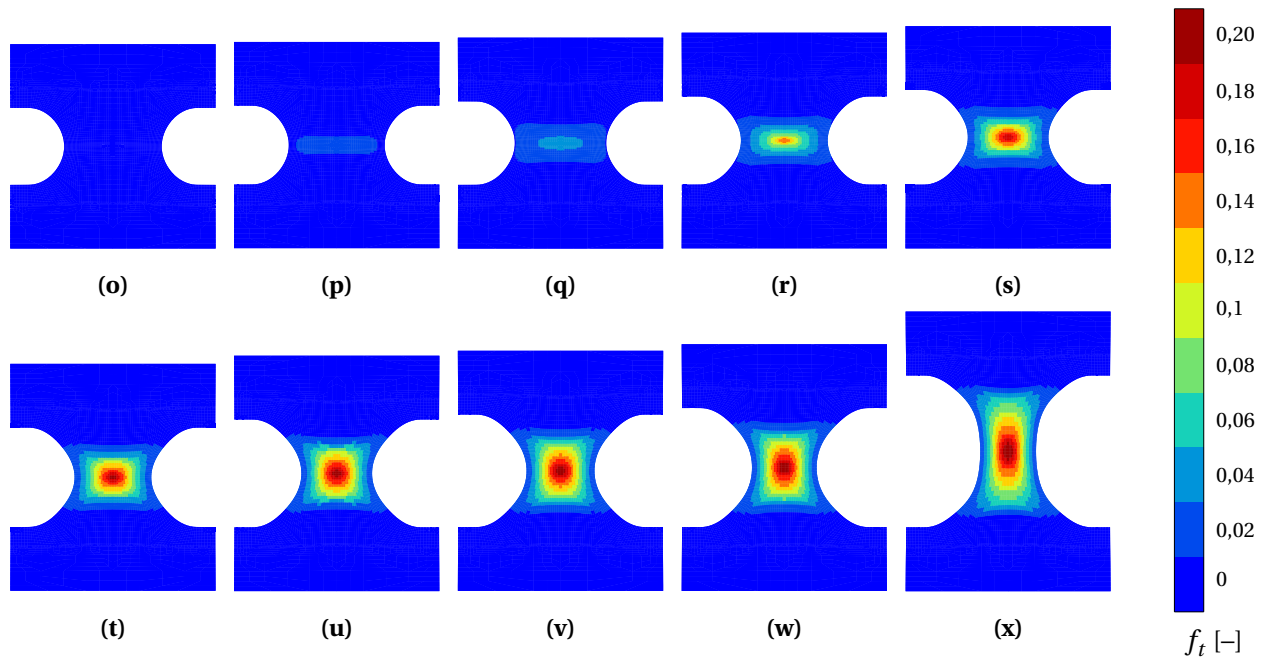


FIGURE 2.18 – Cartographies d'isovaleurs de la porosité numérique f_t calculée au cours de la déformation de l'éprouvette (calcul sans érosion d'éléments).

2.3.2.B Distribution de la triaxialité des contraintes

Le taux de triaxialité des contraintes η est défini par la formule 1.4 dans le cas d'un matériau (idéal) dense. Cette définition est toutefois modifiée dans le cas d'un matériau homogénéisé (comme avec le modèle GTN). Le dénominateur (σ_{eq}) n'est plus la contrainte équivalente de von Mises mais la contrainte équivalente du matériau homogénéisé (notée σ_{eq}).

Cette valeur de triaxialité est très importante quand il est question d'endommagement ductile et de cavitation. Rice et Tracey [Rice et Tracey, 1969] ont montré que l'évolution de la porosité peut être approximée par une fonction exponentielle de la triaxialité des contraintes. Le suivi de la triaxialité en cours de sollicitation est donc un indicateur très pertinent pour déterminer l'évolution de la porosité et sa localisation dans l'éprouvette.

Les cartographies d'isovaleurs du taux de triaxialité calculé dans l'éprouvette et illustrées en figure 2.19 sont très intéressantes. D'une part, le maximum de triaxialité initialement centré au cœur de l'éprouvette (ce qui est conforme à l'attendu et notamment la théorie de Bridgman [Bridgman, 1944]) et y justifie le développement local de la porosité. La forme de la zone maximale de triaxialité renseigne aussi sur l'évolution, en termes de forme, du nuage de porosité. D'autre part, le maximum de taux de triaxialité se scinde progressivement (en fin d'adoucissement sur les figures 2.19(s) et (t)) en deux maxima plus proches des épaulements de l'entaille. La figure 2.19(x) est parfaitement comparable à la figure 1.32(x) avec les deux zones de porosité maximale au cœur de l'échantillon de part et d'autre du centre de la zone ré-entaillée. Enfin, les plus faibles triaxialités calculées sur les bords de l'éprouvette peuvent justifier l'absence de cavité (du point de vue numérique et expérimental).

Le taux de triaxialité étant moteur pour la cavitation (développement et évolution de la porosité), ces cartographies font parfaitement écho aux résultats expérimentaux.

Remarquons que le taux de triaxialité calculé au centre de l'éprouvette pendant les derniers stades

du rhéo-durcissement est d'abord proche de 0,33 (soit d'une sollicitation uniaxiale) puis ensuite de l'ordre de 0,10. Le vecteur propre de la plus grande contrainte principale est orienté suivant la direction de chargement de l'éprouvette. Ce qui justifie l'étirement du cylindre central avec une section se réduisant (par effet Poisson). Avec un tel état de contrainte au centre de l'éprouvette, il semble naturel de penser que les cavités ne peuvent plus croître de manière homothétique et rester sphériques. On perçoit ici les limites du modèle puisqu'il n'est pas possible de rendre compte de l'évolution des formes des cavités qui s'y trouvent. Manifestement, cet état de contrainte referme légèrement la section des cavités et fait alors décroître le taux de porosité local dans cette partie de l'entaille, comme cela a été observé expérimentalement. Néanmoins, de toute évidence, le taux de porosité dans la partie centrale de l'éprouvette ne peut diminuer numériquement avec le modèle GTN puisque le taux de triaxialité calculé est positif. Le modèle GTN est justement mis en défaut pour les faibles triaxialités ($< 0,3$ déterminées au cœur de l'entaille en fin de calcul). Pour aller vers une modélisation plus précise (et aussi vers une modélisation de la rupture de l'éprouvette), une attention devra être portée à la prise en compte de l'endommagement anisotrope et de l'évolution des cavités en cours de calcul [Danas et Aravas, 2012, Cao *et al.*, 2015].

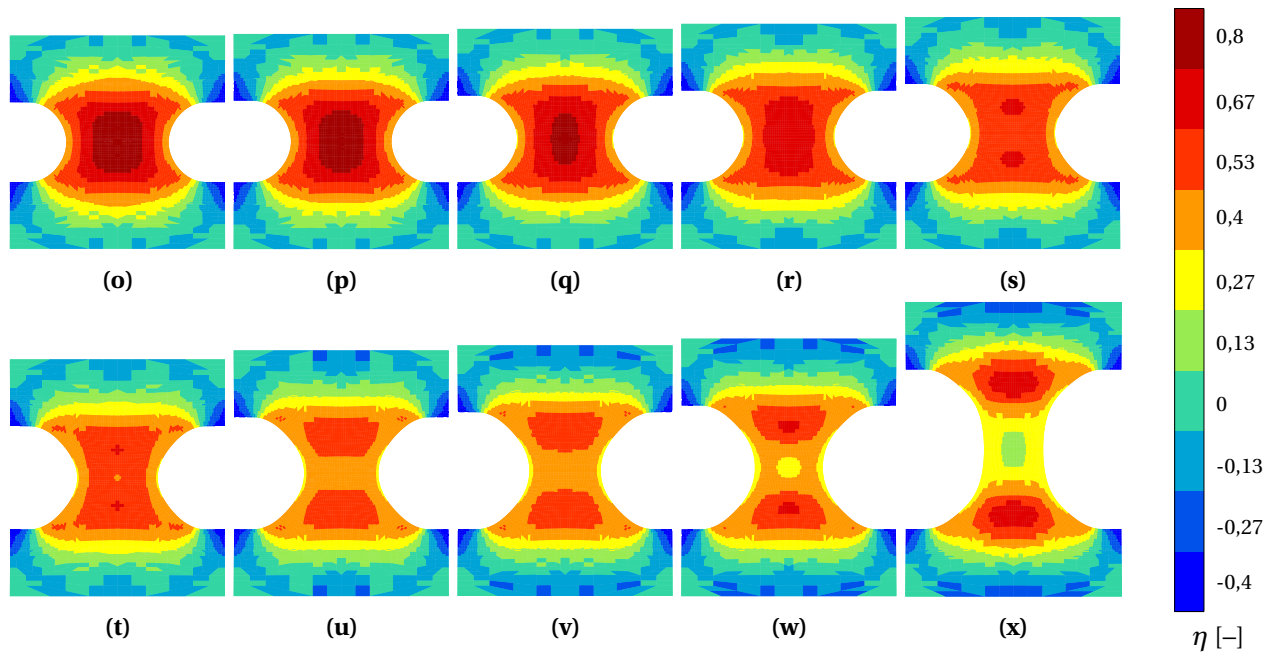


FIGURE 2.19 – Cartographies d'isovaleurs du taux de triaxialité η déterminé numériquement au cours de la déformation (calcul sans érosion d'éléments).

2.3.2.C Évolution des grandeurs locales

Le chemin axial (suivant l'axe de révolution de l'éprouvette) est cette fois considéré. Pour rappel, les abscisses ± 1 correspondent aux épaulements de l'entaille, l'abscisse nulle se situe à la section minimale. Plusieurs grandeurs locales sont analysées suivant cette direction et au cours de l'essai et mis en regard de résultats expérimentaux.

Les profils axiaux de la triaxialité des contraintes le long de l'axe de révolution de l'éprouvette et à différents instants du chargement peuvent être discutés à la lumière de la figure 1.33. En début d'essai (pas de temps p à t), la triaxialité au cœur de l'entaille est importante, la cavitation se développe rapidement d'où l'augmentation du taux de porosité observé en figure 1.33(p) à (t). Progressivement, le profil de la triaxialité change de concavité (dès r), les maxima se localisent proches des épaulements de

l'entaille. Expérimentalement, le nuage de porosité s'étend dans la direction de chargement. Aussi, la triaxialité à la section minimale chute, il n'y a plus les conditions favorables à la croissance de cavités et expérimentalement c'est aussi ce qui est observé avec une mesure du taux volumique de porosité qui diminue (et un profil en M).

Les profils axiaux de la contrainte σ_{zz} le long de l'axe de chargement apporte des informations qu'il est possible de corrélérer à celles observées et présentées en figure 1.35. Le profil est, dans les premiers stades du chargement, parabolique : le maximum de σ_{zz} se situe à la section minimale, les hauteurs de cavités sont aussi maximales au cœur de l'entaille (figure 1.35). Progressivement, le profil des contraintes σ_{zz} tend vers un plateau, les hauteurs de cavités suivent cette même tendance. Enfin, quant aux diamètres de cavités présentés en figure 1.35, ils suivent les tendances données par les contraintes radiales σ_{rr} et tangentielles $\sigma_{\theta\theta}$ (égales sur ce chemin axial). Les profils des contraintes et des diamètres de cavités sont paraboliques de p à t puis tendent vers une forme en M de u à x . Les diamètres des cavités sont plus importants proches de la hauteur des épaulements de l'entaille qu'au cœur de l'entaille. Les contraintes σ_{rr} et $\sigma_{\theta\theta}$ chutent au niveau de la section minimale de l'entaille alors que les contraintes axiales σ_{zz} sont très importantes : les cavités sont fortement étirées et, *a priori*, se referment par effet Poisson. Numériquement, il n'y a pas de diminution de la fraction volumique de vide au cœur de l'entaille mais expérimentalement, celle-ci est observée. Les cavités présenteraient localement une section trop faible pour être correctement discernées à la résolution utilisée en tomographie aux rayons X.

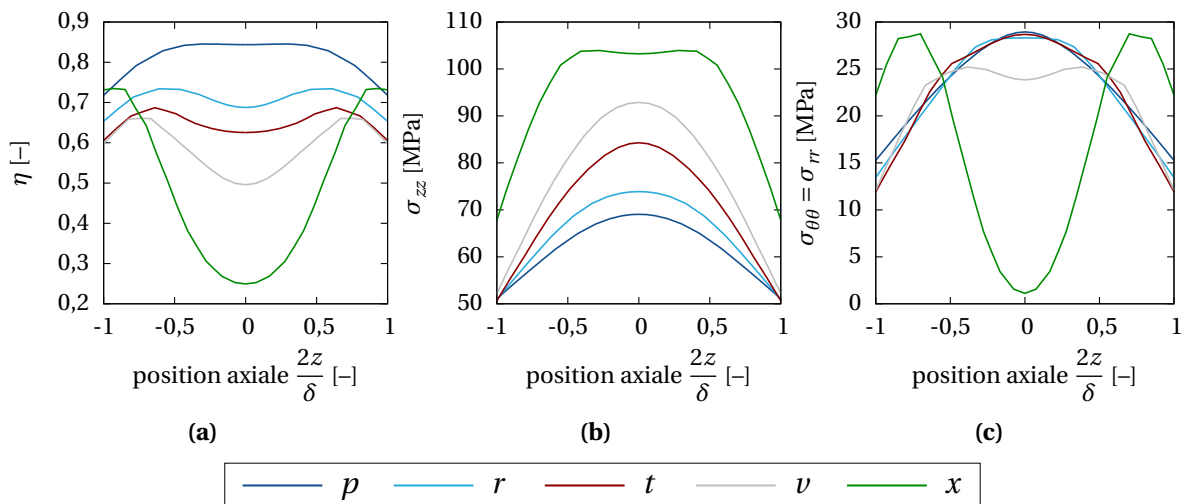


FIGURE 2.20 – Profils axiaux de la triaxialité (a) η et des contraintes (b) σ_{zz} ou (c) $\sigma_{rr} = \sigma_{\theta\theta}$ au cours du chargement le long de l'axe de révolution de l'éprouvette.

2.3.2.D Variation de volume

L'étude et la détermination expérimentale de la variation de volume sur les polymères semi-cristallins a fait l'objet de nombreux travaux de la littérature. Citons par exemple la thèse d'Addiego [Addiego, 2006] qui revient sur les progrès et les développements des méthodes sur le sujet. Dans la majorité des cas, les éprouvettes étudiées sont de géométrie assez simple (section rectangulaire constante en zone utile). Dans la présente étude, les éprouvettes axisymétriques rendent la détermination de l'augmentation de volume un peu plus délicate. Lafarge [Lafarge, 2004] a établi une méthode expérimentale dans ce but, sur le même type d'éprouvette, où une intégration du profil est réalisée au cours de l'essai permettant d'accéder aux variations de volume. Grâce à l'apport du suivi *in situ* par tomographie aux rayons X d'un essai de traction, la détermination de la

variation de volume semble plus facilement accessible sur une éprouvette à géométrie complexe. Les résultats expérimentaux ont été présentés et commentés au paragraphe 1.4.3.A. Le graphe 1.26 est ici transformé en prenant en compte non plus en abscisses la déformation nominale mais l'ouverture d'entaille (NOD). Ces résultats sont comparés au calcul numérique en figure 2.21. Les noms des scans sont rappelés sur cette figure. Aussi, puisque les variations de volume sont intimement liées aux différents stades de déformation du matériau, les courbes force-ouverture d'entaille (numérique et expérimentale) sont ajoutées sur la figure 2.21.

Pour rappel, dans le cas de la tomographie, le calcul de la variation de volume de l'entaille consistait à isoler entre deux plans parallèles – positionnés de part et d'autres de l'entaille – la matière de cette entaille et de calculer le nombre de voxels présents. Ainsi, pour le calcul EF, le pendant de cette méthode est réalisé. Un groupe d'éléments (défini par un *elset* sous ZeBuLoN) est sélectionné. Un post-processing (appelé par la fonction `**process volume`) permet de calculer la variation de volume au cours du chargement (sans oublier que le maillage axisymétrique ne représente que la moitié de la géométrie complète, le résultat est donc multiplié par deux).

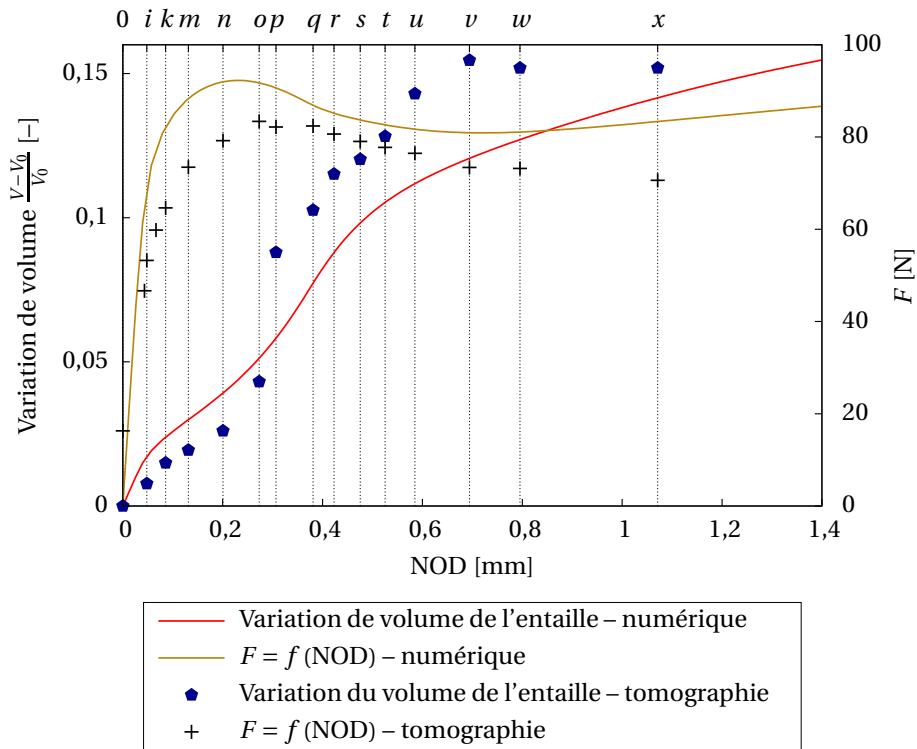


FIGURE 2.21 – Courbes des variations de volume et force-ouverture d'entaille expérimentales et numériques pour l'essai de traction uniaxiale sur éprouvette axisymétrique entaillée. Les traits continus illustrent les courbes numériques et les points représentent les résultats expérimentaux.

La variation de volume associée au calcul numérique comprend à la fois la matière dense présente mais aussi la porosité se développant dans l'entaille. Cette courbe est donc à comparer à la courbe constituée de pentagones sur la courbe 2.21. Les débuts de courbes numérique et expérimentale de la figure 2.21 présentent un bon accord. La courbe numérique démarre dès les premiers pas de calcul avec une rapide augmentation de volume, ce qui est observé expérimentalement mais dans une moindre mesure. Ceci implique que très rapidement, certains éléments sont déjà déformés

plastiquement et s'endommagent pour créer une variation de volume non nulle. Par la méthode de la tomographie, la variation de volume détectée est très forte dès que la non-linéarité de la courbe force-ouverture d'entaille se manifeste. On observe néanmoins la même convexité entre les différentes courbes autour du point de pic de force. Le dernier point d'inflexion de la courbe numérique apparaît vers la fin de l'adoucissement et la variation de volume à partir de cet instant ne semble qu'augmenter. Au contraire, expérimentalement, c'est la fin de l'adoucissement qui marque une stabilisation du volume de l'entaille.

Finalement, les ordres de grandeurs et les courbures des résultats présentés en figure 2.21 sont en adéquation entre expérimental et numérique. Une accélération de la variation de volume est corrélée au pic de force de la courbe force-ouverture d'entaille et une décélération de cette variation de volume peut être associée à la fin de l'adoucissement. Ces changements de pentes sont bien simulés par le calcul EF.

2.3.3 Bilan de la comparaison expérimental-numérique

En définitive, le modèle GTN calibré permet de simuler très fidèlement le comportement mécanique macroscopique d'une éprouvette sous sollicitation (qu'elle soit lisse ou entaillée et pour différentes vitesses de chargement).

Néanmoins, à une échelle plus fine, si on considère le taux de porosité local au cœur de l'entaille afin de le comparer aux résultats expérimentaux, seuls les stades de la montée en charge et de l'adoucissement sont représentatifs (les gradients et valeurs sont bien décrits). Le stade de rhéo-durcissement n'est pas traduit par la délocalisation du maximum du taux de porosité et les valeurs locales ne sont plus pertinentes (le modèle surestime, par rapport aux valeurs expérimentales, les taux de porosité au cœur de l'éprouvette pour le maillage considéré).

Les variations du taux de triaxialité dans l'éprouvette sont très représentatives des données expérimentales de la porosité (localisation, zones de porosité maximale...). Le lien entre cavitation et taux de triaxialité étant bien établi dans la littérature, il sera pertinent de suivre le taux de triaxialité dans les chapitres à venir.

Quant à la rupture numérique de l'éprouvette, elle n'est pour l'heure pas modélisée. La rupture de l'éprouvette, observée expérimentalement, est très soudaine et localisée sur la surface de l'éprouvette. Elle ne semble pas déclenchée par une propagation de fissure qui partirait du cœur de l'entaille vers la surface. Enfin, la variation de volume de l'entaille est bien représentée du début de la sollicitation jusqu'à la fin de l'adoucissement. Le plateau de la variation de volume observé lors du rhéo-durcissement n'est cependant pas correctement simulé.

Plusieurs points sont à prendre en considération, la finesse du maillage choisi définit la valeur du taux de porosité local : il faut garder une certaine prudence sur la valeur absolue calculée. D'autant plus qu'expérimentalement, l'éprouvette subit un incrément de déplacement suivi d'un temps de relaxation avant l'acquisition du scan de tomographie. Alors que numériquement, on ne considère qu'un chargement monotone croissant sans relaxation. La conséquence d'un temps de relaxation est une diminution de la porosité, *a priori*, par refermeture partielle des cavités (en conservant les gradients au cœur de l'éprouvette [Laiarinandrasana *et al.*, 2012]). Le taux de porosité numérique peut donc être supérieur en valeur par l'effet du maillage et parce qu'un chargement monotone est considéré. Ainsi, il est capital de faire attention aux variations, aux gradients des taux de porosité au cœur de l'éprouvette. Dans tous les résultats présentés dans ces travaux, les allures de courbes étaient en bon accord entre expérimental et numérique. C'est ce qui est très satisfaisant pour le modèle utilisé et, il est pertinent – comme plusieurs auteurs l'ont établi – pour simuler le comportement d'un polymère semi-cristallin.

Rappelons, pour finir, que seul un chargement monotone croissant est pris en compte par ce

modèle et qu'il faudrait une base expérimentale plus riche (plus de rayons de fond d'entaille testés et vitesses de sollicitation) pour consolider les paramètres déterminés. Ni la forme des cavités ni leurs dimensions sont simulées par le modèle. C'est ce dernier point qui pourrait être amélioré et a déjà fait l'objet de travaux au Centre des Matériaux.

2.4 Perspectives – vers une prise en compte de l'anisotropie des cavités : le modèle GVAR

Alors qu'une partie de l'étude expérimentale du chapitre 1 est consacrée aux différents facteurs de forme des cavités observés par la tomographie aux rayons X et donc de l'anisotropie de l'endommagement, quid de ce phénomène en modélisation par la méthode des éléments finis ?

La variable interne f du modèle GTN étant un scalaire, seule la valeur du taux de vide volumique est accessible, aucune indication sur la morphologie des cavités ne peut être donnée. Ceci constitue une limitation du modèle. En effet, notamment dans le cas de sollicitations de faibles triaxialités, les cavités ne vont pas croître (avec f constant) mais plutôt se déformer et pourront entraîner la rupture du matériau. Ce phénomène ne peut pas être simulé par le modèle GTN originel. Dans la présente étude, la méthode de la tomographie aux rayons X a révélé des cavités de formes différentes (sphérique, oblate, prolata) qu'il serait intéressant de pouvoir prendre en compte dans la modélisation.

Pour palier ce problème, Cao *et al.* [Cao *et al.*, 2015] ont développé une extension du modèle GTN – appelé Gurson variationnel GVAR – en particulier plus pertinent sur les faibles triaxialités. Ce développement a fait l'objet d'une implémentation en éléments finis dans ZeBuLoN et est détaillé dans l'article [Cao *et al.*, 2015]. Le modèle permet de prendre en compte à la fois les formes des cavités (via deux "shape factors" ou facteurs de forme) ainsi que les rotations de celles-ci. Dans la présente étude, peu de cavités présentaient des orientations obliques bien définies mais il est reporté dans la littérature des cas où, en bord d'entaille principalement, les cavités observées en tomographie sont orientées [Laiarinandrasana *et al.*, 2012, Cayzac *et al.*, 2013, Cayzac, 2014, Selles *et al.*, 2016a, Laiarinandrasana *et al.*, 2016b].

2.4.1 Identification des paramètres du modèle

Le modèle GVAR est de type micromécanique. L'identification de ses coefficients est fondée sur des calculs élémentaires sur cellules 3D qui représentent des cubes enfermant des cavités sphéroïdales. Notons que des cellules tridimensionnelles sont naturellement nécessaires afin de tenir compte de l'anisotropie des cavités considérées. La calibration du modèle consiste à minimiser la différence, pour une sollicitation équivalente, entre la réponse (en termes de réponses macroscopiques contrainte-déformation ou de variations des variables internes telles que la porosité, les facteurs de forme des pores considérés) d'un calcul avec le modèle GVAR sur un seul élément (*rve3d* de ZeBuLoN) et un calcul avec le modèle de comportement élasto-viscoplastique (sans endommagement) du même modèle sur une cellule avec une porosité définie. Pour que le modèle soit pertinent sur toute une gamme de taux de porosité, de types de cavités (oblate, prolata, sphérique ou ellipsoïde général), d'orientations des cavités, de sollicitations imposées, il faut donc générer autant de cellules 3D et réaliser autant de calculs différents en prenant en compte toutes ces variables pour affiner le modèle. Les sollicitations imposées impliquent de caractériser correctement l'état de contrainte. Deux paramètres sont alors considérés (et constituent ainsi deux variables pour l'identification des coefficients du modèle) : la triaxialité des contraintes et le paramètre de Lode. Ce dernier – non évoqué jusqu'à présent – est défini par l'expression 2.31 [Barsoum et Faleskog, 2007] et est noté L . À titre d'exemple, pour un essai de compression uniaxiale, il vient $L = 1$; $L = -1$ pour un essai de traction uniaxiale et $L = 0$ pour un essai de cisaillement plan. Le paramètre de Lode a une influence

importante qui a été démontrée dans la littérature sur l'endommagement ductile des matériaux [Danas et Castañeda, 2012, Danas et Aravas, 2012, Cao *et al.*, 2015].

$$L = -\frac{27}{2} \frac{J_3}{\sigma_{eq}^3} = \frac{2\sigma_2 - \sigma_1 - \sigma_3}{\sigma_1 - \sigma_3} \quad (2.31)$$

où :

- J_3 : troisième invariant du tenseur de contrainte $\underline{\sigma}^d$ avec $J_3 = \det(\underline{\sigma}^d)$
- σ_i : contraintes principales avec $i = 1, 2, 3$ telles que $\sigma_1 \geq \sigma_2 \geq \sigma_3$
- L vérifie $-1 \leq L \leq 1$

Remarquons enfin que les premières difficultés se présentent puisqu'il faut nécessairement un modèle de comportement élasto-viscoplastique du matériau sain (dense) en entrée afin de réaliser les calculs de référence. Les paramètres obtenus par optimisation inverse pour le modèle GTN sont donc conservés ici.

Les géométries de la figure 2.22 représentent les trois types de cellules 3D des cavités considérées – oblate, prolata et sphérique dans le cas où les axes des sphéroïdes coïncident avec les axes (X, Y, Z) du maillage – et le cube *rve3d* sur lequel sont réalisés les calculs avec le modèle GVAR. Pour les maillages 2.22(a) à (c), un modèle élasto-visco-plastique (**behavior gen_evp dans ZeBuLoN) est utilisé pour modéliser le matériau sain et dense. Notons qu'un huitième seulement des cubes enfermant des cavités est représenté, cette géométrie sera suffisante dans le cas où l'on considère des cavités dont les axes principaux coïncident avec les axes du repère et le restent. Dans le cas de chargement en cisaillement pur ou pour des chargements sur volumes dont les cavités sont orientées différemment, il faudra considérer un maillage de la moitié de la géométrie complète. Les conditions aux limites appliquées sur les maillages sont données dans l'article [Cao *et al.*, 2015]. Notons que dans le cas des maillages de la figure 2.22, l'élément barre (ressort de très forte rigidité) permet de garantir une triaxialité constante dans les cellules tout au long du calcul (en adaptant, en fonction de la contrainte moyenne calculée suivant X , la contrainte à appliquer suivant Y et Z).

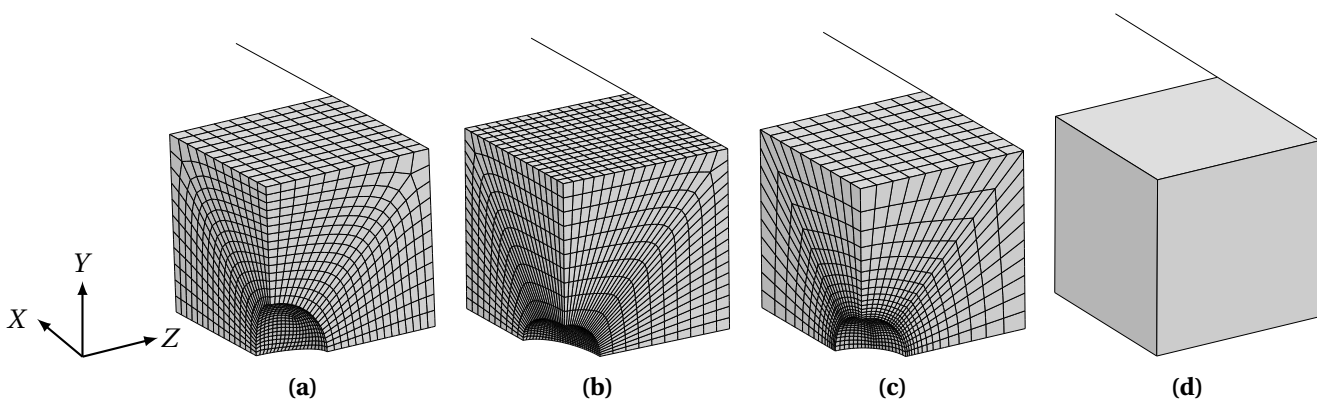


FIGURE 2.22 – Cellules avec cavités (a) oblate (b) prolata et (c) sphérique; la porosité initiale dans ce volume est de 1%; (d) Volume *rve3d* (un seul élément *c3d8r*).

Les calculs à mener afin de calibrer le modèle sont très nombreux. La base des simulations micromécaniques à réaliser se calcule par le produit des paramètres suivants (même si, manifestement, cette base numérique est redondante) :

- valeurs de taux de porosité initiales;

- types de cavités ;
- facteurs de forme des cavités envisagées ;
- nombre d'orientations de ces cavités ;
- nombre de valeurs de triaxialité ;
- nombre de valeurs de paramètres de Lode.

Tous ces calculs permettent de définir des courbes dites “objectif” (e.g. contrainte équivalente en fonction de la déformation plastique équivalente ou évolution du taux de porosité dans la cellule en fonction de la déformation plastique équivalente) sur lesquelles sont optimisées les mêmes réponses du modèle GVAR, calculé uniquement sur un volume *rve3d*.

2.4.2 Calibration du modèle GVAR

2.4.2.A Exemple de calibration du modèle GVAR sur un essai de référence

Prenons le cas d'un calcul sur cavité prolata dont le plus grand demi-axe coïncide avec l'axe de chargement. Un taux de triaxialité de $\eta = \frac{2}{3}$ est choisi et conservé constant pour les calculs.

Calcul sur cellule 3D avec le modèle élasto-viscoplastique Le maillage considéré est celui présenté en figure 2.22(b). Il est constitué de 30818 nœuds et 6796 éléments hexaèdres *c3d20* et d'un élément barre. La cavité présente un volume initial équivalent à 1% du volume de la cellule (d'où $f_0 = 0,01$) ainsi que deux facteurs de forme, notés w_1 et w_2 . $w_1 = \frac{c}{a}$ et $w_2 = \frac{c}{b}$ avec a , b et c les demi-axes orthogonaux de l'ellipsoïde, tels que $a > b = c$ ($b = c$ pour un ellipsoïde prolata) et ici, a , b et c sont les longueurs mesurées sur X , Y et Z respectivement. La loi matériau *.mat* utilisée présente les coefficients reportés dans les tableaux 2.1 et 2.2. Le formalisme des grandes déformations est utilisé pour réaliser ce calcul. Des conditions aux limites périodiques sont appliquées aux bords extérieurs du cube, le blocage des nœuds dans la direction pertinente permet d'utiliser les symétries matérielles et de ne représenter qu'un huitième de la géométrie totale du cube. Enfin, la barre (visible en figure 2.22(b)) permet d'imposer la triaxialité constante au cours de l'essai.

Calcul sur un volume élémentaire représentatif (VER) avec le modèle GVAR L'élément de volume 2.22(d) est maintenant considéré. Il s'agit d'un unique élément cubique *c3d8r* (à intégration réduite) et d'un élément barre. Les conditions aux limites, de symétrie et la triaxialité imposées sont strictement équivalentes à la mise en données précédente sur la cellule 3D.

Les variables internes du modèle GVAR sont initialisées : la porosité initiale (fictive) est fixée à 1%, les facteurs de forme w_1 et w_2 sont définis (et correspondent à la cavité précédente considérée) et les axes principaux de la cavité fictive initiale sont imposés (toujours conformément au calcul de référence ici).

Résultats et optimisation Les calculs d'optimisation ont été effectués avec l'outil dédié de la suite Z-set et l'algorithme de Nelder-Mead [Nelder et Mead, 1965]. Les graphes de la figure 2.23 présentent les résultats du calcul en champ complet sur le maillage 2.22(b) (sur lesquels les paramètres du modèle GVAR ont été déterminés) de la contrainte équivalente, de l'évolution de la fraction volumique de vide ou des facteurs de forme w_1 et w_2 (en conditions déformées) de la cavité en fonction de la déformation plastique équivalente. Les résultats du calcul, après optimisation, avec le modèle GVAR sur un élément de volume homogène sont ajoutés aux graphes précédents. Les courbes sont finalement en bon accord entre référence et modèle GVAR.

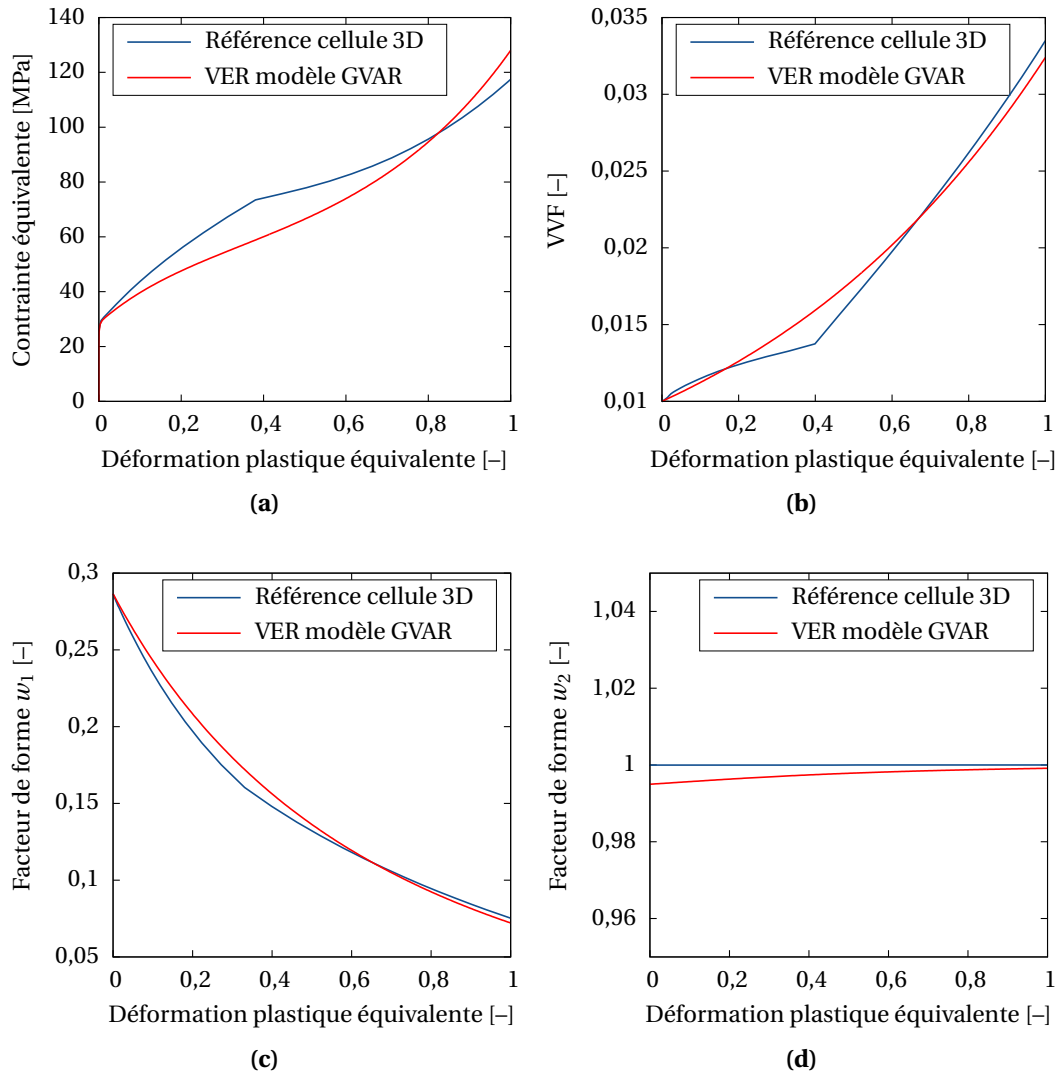


FIGURE 2.23 – Comparaison des courbes de référence et des résultats de calcul sur VER pour $f_0 = 0,01$ et $\eta = 0,667$ avec (a) contrainte équivalente en fonction de la déformation plastique équivalente; (b) fraction volumique de vide en fonction de la déformation plastique équivalente; (c) facteur de forme w_1 en fonction de la déformation plastique équivalente et (d) facteur de forme w_1 en fonction de la déformation plastique équivalente.

2.4.2.B Base d'essais numériques pour la calibration complète

La méthode précédente doit être généralisée à un plus grand panel d'essais numériques : une base de calculs de référence doit être élaborée. Le nombre de calculs élémentaires est limité par choix. Compte-tenu des plages de triaxialités calculées par la méthode des éléments finis avec le modèle GTN sur les éprouvettes CNRB précédemment étudiées, quatre valeurs ont été choisies : $\eta = 1/3$, $\eta = 2/3$, $\eta = 1$ et $\eta = 1,5$, trois formes de cavités sont considérées et sont de type oblate, prolate et sphérique (en considérant que les demi-axes de ces cavités coïncident avec les axes principaux du repère du calcul et le restent). La porosité initiale des cellules est choisie telle que $f_0 = 0,01$. Le paramètre de Lode est constant et vaut -1. Un seul jeu de facteurs de forme pour les cavités prolate et oblate est gardé, avec respectivement $w_1 = 0,28$ et $w_1 = 2$ ($w_2 = 1$ dans les deux cas). Ainsi, on a $4 \times 3 = 12$ calculs de référence. Les courbes choisies seront l'évolution de la fraction volumique de vide et du facteur de forme w_1 des cavités en fonction de la déformation plastique équivalente.

2.4.2.C Résultats de la calibration complète du modèle GVAR

Les courbes de l'évolution de la fraction volumique de vide et du facteur de forme w_1 en fonction de la déformation plastique équivalente pour différentes triaxialités et différents types de cavités sont présentées en figure 2.24. Le modèle calibré est performant pour rendre compte de l'évolution de la fraction volumique de vide dans toutes les configurations envisagées comme en témoignent les graphes de la première ligne de la figure 2.24. En revanche, c'est un peu moins évident dans le cas de l'évolution du facteur de forme w_1 à la seconde ligne de la figure 2.24. Le cas des cavités de type prolate est convaincant. Néanmoins, pour les cavités oblate ou sphérique, des oscillations sont observables lorsque la variable interne w_1 est proche de 1. En réalité, il se trouve que $w_1 = w_2$ et dans ce cas, le calcul de rotation plastique devient indéterminé. C'est un cas de figure bien identifié par Danas et Aravas [Danas et Aravas, 2012] et Cao *et al.* [Cao *et al.*, 2015]. Pour la cavité de type prolate, l'égalité $w_1 = w_2$ ne se présente pas, il n'y a pas cette difficulté en cours de calcul.

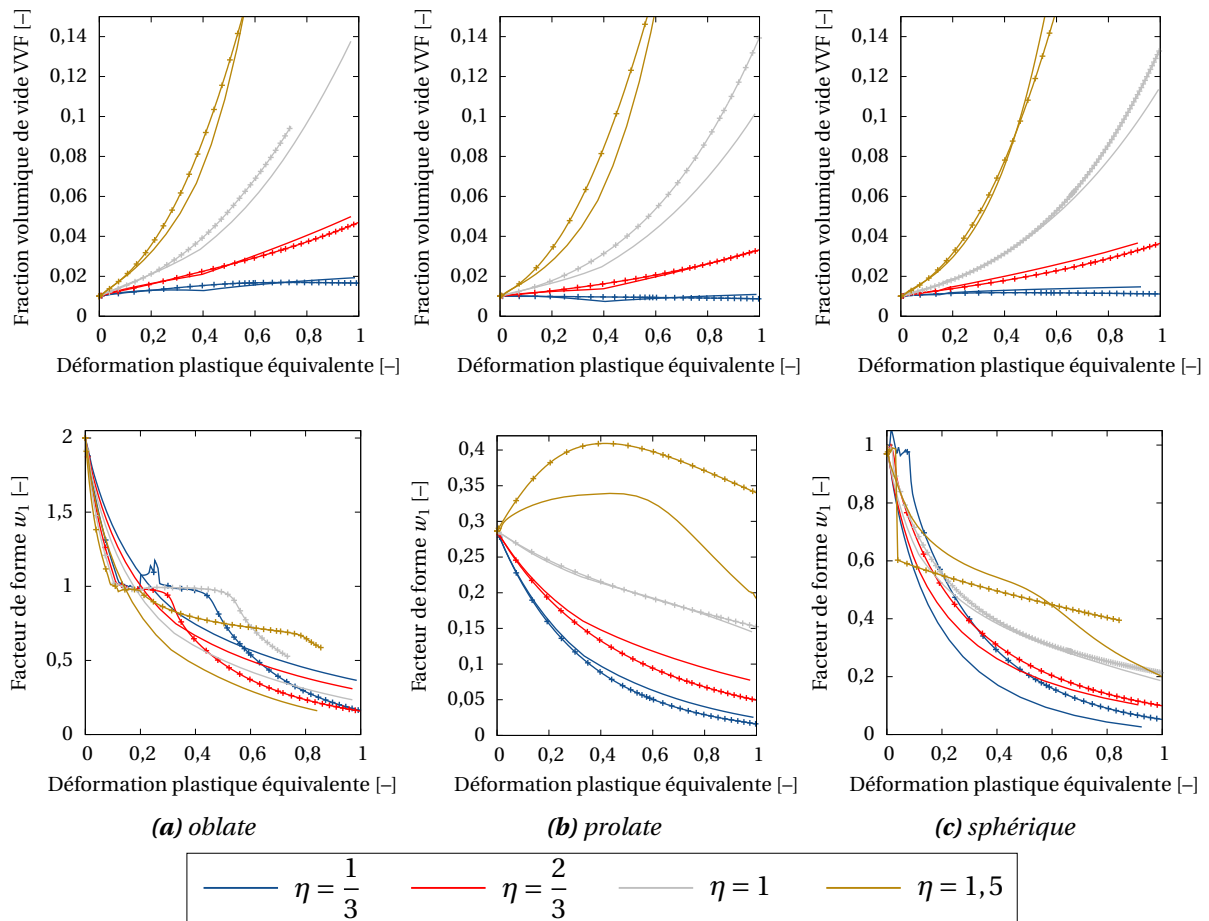


FIGURE 2.24 – Comparaison des courbes de référence et des résultats de calcul sur VER pour $f_0 = 0,01$ et différents taux de triaxialité η avec les cas de cavités de types (a) oblate, (b) prolate et (c) sphérique. Les traits pleins représentent les calculs de référence sur cellule 3D avec la cavité, les traits pleins les symboles illustrent les résultats sur un élément homogène (VER).

2.4.3 Calculs de structure

Voyons dans quelle mesure le modèle GVAR permet de prédire l'évolution des formes de cavités au cours de la déformation de l'éprouvette.

2.4.3.A Stratégie de calcul sur structure

Un huitième d'éprouvette est maillé pour réaliser des calculs (pour rappel, le modèle fonctionne uniquement en 3D). La figure 2.25 illustre ce maillage, constitué de 8332 hexahédres quadratiques à intégration réduite (*c3d20r*). À ce jour, les calculs sur ce maillage 3D avec le modèle GVAR, présentent un problème de convergence sur lequel un travail est en cours. La modélisation proposée pour contourner ce problème consiste à, dans un premier temps, réaliser le calcul sur le maillage en figure 2.25 avec le modèle GTN, de déterminer pour une zone d'intérêt de la géométrie (un élément de volume), les efforts qui s'appliquent. Dans un deuxième temps, il ne restera plus qu'à soumettre ces efforts à un élément de volume *rve3d* et avec la loi GVAR pour observer les variations des variables internes.

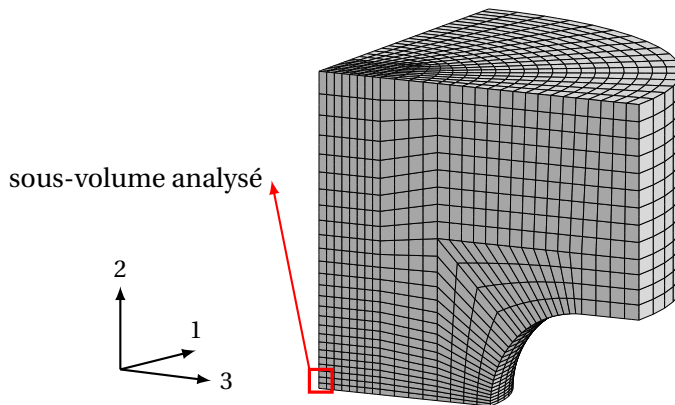


FIGURE 2.25 – Maillage du huitième d'éprouvette 3D pour le calcul de structure.

Le calcul sur le huitième d'éprouvette est donc réalisé avec le modèle GTN, les chargement et conditions aux limites sont conservés identiques (par rapport aux précédents calculs sur éprouvette axisymétrique). Relevons les contraintes auxquelles est soumis un élément de volume au centre de l'entaille (matérialisé par un cadre rouge sur la figure 2.25). Le graphe 2.26(a) trace les contraintes principales calculées ainsi que le taux de triaxialité dans ce volume d'intérêt en fonction de l'ouverture d'entaille.

2.4.3.B Suivi des variables internes sur un élément de volume au cœur de l'entaille

Ce chargement (trois contraintes principales relevées) est directement injecté en entrée sur l'élément de volume avec le modèle GVAR. Les valeurs initiales des variables internes du modèle GVAR sont fixées avec $f_0 = 0,01$, $w_1 = 2$ et $w_2 = 1$ d'où les cavités sont initialement oblate avec le plus petit demi-axe aligné dans le sens de la sollicitation (axe de plus grande contrainte principale), comme observé expérimentalement (axe 2 de chargement pour l'éprouvette). Les résultats sont présentés en figure 2.26(b) où sont tracées les évolutions des facteurs de forme w_1 , w_2 et du taux de porosité calculé.

Le facteur de forme w_1 illustré en figure 2.26(b) chute à partir de la non-linéarité de la courbe de force (pour un NOD de 0,1 mm) alors que w_2 reste constant : le demi-axe dans le sens de

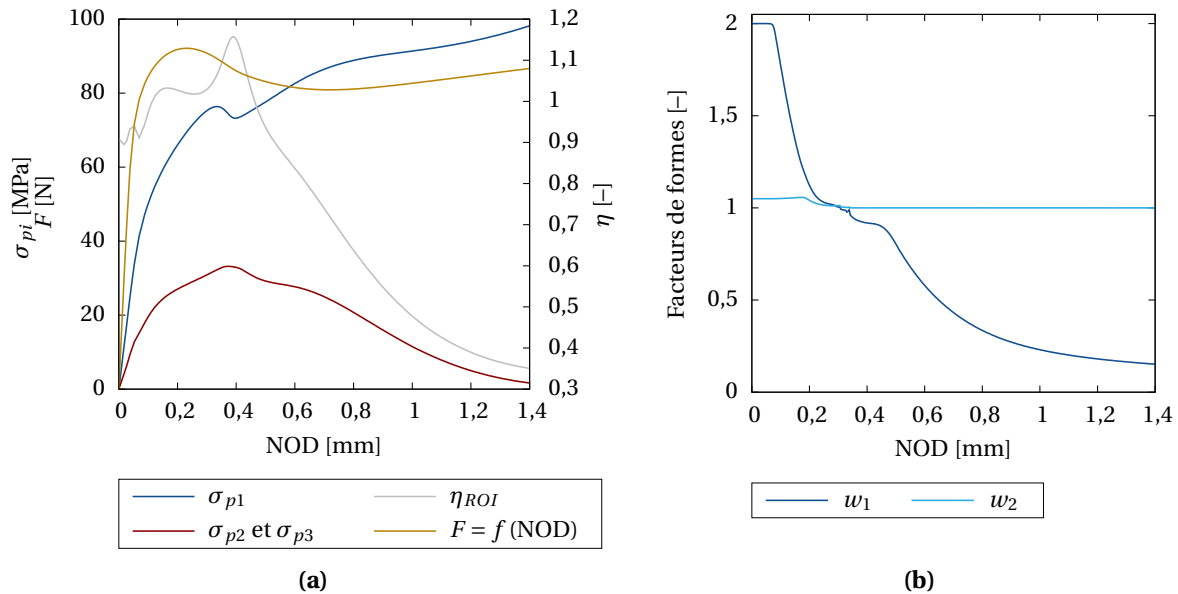


FIGURE 2.26 – (a) Graphe du taux de triaxialité et des contraintes principales relevées sur le volume au cœur de l'entaille (puis injectées en entrée du calcul sur l'élément de volume avec le modèle GVAR) en fonction de l'ouverture d'entaille. La courbe force-ouverture d'entaille y est ajoutée; (b) Graphe des évolutions des facteurs de forme des cavités avec le modèle GVAR en fonction de l'ouverture d'entaille.

sollicitation augmente d'où les cavités se rapprochent d'une forme sphérique. C'est justement au début de l'adoucissement que les facteurs de forme sont équivalents, les cavités sont sphériques. Ensuite, le paramètre w_1 diminue à nouveau à partir de la fin de l'adoucissement et pendant tout le rhéo-durcissement. Ainsi le demi-axe du sphéroïde suivant la plus grande contrainte principale augmente : la cavité s'allonge dans le sens de sollicitation. Remarquons que w_2 reste constant et égal à 1, les cavités conservent des grandeurs radiales équivalentes. Ces résultats sont proches des résultats observés et détaillés en figure 1.35 : de oblate au pic de contrainte, les cavités dans cette zone au cœur de l'échantillon deviennent sphériques (les facteurs de forme sont équivalents) au cours de l'adoucissement. Puis, de sphériques à prolates, les cavités s'allongent dans la direction de chargement pendant le rhéo-durcissement. C'est bien ce qui est déterminé par les variables internes du modèle GVAR. Notons aussi que la fraction volumique de vide ne fait qu'augmenter au cours du calcul (contrairement à ce qui est calculé à partir de l'observation expérimentale).

2.4.3.C Potentialités du modèle

Les derniers résultats exposés montrent une bonne adéquation entre les observations expérimentales et les variables internes du modèle. Bien que laborieux pour sa calibration, le modèle GVAR est pertinent et permet de suivre l'anisotropie de l'endommagement grâce notamment aux facteurs de forme w_1 et w_2 . Malheureusement, il n'a pas été possible de conduire des calculs de structure, il subsiste des problèmes de convergence dans le modèle tel qu'il est écrit.

Notons enfin que le modèle ne sera pas capable de simuler la coalescence de petites cavités initiales en d'autres plus grosses. C'est pourtant ce qui est observé expérimentalement dans les travaux de Selles *et al.* [Selles *et al.*, 2017] en nanotomographie où il semblerait que les premières petites cavités commencent par coalescer pour donner des crazes oblate. Ces cavités sont alors de dimensions plus importantes comme celles observées en microtomographie dans la présente étude.

2.5 Conclusions partielles

Ce chapitre 2 traite de la modélisation d'un polymère semi-cristallin : le PA11. Le chapitre précédent a permis d'établir une base de données expérimentale riche afin de calibrer le modèle poro-visco-plastique présenté. L'utilisation du modèle GTN, bien qu'initialement développé pour les matériaux métalliques, a été adaptée et éprouvée par de nombreux travaux sur les polymères [Lafarge, 2004, Regrain, 2009, Devilliers, 2011, Ricard, 2013, Cayzac, 2014, Selles *et al.*, 2016b] et notamment ceux de Lefèbvre et Boisot [Lefèbvre, 2002, Boisot, 2009, Boisot *et al.*, 2011] sur le PA11. Ce modèle s'est avéré fiable pour rendre compte des résultats expérimentaux.

L'évolution de la porosité est liée à la triaxialité des contraintes, le modèle est justement sensible à la pression hydrostatique. Le comportement mécanique macroscopique est bien simulé (en termes de déformées, de courbes force-ouverture d'entaille par exemple). Il peine néanmoins à rendre compte de toutes les observations microscopiques. En particulier, au-delà de l'adoucissement, les taux de porosité ne sont plus aussi pertinents, les valeurs et les zones de taux de porosité maximal sont toujours centrés au cœur de l'éprouvette. Ces résultats sont tout à fait conformes aux taux de triaxialité locaux mais ne rendent pas compte des observations expérimentales. Enfin, chose inhérente au modèle GTN (f étant un scalaire), aucune information ne peut être donnée sur les facteurs de forme des cavités en présence et au cours du calcul. L'étude expérimentale du chapitre 1 a pourtant contribué à enrichir les données microscopiques. Celles-ci ne peuvent être exploitées et simulées par ce modèle.

C'est pourquoi une proposition de modèle d'endommagement anisotrope est mis en perspectives : le modèle GVAR [Cao *et al.*, 2015]. La calibration des coefficients est explicitée et une démarche de calcul des facteurs de forme des cavités en tout point d'une structure est établie. Cette démarche se déroule pour l'instant en deux temps avec une relocalisation sur un élément de volume muni du modèle GVAR. En effet, il subsiste encore quelques difficultés – non résolues à l'heure actuelle – pour le calcul direct d'une structure avec le modèle GVAR. Néanmoins, ce type de modèle constitue un défi majeur à relever pour modéliser les phénomènes observés (*e.g.* développement de cavités de formes différentes et évolutions de leur dimensions).

Dans ce qui suit, le polymère PA11 étudié revêt une importance particulière puisqu'il s'agit de la matrice du composite considéré (renforcé par des fibres de verre). Le modèle GTN sera conservé et utilisé pour prendre en compte l'effet local de la triaxialité des contraintes subi par la matrice entre les fibres et en particulier lorsque celle-ci est confinée entre des fibres très proches. La forme des cavités va, dès lors, être occultée (par l'utilisation du modèle GTN). Ceci est justifiable dans les composites modélisés dans les chapitres 3 et 4, puisque les propriétés mécaniques sont investiguées et non plus les mécanismes locaux de déformation du polymère (le modèle GTN étant, nous l'avons vu, très pertinent pour rendre compte des propriétés macroscopiques mécaniques du polymère).

Composite unidirectionnel PA11-FV – modélisation multi-échelle

La seconde partie de ce manuscrit est consacrée à la modélisation du comportement mécanique d'un matériau composite à matrice thermoplastique PA11 et renfort unidirectionnel de fibres de verre. L'échelle microscopique, associée aux constituants de ces matériaux multiphasés et fortement hétérogènes, est primordiale pour comprendre et modéliser les phénomènes de déformation sous sollicitation. D'abord en élasticité linéaire, puis en non-linéaire, des calculs de micromécanique sont réalisés. Le comportement mécanique est modélisé, tout en mettant l'accent sur la représentativité des grandeurs calculées. Enfin, une démarche d'homogénéisation numérique est proposée afin de réaliser des calculs de structures.

Sommaire

Chapitre 3 Représentation et calculs micromécaniques en élasticité linéaire	107
3.1 Éléments bibliographiques	107
3.2 Stratégie retenue pour la présente étude	135
3.3 Microstructures : génération, maillage et mise en données de calculs EF	139
3.4 Calculs en élasticité linéaire et représentativité	151
3.5 Conclusions partielles	163
Chapitre 4 Calculs micromécaniques en non-linéaire – vers l'homogénéisation numérique	169
4.1 Calculs micromécaniques en non-linéaire	169
4.2 Représentativité du VER en non-linéaire	194
4.3 Homogénéisation numérique du matériau d'étude	201
4.4 Application aux calculs de structure	213
4.5 Conclusions partielles	223

Représentation et calculs micromécaniques en élasticité linéaire

3.1 Éléments bibliographiques

Cette partie a pour objectif d'introduire les matériaux qui seront au cœur de l'étude mais aussi de présenter la littérature appropriée et nécessaire pour aller plus loin. Le cadre de l'étude est dans la continuité des chapitres précédents : il s'agit de pouvoir *in fine* réaliser des calculs de structures tout en étant capable de rendre compte de phénomènes à l'échelle de la microstructure. Dans ce qui suit, un matériau hétérogène multiphasé est considéré.

3.1.1 Matériaux hétérogènes multiphasés et approches multi-échelles

3.1.1.A Généralités

Tout matériau est hétérogène puisqu'il existe une échelle d'observation en deçà de laquelle différentes zones ou phases se distinguent manifestement. Aussi, pour ces raisons, il est appelé multiphasé. Ces phases peuvent être de même nature chimique (grains monocristallins de multiples orientations dans un alliage métallique) ou de natures différentes et jouant chacun un rôle clé (phases liante et renforçante dans un matériau composite par exemple).

Par commodité et usage, les matériaux hétérogènes sont néanmoins considérés comme homogènes par zones. Cette hypothèse permet de se limiter aux échelles physiques couvertes par la mécanique des milieux continus. Les phases constitutives et la morphologie de l'assemblage sont investiguées. Ces éléments revêtent une importance capitale vis-à-vis de l'étude du comportement mécanique des matériaux hétérogènes multiphasés. Dans un premier temps, il est nécessaire de définir les échelles d'observation et les grandeurs considérées.

Échelles d'observation et de chargements Présentons les différentes échelles d'observation et chargements habituellement considérés pour les matériaux multiphasés [Bornert, 1996, Bornert *et al.*, 2001a, Drapier, 2014].

- ▷ L'échelle *microscopique* est celle des constituants de base, les différentes zones homogènes, qui sont elles considérées comme des milieux continus de dimension finie. Le terme de microstructure du matériau est alors évoqué. La dimension caractéristique est de l'ordre de celle des hétérogénéités (*e.g.* diamètres des inclusions, des fibres) et est notée d . Les grandeurs mécaniques en présence sont les contraintes $\underline{\sigma}$ et les déformations $\underline{\varepsilon}$ (microscopiques) dans chaque constituant. Ces grandeurs présentent naturellement des fluctuations à cette échelle.
- ▷ L'échelle *macroscopique*, de dimension caractéristique L , correspond à celle de la structure. De ce point de vue, le matériau est considéré comme localement homogène. La structure est soumise à des chargements extérieurs, un torseur de résultante $\underline{\mathbf{F}}$ et de moment $\underline{\mathbf{M}}$. Des champs conceptuels de contraintes et de déformations sont définis localement et notés $\underline{\underline{\Sigma}}$ et $\underline{\underline{\mathbf{E}}}$, respectivement. Il s'agit des contraintes et déformations macroscopiques, celles-ci sont les moyennes sur tout un volume – à définir – des champs locaux de leurs homologues microscopiques ($\underline{\varepsilon}$ et $\underline{\sigma}$).

- ▶ Une échelle intermédiaire, dite *mésoscopique*, est aussi considérée : c'est celle du VER, Volume Élémentaire Représentatif, dont il sera question par la suite. La dimension caractéristique, notée l , est élémentaire vis-à-vis de l'échelle *macroscopique* (la structure peut être entièrement pavée par une multitude de VERs) et est très grande devant l'échelle *microscopique* (le VER contient de nombreuses hétérogénéités). Le VER assure les relations de moyenne volumique entre grandeurs macroscopiques ($\underline{\Sigma}$ et \underline{E}) et microscopiques ($\underline{\epsilon}$ et $\underline{\sigma}$). Les sollicitations extérieures à cette échelle *mésoscopique* sont les déformations \underline{E} et contraintes $\underline{\Sigma}$, supposées homogènes sur le contour et/ou sur la surface du VER.

La séparation des échelles [Hashin, 1983], exprimée par la relation 3.1, est considérée comme acquise.

$$d \ll l \ll L \tag{3.1}$$

Ce à quoi les inégalités données en 3.2 et 3.3 sont ajoutées.

$$d_0 \ll d \tag{3.2}$$

Où d_0 est la limite de validité de la mécanique des milieux continus (MMC). Cette relation permet de considérer les constituants du milieu multiphasé comme homogènes et il est ainsi possible de déterminer et d'exprimer les propriétés locales par des modèles de comportement.

$$l \ll \lambda \tag{3.3}$$

La relation 3.3 exprime une échelle de chargement où λ est la longueur d'onde du chargement. Elle traduit le fait que la fluctuation du chargement ne doit pas être perçue à l'échelle mésoscopique. Le chargement est alors vu comme homogène sur le contour et/ou sur la surface.

Les relations 3.1, 3.2 et 3.3 permettent de définir le cadre du présent travail et garantissent les résultats de l'homogénéisation classique [Bornert *et al.*, 2001a, Bornert *et al.*, 2001b]. Le VER est en partie défini par ces inégalités mais sera précisé par des considérations statistiques : c'est un volume statistiquement suffisant pour représenter le matériau multiphasé. En effet, les matériaux présentent des distributions spatiales aléatoires – mais quantifiables – de leurs phases (sauf exception des structures périodiques).

La figure 3.1 synthétise et illustre ces précédentes définitions et grandeurs présentées.

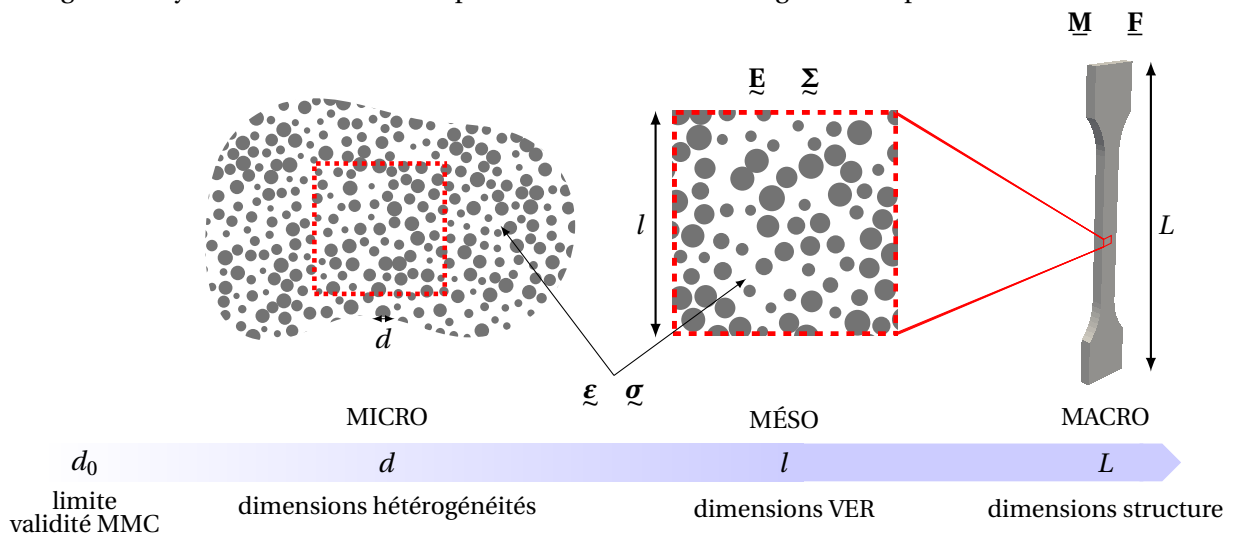


FIGURE 3.1 – Illustrations des différentes échelles des milieux hétérogènes multiphasés.

Concept du Milieu Homogène Équivalent (MHE) Un calcul de structure a pour but de déterminer l'état de sollicitation mécanique perçue en tout point d'une pièce sous chargement. Il se définit par une géométrie de structure, un cas de chargement et les informations relatives au matériau (comportement des constituants, morphologie de l'assemblage).

Il est illusoire de penser – même à l'ère de l'informatique moderne – pouvoir réaliser un calcul de structure en prenant en compte une échelle très fine du matériau avec une discrétisation de toutes ses hétérogénéités. Une approche multi-échelle est nécessaire. Il peut être pertinent de substituer virtuellement ce matériau hétérogène par un milieu homogène fictif et qui présente un comportement identique "en moyenne". Ce matériau fictif est appelé MHE pour Milieu Homogène Équivalent (ou encore "milieu effectif"). Le calcul de structure initial est alors envisageable par l'utilisation d'un MHE, il permet de conserver la géométrie globale de la structure et le cas de chargement.

Le comportement mécanique macroscopique d'un matériau hétérogène est indissociable des échelles inférieures et en particulier de la microstructure. La notion de MHE est intimement liée à celle de VER, garant de la représentativité de ce milieu fictif aux propriétés "moyennées" eu égard à la microstructure initiale. Le concept de VER est introduit et détaillé en partie 3.1.3. La transition d'une microstructure avec hétérogénéités au MHE – appelée homogénéisation – n'est pas sans perte d'informations (locales) mais ceci s'avère souvent nécessaire pour mettre en œuvre des calculs de structure. La figure 3.2 résume le concept du Milieu Homogène Équivalent.

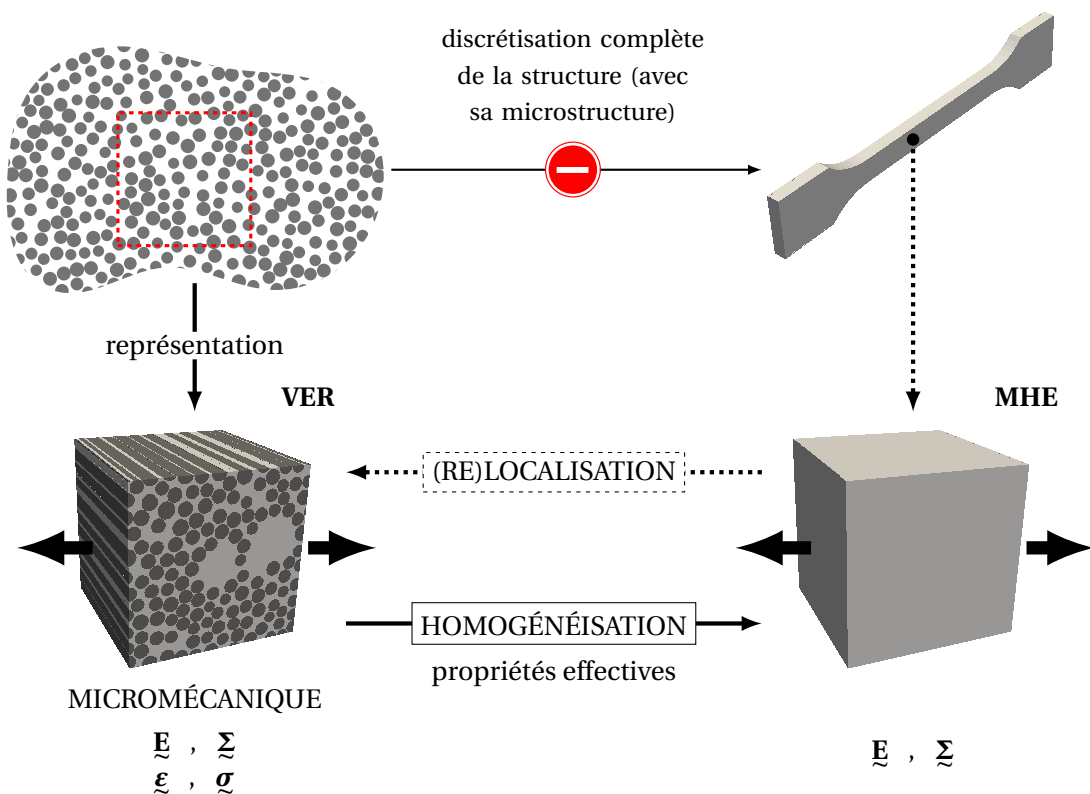


FIGURE 3.2 – Schéma de principe du passage micro-macro et du concept de Milieu Homogène Équivalent.

Terminologie Considérons dès à présent que l'enjeu est de se situer à l'échelle microscopique du matériau afin de prendre en compte les mécanismes qui s'y développent. Il est possible d'isoler un

élément de volume – nommé un VER, sans savoir pour l'heure comment le choisir, ce qui sera l'objet de la partie 3.1.3 – qui soit capable d'être statistiquement représentatif de la microstructure, notamment en termes d'hétérogénéités, de dimensions et de propriétés résultantes.

L'homogénéisation est une remontée d'échelle, du microscopique au macroscopique, où une microstructure hétérogène est remplacée par un volume homogène répondant de manière mécaniquement équivalente à cette dernière sous les mêmes cas de chargement. Les grandeurs $\underline{\Sigma}$ et $\underline{\mathbf{E}}$ sont liées à leurs homologues $\underline{\sigma}$ et $\underline{\epsilon}$ par des opérations de moyennes explicitées en partie 3.1.1.B et par les lois de comportement propres à chacun des constituants. Le processus inverse est la localisation ou problème micromécanique [Hashin, 1983], les grandeurs locales microscopiques sont obtenues en fonction des grandeurs macroscopiques imposées sur le volume d'étude [Marigo *et al.*, 1987]. Rares sont les cas où ces processus présentent des solutions analytiques simples. Le schéma en figure 3.2 illustre brièvement les principes de passages micro-macro, d'autres méthodes sont présentées en partie 3.1.1.C.

Dans ces travaux, l'accent est porté sur les calculs micromécaniques. Plus précisément, ils permettent de réaliser des simulations en champs complets sur un volume défini. Les différentes phases du milieu d'étude sont décrites de manière discrètes et leurs mécanismes élémentaires de déformation sont supposés connus. Les champs locaux et grandeurs microscopiques (*e.g.* $\underline{\sigma}$, $\underline{\epsilon}$) sont accessibles mais aussi certaines grandeurs macroscopiques (*e.g.* $\underline{\Sigma}$, $\underline{\mathbf{E}}$ directement liées par des opérations de moyennes des quantités microscopiques). Les propriétés apparentes ou effectives sont calculées en fonction des choix de dimensions et du volume d'étude. En effet, les propriétés du milieu sont dites effectives si le volume est au moins égal au VER. En revanche, si le volume est plus petit que le VER, il n'est pas statistiquement représentatif et les propriétés apparentes sont calculées. Les propriétés apparentes convergent donc vers les propriétés effectives lorsque le volume d'étude tend vers le VER. En micromécanique, les propriétés apparentes sont toujours calculées et sont éventuellement effectives si les conditions de représentativité du volume sont réunies [Kanit, 2003].

VER, volume d'étude ou microstructure sont les termes associés à la discrétisation du milieu multiphasé étudié. Si la microstructure est périodique, le terme de cellule (élémentaire) est consacré. Les calculs élémentaires (*e.g.* traction ou compression dans une unique direction) ou plus exotiques (*e.g.* chargement multiaxial) sont réalisés sur ces volumes et permettent de remonter à un comportement apparent. C'est ce comportement apparent que doit exhiber le MHE et permettre de réaliser des calculs de structure plus rapidement puisqu'il est homogène et ne possède pas la discrétisation d'un VER (hétérogénéités, champs locaux...). VER et MHE doivent avoir des réponses mécaniques identiques pour des sollicitations équivalentes. Ainsi, il est possible de substituer au milieu multiphasé, un milieu homogène. Un VER est muni d'une discrétisation déterministe de la microstructure et des modèles de comportement associés à chacun des constituants. En revanche, pour le MHE, seule une loi de comportement y est associée, appelée LHE (Loi Homogène Équivalente) [Cardona, 2000, Dirrenberger, 2012, Iltchev, 2014]. *A priori* inconnue, cette LHE prend en compte de manière implicite la microstructure, ses caractéristiques sont à déterminer et sa calibration à mener. Cette méthode par modèle de substitution est une généralisation des différentes méthodes d'homogénéisation (3.1.1.C).

3.1.1.B Grandeurs moyennées, lemme de Hill et conditions aux limites

Grandeurs moyennées Des relations permettent de relier les grandeurs entre les différentes échelles. Les propriétés effectives (ou apparentes) ne sont pas obtenues de manière triviale par une simple moyenne des propriétés des constituants pondérés par leur fraction volumique.

Considérons un volume V de la microstructure, assez grand (par rapport aux hétérogénéités en présence) pour être statistiquement représentatif (bien que la définition d'un VER, en partie 3.1.3, est un peu moins immédiate). À l'échelle de la structure, ce volume V est considéré comme un point matériel. En imposant des conditions aux limites pertinentes, il est possible de prouver les relations données par l'équation 3.4, entre la contrainte macroscopique $\underline{\Sigma}$ vue par cet élément de volume et les contraintes microscopiques $\underline{\sigma}$ y régnant (et de manière analogue, entre la déformation macroscopique $\underline{\mathbb{E}}$ et les déformations microscopiques $\underline{\epsilon}$).

$$\langle \underline{\sigma} \rangle := \frac{1}{V} \int_V \underline{\sigma} dV = \underline{\Sigma} \quad ; \quad \langle \underline{\epsilon} \rangle := \frac{1}{V} \int_V \underline{\epsilon} dV = \underline{\mathbb{E}} \quad (3.4)$$

Les symboles " $\langle \cdot \rangle$ " indiquent qu'il s'agit d'une moyenne volumique de la grandeur considérée et " := " signifie que cette relation est une définition.

Lemme de Hill-Mandel Pour tout champ de contraintes statiquement admissible et tout champ de déformations cinématiquement admissible, il vient, avec les expressions 3.4 précédentes :

$$\langle \underline{\sigma} : \underline{\epsilon} \rangle = \langle \underline{\sigma} \rangle : \langle \underline{\epsilon} \rangle = \underline{\Sigma} : \underline{\mathbb{E}} \quad (3.5)$$

La moyenne du travail des forces internes microscopiques est égale au travail des forces internes macroscopiques. C'est le lemme de Hill-Mandel [Hill, 1967], dit de macrohomogénéité, fondamental pour étudier les comportements effectifs des volumes considérés. Ce principe est d'abord énoncé pour des matériaux hétérogènes élastiques mais est étendu au cas de matériaux arbitraires aux comportements non-linéaires et avec des interfaces imparfaites [Hazanov, 1998].

Conditions aux limites Pour déterminer le comportement du milieu considéré, il convient d'imposer des conditions aux limites sur le volume V , de frontière ∂V . Il en existe trois types différents, définies par Sanchez-Palencia et Zaoui dans le document [Sanchez-Palencia et Zaoui, 1987] et listées ci-après. Seules les dernières, les conditions périodiques, présentent un intérêt dans le présent travail (ce qui est justifié au paragraphe 3.1.3.B) et sont détaillées.

- **Les conditions de déformations homogènes au contour** ou KUBC (de l'anglais Kinetic Uniform Boundary Conditions) ;
- **Les conditions de contraintes homogènes au contour** ou SUBC (Static Uniform Boundary Conditions) ;
- **Les conditions périodiques** ou PBC (Periodic Boundary Conditions) s'expriment comme suit : le vecteur déplacement $\underline{\mathbf{u}}$, en tout point $\underline{\mathbf{x}}$ du volume V , est de la forme :

$$\underline{\mathbf{u}} = \underline{\mathbb{E}}\underline{\mathbf{x}} + \underline{\mathbf{u}}_{\#} \quad \forall \underline{\mathbf{x}} \in V \quad (3.6)$$

où $\underline{\mathbf{u}}_{\#}$, vecteur de fluctuations, est périodique. Aussi, le vecteur traction $\underline{\mathbf{t}}(\underline{\mathbf{x}}) = \underline{\sigma}(\underline{\mathbf{x}})\underline{\mathbf{n}}$ est anti-périodique sur le bord ∂V . $\underline{\mathbf{u}}_{\#}$ (respectivement $\underline{\mathbf{t}}(\underline{\mathbf{x}})$) prend des valeurs égales (respectivement opposées) pour deux points en regard du contour de V .

Notons que ces trois types de conditions aux limites permettent de garantir la validité du lemme de Hill-Mandel. De plus, alors que pour un milieu hypothétiquement infini, les trois types de conditions aux limites seront équivalentes (les propriétés apparentes obtenues sont effectives), Huet [Huet, 1990] montre que pour un volume d'étude plus petit que le VER les conditions de déformations (respectivement, de contraintes) homogènes au contour donnent des propriétés apparentes qui surestiment (respectivement sous-estiment) les propriétés effectives du matériau. L'écart entre les propriétés mesurées apparentes et effectives est d'autant plus grand que le volume d'étude est petit vis-à-vis du VER. Ces résultats sont illustrés en figure 3.3.

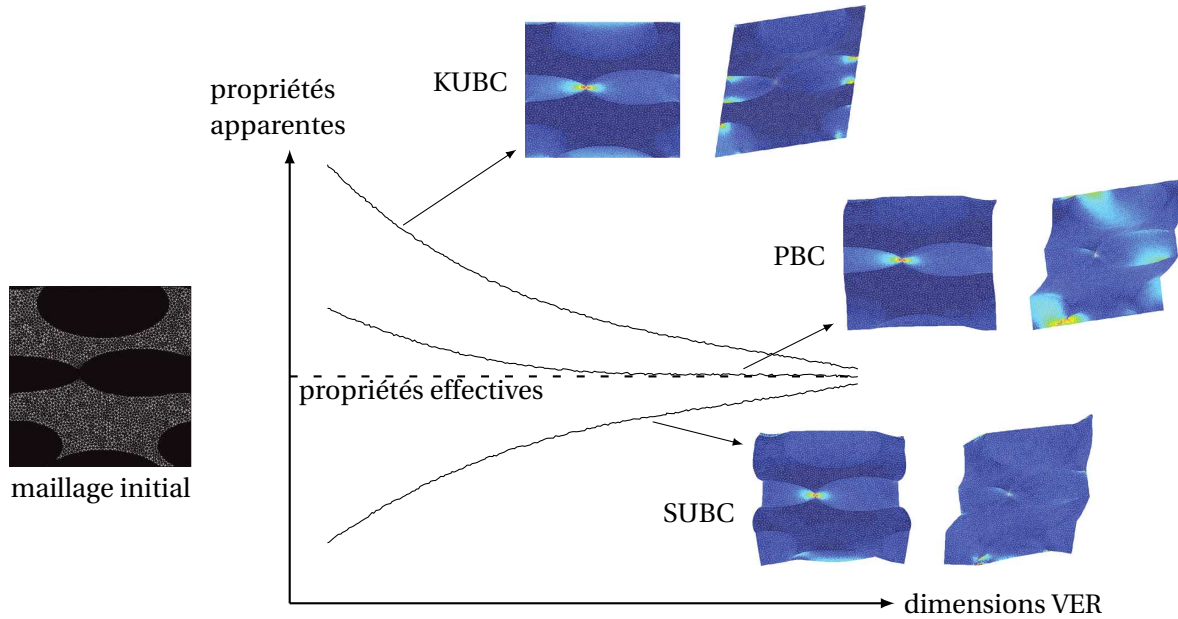


FIGURE 3.3 – Schéma de la convergence des propriétés apparentes (vers les propriétés effectives) calculées pour trois types de conditions aux limites. Illustrations sur une microstructure avec un calcul de sollicitation en traction uniaxiale dans la direction horizontale et un calcul de cisaillement plan.

3.1.1.C Modélisations multi-échelles

Comme il a été énoncé précédemment, le calcul en champ complet sur structure où la microstructure serait considérée dans sa totalité est irréaliste. Pour l'étude des matériaux multiphasés, les efforts se concentrent sur les relations entre la microstructure (constituants, morphologie des phases...) et les propriétés macroscopiques, homogénéisées. Ces propriétés effectives moyennes du matériau sont inconnues et constituent la clé pour rendre un calcul de structure possible.

Tout d'abord, deux approches s'opposent dans leur démarche quant à la modélisation : les approches inductive (phénoménologique) et déductive (multi-échelle). La première se fonde sur une étude phénoménologique et la répétition d'expériences, le modèle de comportement (macroscopique) est déterminé dans le cadre de la mécanique des milieux continus pour le matériau d'étude et pour des conditions de sollicitation pertinentes vis-à-vis de son identification. Sa capacité prédictive en est assez limitée. La seconde se nourrit des transitions aux différentes échelles pour rechercher le lien entre le comportement macroscopique et les phénomènes microscopiques. La définition précise de la microstructure (phases en présence, répartitions...) est la clé pour comprendre son influence sur les propriétés globales du matériau. Le formalisme est plus lourd, mais l'approche est plus systématique et ainsi plus prédictive. *In fine*, les résultats obtenus peuvent être comparés aux données expérimentales.

Remarquons qu'une approche inductive permet de déterminer les propriétés mécaniques qui seront utiles à l'échelle microscopique. En effet, les lois de comportement sont obtenues de manière phénoménologique par des essais sur les constituants pris séparément. Bien qu'opposée dans sa démarche, l'approche micro-macro se nourrit de l'approche phénoménologique. Si le matériau d'étude est "figé" (dans sa conception ou son utilisation), la méthode inductive peut s'avérer moins coûteuse et plus immédiate mais dans le cas de la présente étude, plus exploratoire, les méthodes

multi-échelles sont plus appropriées (même s'il ne s'agit pas de méthodes entièrement déductives, comme vu précédemment). Plusieurs familles d'approches sont explorées dans la littérature et sont présentées ci-après sans ce que cela ne constitue un catalogue exhaustif. Le lecteur est invité à lire les travaux de Kanouté *et al.* [Kanouté *et al.*, 2009], Nguyen [Nguyen *et al.*, 2011] ou Böhm [Böhm, 2017] qui regroupent un grand nombre de références. Ces nombreuses stratégies – dites multi-échelles et qui font aussi écho à la nature même du matériau – sont regroupées sous deux grandes classes : les méthodes analytiques ou semi-analytiques et les méthodes numériques (qui sont elles-mêmes pourvues de sous-catégories). Ces classes sont parfois discutables, certaines méthodes pouvant appartenir aux deux à la fois. Initialement établies pour les matériaux linéaires élastiques, nombre d'approches ont été enrichies pour les comportements non-linéaires mais ces déclinaisons ne seront que très peu évoquées.

Méthodes analytiques ou semi-analytiques

Méthodes analytiques

Ces méthodes permettent de déterminer les propriétés effectives d'une cellule élémentaire par la résolution d'un problème analytique (linéaire ou non) sous forme de bornes et estimations du MHE. Les propriétés des constituants sont considérées et une description morphologique (simplifiée) de l'assemblage est donnée. Plus cette description est riche (fraction volumique, répartition, forme, orientation...), plus les bornes ou estimations sont resserrées. Des approches par phases ou par inclusions sont disponibles dans la littérature et sont détaillées dans [Lebail, 2001]. Citons néanmoins les bornes par phase du premier ordre de Voigt et Reuss, les bornes du second ordre de Hashin et Shtrikman [Hashin et Shtrikman, 1963] ou encore l'estimation d'ordre un à partir du problème d'Eshelby [Eshelby, 1957], fondement de nombreuses autres méthodes ([Mori et Tanaka, 1973], [Hill, 1965]...).

Méthodes semi-analytiques

Dvorak [Dvorak, 1992] développe un modèle appelé TFA (Transform Field Analysis) qui permet d'évaluer les champs locaux (microscopiques) et de les relier de manière explicite et directe aux propriétés globales du matériau (macroscopique). Cette méthode a inspiré les travaux de Michel et Suquet [Michel et Suquet, 2003] et le développement de la NTFA (Non-uniform Transform Field Analysis) qui améliore sensiblement les coûts de calculs dans le cas de fortes localisations (dûes aux non-linéarités des matériaux).

Méthodes numériques

Ces méthodes sont dites "complètes" ou à champs complets. Cette fois, la morphologie de la microstructure est directement prise en compte, elle est discrétisée, représentée et différents modèles de comportement sont associés aux phases en présence.

Méthodes fondées sur la FFT

Moulinec et Suquet [Moulinec et Suquet, 1998] proposent ces méthodes qui utilisent une résolution itérative par les transformées rapides des séries de Fourier (FFT, de l'anglais Fast Fourier Transform) d'un calcul (de mécanique, thermique, etc.) sur une microstructure périodique et discrétisée en voxels. L'approche permet de s'affranchir du maillage EF (nécessaire dans le cas d'une méthode fondée sur les éléments finis et parfois délicat à obtenir). La convergence de ces méthodes est liée au contraste entre les phases de la microstructure et nécessite de grandes ressources en mémoire.

Méthodes fondées sur les Éléments Finis

La connaissance de la microstructure du matériau (sa représentation et les lois de comportement de ses constituants) permet d'envisager des calculs Éléments Finis sur des volumes représentatifs. Ainsi, les méthodes intégrées ou séquencées se distinguent et sont illustrées par la figure 3.4. Les premières considèrent un calcul de structure où localement, en chaque point d'intégration, un problème micromécanique est résolu. Le chargement sur la cellule représentative dérive de l'équilibre macroscopique, la réponse du matériau fictif homogénéisé (mésoscopique) est déterminée localement et enrichit la solution macroscopique. Les deux échelles sont calculées simultanément et communiquent. C'est le cas de la méthode EF² (pour éléments finis imbriqués) développée par Feyel *et al.* [Feyel, 1999, Feyel et Chaboche, 2000]. Aucun comportement homogénéisé n'est choisi *a priori* et le passage micro-macro est directement pris en compte par la méthode. Néanmoins cette dernière est très coûteuse (même avec l'apport du calcul parallèle) puisque nécessite de réaliser autant de calculs micromécaniques qu'il y a de points d'intégration dans la structure globale. Elle est envisageable dans le cas d'un matériau périodique (*e.g.* arrangement carré de fibres, comme en figure 3.4) mais n'est pas viable actuellement dans le cas d'une microstructure plus lourde (*e.g.* arrangement irrégulier de dizaines de fibres). D'autres méthodes dites séquencées requièrent de substituer au milieu réel, un milieu fictif, homogène, par une étape intermédiaire. Il s'agit d'identifier une Loi Homogène Équivalente (LHE) associée au MHE sur une base d'essais numériques réalisés sur la microstructure (volume d'étude) pour enfin réaliser un calcul de structure. Contrairement aux méthodes intégrées, il n'y a pas de communication entre les échelles microscopique et macroscopique. Les calculs de micromécaniques doivent être en accord (plages de triaxialité...) avec les sollicitations qui seront rencontrées par le modèle dans le calcul de structure. Citons par exemple les travaux de Cardona [Cardona, 2000], Dirrenberger [Dirrenberger, 2012] ou Iltchev [Iltchev, 2014] qui, entre autres, s'intéressent à l'identification d'un modèle de substitution, une LHE, afin de pouvoir réaliser un calcul de structure *a posteriori*.

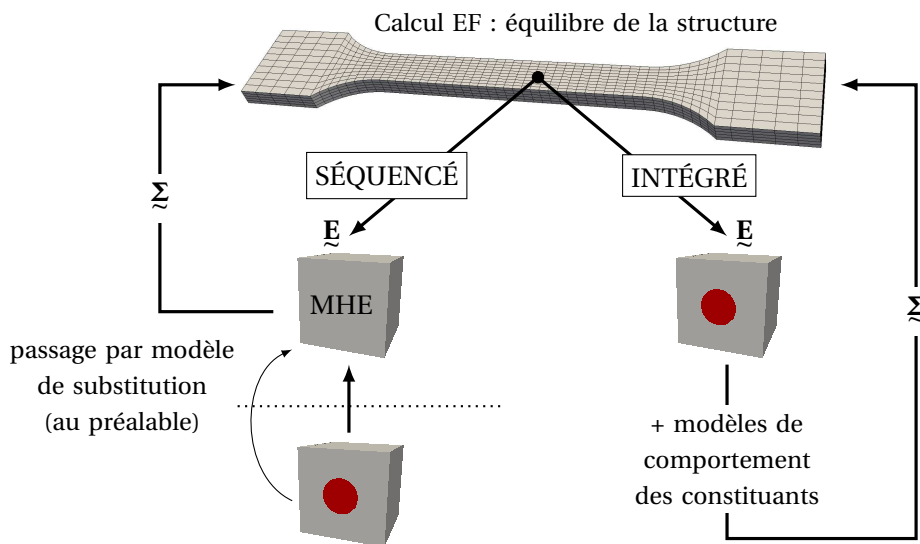


FIGURE 3.4 – Schéma de principe des méthodes intégrée et séquencée dans le cadre d'un calcul Éléments Finis (d'après [Carrère, 2001]).

Étapes de transition d'échelles Bien que les méthodes présentées précédemment soient de nature très différentes, trois étapes sont fondamentales pour l'étude des matériaux hétérogènes multiphasés. Elles sont présentées brièvement dans ce qui suit mais auront leur importance au cours de ce travail.

- ▷ **Représentation** : Cette étape est primordiale, sans quoi la suite devient caduque. Il s'agit de choisir un VER, les modèles de comportement associés aux différents constituants ainsi que les paramètres influents sur le comportement macroscopique du milieu (description de la microstructure *e.g.* fraction volumique, morphologie des phases...).
- ▷ **Homogénéisation** : L'homogénéisation consiste à réaliser une remontée d'échelle, du microscopique au macroscopique. Une approche par modèle de substitution est privilégiée, il s'agit de déterminer un Milieu Homogène Équivalent (MHE) qui aura des propriétés équivalentes à celles du matériau d'étude. Cette étape est réalisée à partir de sollicitations élémentaires et plus exotiques sur la microstructure. Ce passage micro-macro peut être synonyme de perte d'informations locales mais permet *in fine* de réaliser des calculs sur structure.
- ▷ **(Re)localisation** : Le volume d'étude est connu (étape de représentation), tout comme les sollicitations macroscopiques imposées localement sur un calcul de structure (homogénéisation). Le retour macro-micro s'avère intéressant pour déterminer les champs locaux (contraintes, déformations...) microscopiques (par exemple sur une zone particulièrement sollicitée de la structure).

3.1.2 Matériaux composites

Les matériaux composites – appelés aussi simplement composites – sont des matériaux hétérogènes multiphasés dont les phases ont des rôles clés bien distincts. Ils sont constitués au minimum de deux constituants : une phase liante (la matrice) et une phase renforçante (le renfort). L'assemblage confère aux composites des propriétés spécifiques (mécaniques, thermiques...) que ne possèdent pas ses constituants pris séparément. Définir un matériau composite revient, entre autres, à préciser quels sont ses constituants (natures, propriétés...), les interfaces et interphases qui assurent la cohésion du matériau ou encore la microstructure (fraction volumique du renfort, distribution, morphologie...).

Les parties 3.1.2.A et 3.1.2.B sont librement inspirées de l'ouvrage de Berthelot [Berthelot, 2012] que le lecteur est invité à lire pour de plus de précisions. Le propos ci-après est uniquement centré, par choix, sur les composites à renforts fibreux et à matrice organique (CMO) dont la déformation à rupture de la matrice est supérieure à celle des fibres ($\varepsilon_m^R > \varepsilon_f^R$). Ces types de CMO sont de loin les plus utilisés dans l'industrie bien qu'il existe d'autres familles de composites, citons par exemple les composites à matrice métallique (CMM) ou les composites à matrice céramique (CMC).

3.1.2.A Constituants, interface et interphase

Matrice La matrice d'un matériau composite est la phase liante (assurant la forme et la cohésion), elle permet le transfert des charges mécaniques au renfort et assure une fonction de protection vis-à-vis de l'environnement extérieur. Lorsque le matériau est sain (non endommagé), les deux constituants sont parfaitement liés, il ne peut exister ni glissement ni séparation entre eux : les efforts sont intégralement transférés de la matrice au renfort. La matrice doit présenter quelques caractéristiques : être assez déformable, bénéficier d'une bonne compatibilité avec le renfort et d'une masse volumique faible (garantissant des propriétés mécaniques spécifiques élevées).

Les matrices thermoplastiques et les thermodurcissables forment les deux grandes familles de matrices organiques (polymères). Notons que des additifs ou charges peuvent être ajoutés à la formulation des matrices et peuvent remplir des fonctions mécaniques (*e.g.* des charges pour l'amélioration des propriétés, agent de liaison avec le renfort) ou industrielles (*e.g.* agent de démoulage, stabilisant, diminution du coût).

Renfort Le renfort a pour rôle de supporter les efforts mécaniques. Ce renfort peut être constitué de fibres de natures différentes (verre, carbone, lin, chanvre...), de section différentes (de quelques microns à quelques centaines de microns), de longueurs variables (courtes, longues, continues) et sous différents arrangements : fils ou mèches, en supports bidimensionnels (mats, tissus ou mèches) ou tridimensionnels (tresses, tissages volumiques 2.5D, 3D). Les différents renforts répondant à autant de types d'applications et de performances demandées. Aussi, il peut être envisagé dans certains cas, l'emploi de plusieurs types de fibres, les matériaux composites sont alors appelés hybrides. Dans ce qui suit, on ne considèrera qu'un unique type de renfort dans le matériau composite.

Interface et interphase Puisque les efforts mécaniques sont transmis aux fibres par l'intermédiaire de la matrice, il semble primordial d'assurer une bonne liaison entre ces deux constituants, sans quoi le matériau composite perdrait tout son intérêt. Cette liaison est appelée interface ou interphase et a fait l'objet de nombreux travaux. Naturellement, l'échelle d'observation est cruciale lorsqu'il s'agit de ces notions. Elles sont illustrées en figure 3.5.

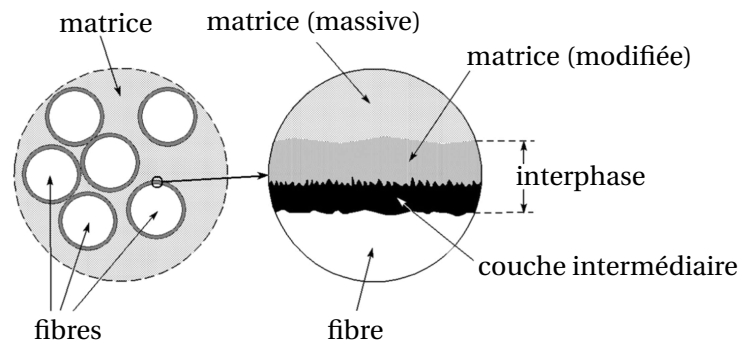


FIGURE 3.5 – Illustrations des interface et interphase (d'après [Cech et al., 2013]).

L'interface fait référence à une couche limite (d'épaisseur nulle) séparant deux corps alors que le concept d'interphase, plus récent, établit l'existence d'une région (d'épaisseur non nulle, de plusieurs nanomètres à quelques micromètres, selon les auteurs) autour des fibres dans laquelle les propriétés de celle-ci peuvent éventuellement être différentes (des fibres et de la matrice massive) [Cech et al., 2013, Joliff et al., 2014, Hardiman et al., 2015]. Il est possible de considérer qu'à la fois l'interface et l'interphase coexistent dans ces matériaux hétérogènes, la première étant associée à l'aire bidimensionnelle de contact entre les deux constituants alors que la seconde est une zone tridimensionnelle et concentrique aux fibres.

Les fibres, après fabrication, subissent des traitements de surface leur permettant, notamment, d'assurer une meilleure liaison (interfaciale) avec la matrice. Il est difficile de prévoir et caractériser les propriétés physico-chimiques de l'interphase étant donné sa faible épaisseur et puisque son existence est fortement conditionnée et dépendante de la transformation du matériau final. Il existe de nombreux essais expérimentaux pour accéder à certaines propriétés interfaciales [Koyanagi et al., 2014] : fragmentation, *pull-out* ou déchaussement d'une microgoutte [Gourier, 2016], *push-out* ou indentation [Bergeret et Krawczak, 2006, Hardiman et al., 2015]. Les interphases et interfaces revêtent une grande importance pour l'industrie et la recherche pour garantir les performances des matériaux composites.

3.1.2.B Les composites unidirectionnels

La présente étude s'intéresse tout particulièrement aux composites unidirectionnels. Comme leur nom l'indique, les fibres sont disposées dans une seule direction. Implicitement, les fibres sont aussi

continues. Dans de nombreuses applications structurelles et industrielles, des plis de composites unidirectionnels sont empilés pour former une structure stratifiée. Les orientations des différentes couches et leurs nombres sont ajustés afin d'obtenir les propriétés mécaniques souhaitées, en accord avec les efforts que doit subir la structure *e.g.* traction et/ou torsion. . .

Échelles d'observation et de chargements De la même manière que précédemment, les trois échelles d'observation associée aux matériaux unidirectionnels sont détaillées ci-dessous.

- ▷ L'échelle macroscopique correspond à celle de la structure, prise dans son ensemble, sans distinction entre les éventuels différents plis.
- ▷ L'échelle mésoscopique coïncide avec l'échelle du pli : les renforts sont alignés dans une seule et même direction mais le matériau est homogène. Les propriétés matérielles sont anisotropes (en particulier, anisotropes transverses). Dans la direction des fibres, la rigidité est bien supérieure à celle des directions transverses ou de cisaillement.
- ▷ L'échelle microscopique est celle des constituants de base, les fibres et la matrice. Les interface et interphases peuvent être aussi prises en compte. Les propriétés matérielles de tous ces éléments doivent constituer des données d'entrée. Ainsi, une coupe transversale avec des renforts de fibres à section circulaire donnera des représentations semblables aux images de la figure 3.6. Remarquons immédiatement que les arrangements de fibres (apportés notamment par les procédés de fabrication), les natures de fibres et leurs dimensions sont bien différents. Pour marquer d'autant plus ces différences, l'illustration 3.6(b) est volontairement choisie hors cadre des CMO, il s'agit d'un CMM où la distribution des fibres est très ordonnée.

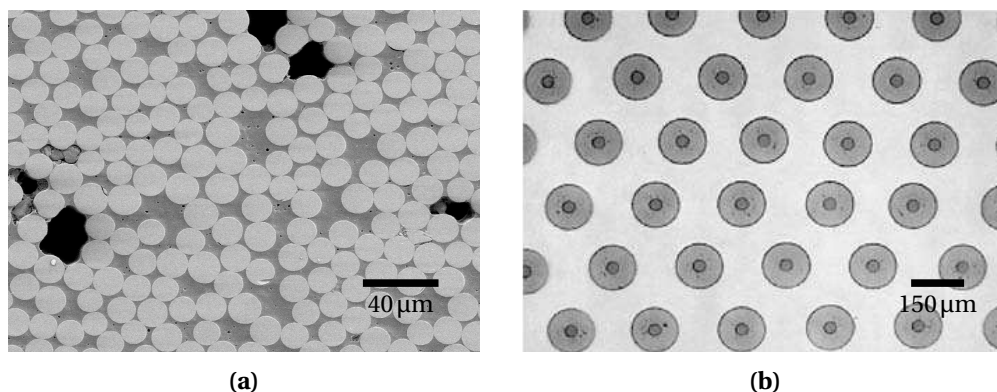


FIGURE 3.6 – *Différentes coupes transversales de matériaux composites unidirectionnels : (a) Matrice polymère Polyamide 6 renforcée de fibres de verre (GF/PA6) [Cayzac, 2014]; (b) Matrice métallique TiAl renforcée de fibres de carbure de silicium (SiC/TiAl), il s'agit d'un CMM [Cantor et al., 2003].*

La séparation des échelles énoncée en relation 3.1 est vérifiée : le pli, d'une épaisseur minimale de l'ordre de 0,1 mm, est constitué au minimum de plusieurs dizaines de fibres dans l'épaisseur tandis que la structure est souvent très grande devant l'épaisseur d'un pli. Pour garantir la relation 3.3, les sollicitations sur les microstructures seront admises comme homogènes.

Généralités sur l'endommagement des CMO Les phénomènes d'endommagement menant à la ruine des matériaux composites unidirectionnels à matrice polymère sont multiples et se manifestent à plusieurs échelles. La littérature est assez dense et unanime sur les différents mécanismes se développant. Reprenons les différents niveaux d'observation pour les détailler. Naturellement, ils

dépendent de la sollicitation appliquée au matériau. Ici, tous les phénomènes sont évoqués mais ils ne sont pas nécessairement présents de manière simultanée.

- ▷ À l'échelle microscopique, la décohésion fibre-matrice peut être observée à l'interface des deux constituants. Les chargements transverses ou de cisaillement – mêmes faibles – peuvent initier ce phénomène. On recense aussi la germination et la croissance de vides dans la matrice et la rupture de fibres. C'est généralement à cette échelle que s'initient les phénomènes d'endommagement.
- ▷ À l'échelle mésoscopique, des fissures intra-laminaires peuvent survenir. Elles sont localisées dans la matrice, de manière parallèle ou perpendiculaire à la direction des fibres, dites longitudinales ou transverses, respectivement.
- ▷ À l'échelle macroscopique, une rupture du matériau est observée mais elle est en réalité le résultat de divers mécanismes qui se sont activés de manière séquentielle ou simultanée au sein du matériau. Précédant la rupture complète, le délaminage peut être observé à cette même échelle, il s'agit d'un phénomène de décollement inter-ply.

La figure 3.7 synthétise et illustre les phénomènes sus-cités aux différentes échelles.

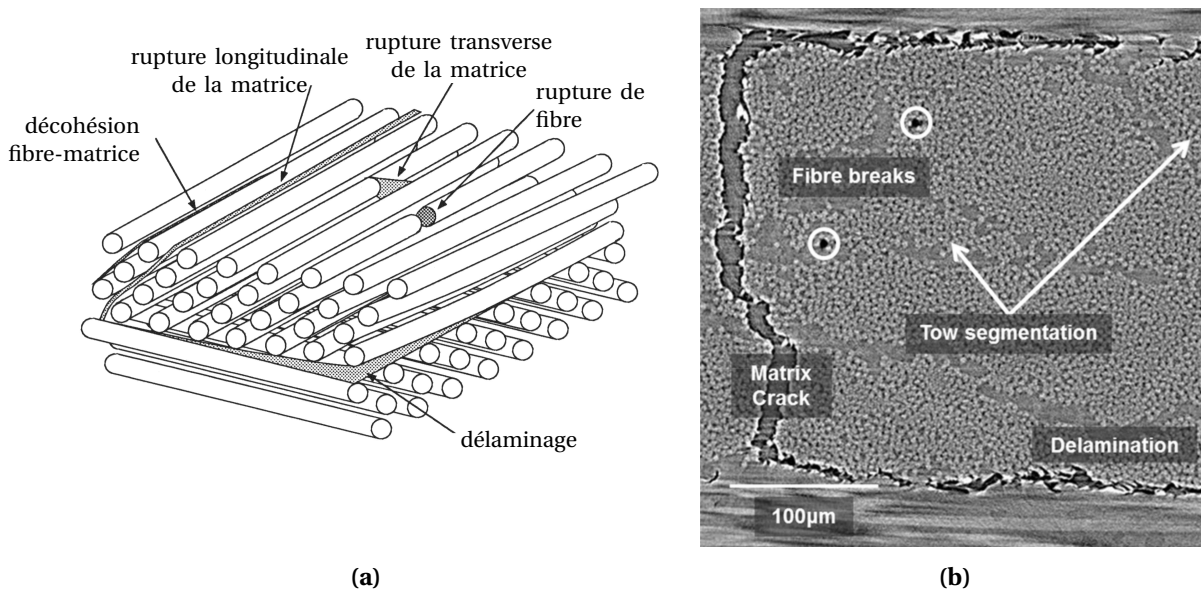


FIGURE 3.7 – (a) Schéma des différents phénomènes d'endommagement pouvant se manifester au cœur d'un composite unidirectionnel (d'après [Berthelot, 2012]); (b) Observations de certains de ces phénomènes en tomographie aux rayons X (d'après [Swolfs et al., 2015]).

Modélisation micromécanique Le besoin de modéliser le comportement (thermo)mécanique des composites et les phénomènes d'endommagement évoqués précédemment nécessite des procédures toujours plus sophistiquées. À l'échelle de la microstructure notamment, plusieurs éléments justifient la complexité de la démarche.

- ▷ La matrice présente généralement un comportement non-linéaire qui dépend du temps, de la température, et est sensible à la pression hydrostatique (régnant entre les fibres) [Asp, 1995, Canal et al., 2009, Canal Casado, 2011, Okabe et al., 2011, Cayzac, 2014, McCarthy et Vaughan, 2015, Bai et al., 2015, Chevalier et al., 2016];

- ▷ Des défauts de fabrication sont inévitablement introduits dans la microstructure : présence de vides de dimension microscopique ou même macroscopique (illustrés par exemple en figure 3.6(a)) ou des désalignements de fibres [Requena *et al.*, 2009, Cayzac, 2014]. Des contraintes résiduelles peuvent exister suite à la mise en forme et sont susceptibles d'altérer la réponse mécanique du composite sous sollicitation [Meurs, 1998, Hojo *et al.*, 2009, Hobbiebrunken *et al.*, 2008, Vaughan et McCarthy, 2011] ;
- ▷ L'arrangement aléatoire des fibres [Asp, 1995, Trias Mansilla, 2005, Melro *et al.*, 2008, Hojo *et al.*, 2009, Vaughan et McCarthy, 2010, Vaughan et McCarthy, 2011, Okabe *et al.*, 2011, Melro *et al.*, 2013] génère de fortes localisations de contraintes et de déformations et des champs multi-axiaux ;
- ▷ Les interfaces fibre-matrice peuvent présenter des caractéristiques différentes [Hobbiebrunken *et al.*, 2006], leur intégrité peut être modifiée au cours du chargement [González et LLorca, 2007, Vaughan et McCarthy, 2011, Ashouri Vajari, 2014, Naya *et al.*, 2015] et l'existence des interphases nécessite une analyse approfondie [Meurs, 1998, Cech *et al.*, 2013, Joliff *et al.*, 2014, Hardiman *et al.*, 2015].

La connaissance des constituants (modèle de comportement) et de leur association au sein du composite (fraction volumique, morphologie, interfaces...) permet d'étudier les grandeurs locales (e.g. contraintes, déformations, développement de l'endommagement) et de comprendre la réponse macroscopique du milieu. Ce travail s'effectue souvent au prix de certaines hypothèses simplificatrices détaillées, pour cette étude, en partie 3.2.3.

Nombreuses sont les équipes de recherche qui se sont intéressées aux réponses locales par une modélisation micromécanique. Citons par exemple, les travaux de Melro, Camanho et Pinho [Melro *et al.*, 2008, Melro *et al.*, 2012, Pinho *et al.*, 2012, Melro *et al.*, 2013, Melro, 2013, Bai *et al.*, 2015] Vaughan et McCarthy [Vaughan et McCarthy, 2010, Vaughan et McCarthy, 2011, McCarthy et Vaughan, 2015], Hobbiebrunken *et al.* [Hobbiebrunken *et al.*, 2006, Hobbiebrunken *et al.*, 2008, Hojo *et al.*, 2009] (avec, notamment, une composante importante en expérimental à l'échelle de la microstructure) et l'équipe LLorca, González et Segurado [Segurado et LLorca, 2002, González et LLorca, 2007, Totry *et al.*, 2008a, Totry *et al.*, 2008c, Totry *et al.*, 2008b, Canal *et al.*, 2009, Totry *et al.*, 2009, Totry *et al.*, 2010, Canal Casado, 2011, Ashouri Vajari, 2014, Naya *et al.*, 2015, Herráez *et al.*, 2015, Herráez *et al.*, 2016, Naya *et al.*, 2017, González *et al.*, 2017] (ces travaux seront évoqués plus en détail au chapitre 4).

La direction longitudinale (aux fibres) d'un matériau composite constitue la direction privilégiée des efforts dans une structure qui exploite au mieux les propriétés de celui-ci. Néanmoins, les déformations et contraintes qui sont générées localement sont multi-axiales. Les fibres vont entraîner des concentrations de déformations et de contraintes, lesquelles ne sont pas négligeables. Les étudier nécessite de considérer une microstructure représentative, d'où le nombre important de travaux sur le sujet, et l'intérêt porté à la notion de VER (traité en partie 3.1.3). Bien comprendre et modéliser les phénomènes à l'échelle microscopique permet de remonter au comportement mécanique macroscopique, primordial pour le calcul de structure.

3.1.2.C Enjeux et essor des matrices thermoplastiques

Point de vue industriel Aujourd'hui, les matériaux composites à résines thermodurcissables sont majoritairement utilisés dans les industries de pointe telles que l'aéronautique ou l'automobile. Néanmoins, les composites à matrices thermoplastiques représentent un intérêt grandissant pour ces mêmes industries sus-citées, et ce pour plusieurs raisons [DIRECCTE, 2014] :

- Les propriétés inhérentes aux matrices thermoplastiques sont un atout, ils présentent une meilleure absorption aux vibrations et aux chocs que les résines thermodurcissables ;

- Les matrices thermoplastiques se conservent à température ambiante et pour une durée illimitée (sous forme de granulés ou poudres) avant leur mise en œuvre alors que les résines thermodurcissables doivent être stockées à -18°C pendant au maximum quelques mois ;
- Les possibilités de mises en œuvre sont aussi plus variées avec notamment le thermosoudage, les temps de cycles sont plus courts pour les matrices thermoplastiques (la polymérisation est plus rapide), les outils de mises en œuvre peuvent être nettoyés sans solvant ni composé organique volatil ;
- Enfin, dernier argument capital pour diminuer l'impact environnement des pièces fabriquées : les matrices thermoplastiques peuvent être recyclées (une fois séparées des renforts).

Notons que le prix des matières premières (plus élevé pour les matrices thermoplastiques) constitue un frein au développement de ce type de polymère dans les matériaux composites à fibres continues et que plusieurs verrous technologiques doivent encore être levés tels que le manque de recul sur le vieillissement ou la reproductibilité de la mise en œuvre en cadence rapide (comme c'est le cas dans l'industrie automobile par exemple).

Cinétiques de rupture Au-delà des considérations industrielles, il existe une réelle différence de comportement à rupture entre matériaux composites à matrices thermoplastique et thermodurcissable. C'est l'objet de la figure 3.8 tirée des travaux de thèse de Cayzac [Cayzac, 2014]. Les joncs pultrudés présentent les mêmes renforts unidirectionnels (fibres de carbone) mais des matrices différentes (une résine thermodurcissable époxy et une matrice thermoplastique PA6). Ils sont soumis à un essai de compression diamétrale sous les mêmes conditions expérimentales. Le comportement à rupture du jonc à matrice époxy est très fragile tandis que celui à matrice PA6 est de type ductile. La fissuration progressive peut être observée en figure 3.8(a) (et a été appuyée par des observations en tomographie aux rayons X sur des essais *ex situ*) alors qu'elle est soudaine et brutale en figure 3.8(b).

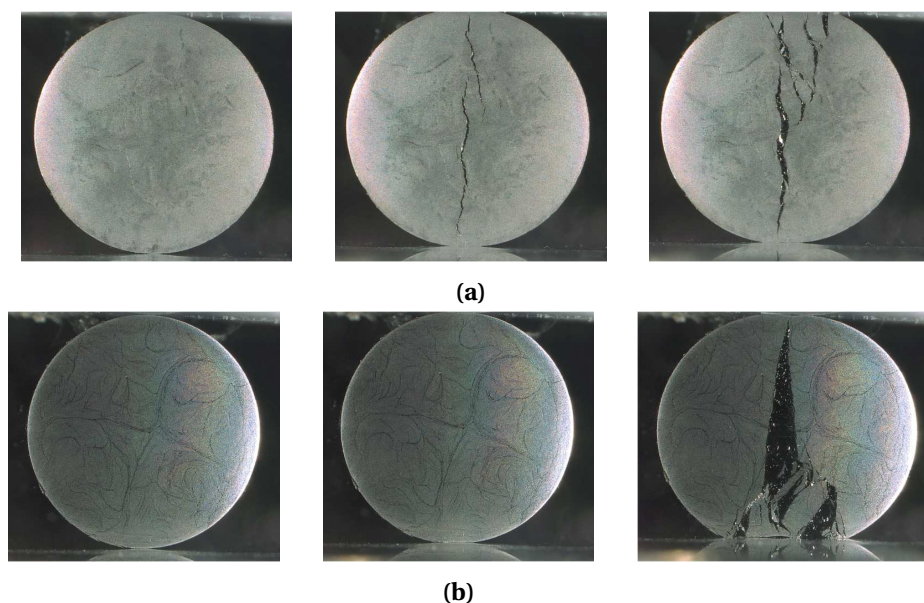


FIGURE 3.8 – Cinétiques de rupture en compression diamétrale de deux composites : (a) Matrice polymère thermoplastique Polyamide 6 renforcée de fibres de carbone (CF-PA6); (b) Matrice polymère thermodurcissable époxy renforcée de fibres de carbone (CF-EP); d'après [Cayzac, 2014].

Ce résultat peut, toutefois, être la combinaison de plusieurs facteurs : une meilleure adhésion fibre/matrice dans le cas du composite à matrice thermoplastique et l'expression des caractéristiques mécaniques propres à chaque matrice. Les différences de comportement mécanique entre composites à matrice thermoplastique ou thermodurcissable ont néanmoins été apportées par différents travaux. Lafarie-Frenot et Touchard [Lafarie-Frenot et Touchard, 1994], Lachaud et Michel [Lachaud et Michel, 1997], ou plus récemment, les travaux de thèse de Aucher [Aucher, 2009] montrent – tout particulièrement sous sollicitation de cisaillement – que peu de phénomènes de délaminage sont observés dans le cas des composites à matrice thermoplastique. Les matrices thermoplastiques permettent des déformations plus importantes et un endommagement plus progressif (notamment grâce à leur ductilité). Les résines thermodurcissables présentent une résistance plus faible au cisaillement. C'est aussi ce qui est illustré, en figure 3.8, par la comparaison entre les joncs CF-PA6 et CF-EP sous compression diamétrale.

Matrice thermoplastique et modélisations micromécaniques Rares sont les études qui s'intéressent à la fois aux microstructures (caractère aléatoire de la distribution de fibres) et à une matrice thermoplastique [Totry *et al.*, 2008c]. La littérature est en revanche bien plus dense lorsqu'il est question de résines thermodurcissables et de calculs micromécaniques (références du paragraphe 3.1.2.B). La spécificité des travaux de thèse de Cayzac [Cayzac, 2014] réside donc dans une représentation fidèle de la microstructure et l'utilisation d'un modèle de comportement poroviscoplastique de la matrice pour prendre en compte les phénomènes locaux d'endommagement entre les fibres. La présente étude se situe donc dans le prolongement des travaux de Cayzac.

3.1.3 Volume Élémentaire Représentatif

Volontairement, dans ce qui suit, les propos seront centrés et illustrés essentiellement sur les matériaux composites CMO et, plus spécifiquement, unidirectionnels. Dans une approche multi-échelle, la description et représentation fine de la microstructure est une étape clé. Voyons comment définir cette notion à la lumière des différents auteurs.

3.1.3.A Définitions

Rappelons que l'objectif de définir le concept de Volume Élémentaire Représentatif (VER ou RVE voire REV en anglais) tient du fait que la recherche des propriétés effectives d'un matériau hétérogène contraint à choisir un volume d'étude. Comment choisir ses dimensions ? Quels calculs réaliser et quelles conditions aux limites lui appliquer ?

Cette section s'intitule *Définitions*, le pluriel a toute son importance. La littérature est très dense à ce sujet pour une raison simple : la notion de VER cache nécessairement une grandeur "objectif" à calculer. Il y a donc, *a priori*, autant de VERs pour un matériau choisi qu'il y a de propriétés à déterminer. En d'autres termes, pour un même matériau, rien ne justifie que le VER pour le module élastique soit le même que celui associé au coefficient de diffusion thermique. De plus, les auteurs s'intéressent à différents matériaux, différentes propriétés et méthodes d'analyse, ce qui explique qu'ils ne soient pas unanimes. Les dimensions des VERs préconisés dans la littérature diffèrent de plusieurs ordres de grandeurs puisqu'ils dépendent de la fraction volumique du matériau, du contraste de propriétés entre les différents constituants ou encore des phénomènes considérés.

Premières définitions Hill introduit en 1963 [Hill, 1963] le concept de VER en énonçant deux critères : d'une part, le volume considéré doit contenir assez d'information statistique sur le matériau (hypothèse d'ergodicité évoquée au paragraphe 3.1.4.A) et d'autre part, la réponse effective doit nécessairement être indépendante des conditions aux limites utilisées. Hashin [Hashin, 1983] partage

cette définition mais y ajoute une contrainte dimensionnelle – ledit principe MMM (micro-meso-macro) – la séparation des échelles (donnée en relation 3.1) doit être vérifiée, la dimension du VER doit être l , la dimension caractéristique de l'échelle mésoscopique. Néanmoins, il n'est pas toujours évident d'avoir un volume représentatif (expérimentalement par exemple), dans ce cas les résultats sont des propriétés apparentes et non plus effectives. Huet [Huet, 1990] propose d'encadrer les propriétés effectives par l'utilisation de conditions aux limites différentes appliquées sur des volumes plus petits que le VER recherché. Ostoja-Starzewski [Ostoja-Starzewski, 2006] partage les premières définitions de Hill et Hashin auxquelles l'auteur ajoute que l'existence du VER nécessite deux conditions supplémentaires : le volume doit être périodique (géométriquement) et doit présenter un très grand nombre d'hétérogénéités. Alors que certains auteurs préconisent l'utilisation de grands volumes afin de garantir que les propriétés apparentes soient indépendantes des conditions aux limites appliquées (et ainsi obtenir les propriétés effectives) [Sab, 1992], d'autres jugent que le VER est le plus petit volume tel que les propriétés effectives sont déterminées avec une erreur maîtrisée (tout en considérant que la mesure exacte est connue) [Drugan et Willis, 1996].

Vers des définitions quantitatives Drugan et Willis [Drugan et Willis, 1996] sont les premiers auteurs à évoquer une dimension de VER dépendante de la précision de la mesure souhaitée. D'autres travaux se démarquent dans cette voie en élaborant divers critères sur les propriétés mesurées (*e.g.* modules d'élasticité, de cisaillement) où le nombre d'hétérogénéités suffisantes dans le volume étudié est fixé. Le critère peut porter sur la stabilité de convergence de la propriété moyenne calculée [Gitman *et al.*, 2007], sur le lemme de Hill-Mandel (défini au paragraphe 3.1.1.B) [Ostoja-Starzewski, 2006] ou encore sur la convergence des champs locaux de contraintes ou de déformations [Trias Mansilla, 2005].

La dimension du VER étudié augmenterait avec la non-linéarité du comportement considéré d'après certains auteurs [Idiart *et al.*, 2006, Gitman, 2006, Gitman *et al.*, 2007]. D'ailleurs, Gitman *et al.* [Gitman, 2006, Gitman *et al.*, 2007] expliquent que le VER peut ne plus exister dans le cas de fortes localisations, le volume d'étude n'a alors plus de valeur "représentative" mais peut tout de même être utilisé pour poursuivre les calculs micromécaniques. Les travaux de Kanit *et al.* [Kanit *et al.*, 2003, Kanit, 2003] sont tournés vers une vision résolument quantitative de la notion de VER : il doit garantir une certaine précision de la grandeur mesurée. L'utilisation de plus petits volumes d'intérêt est permise (d'ailleurs plus intéressants d'un point de vue pratique pour réaliser de nombreux calculs) mais nécessite plusieurs réalisations dont le nombre est défini par la méthode. Le critère quantitatif est fondé sur la notion de "portée intégrale" qui sera abordée par la suite (partie 3.1.4).

Enfin, Povirk [Povirk, 1995] enrichit la notion de VER en ajoutant une information sur la micro-structure étudiée. En effet, il n'y a pas unicité du VER mais la distribution spatiale des deux phases en présence peut être quantifiée à l'aide de paramètres géométriques et de descripteurs. Nombre d'auteurs ont œuvré dans cette voie [Zeman, 2003, Pyrz, 2004, Trias Mansilla, 2005, Melro *et al.*, 2008, Liu et Ghoshal, 2014, McCarthy et Vaughan, 2015], certains seront présentés à la section consacrée aux descripteurs morphologiques.

3.1.3.B Génération de microstructures

Objectifs Puisqu'il est possible de sélectionner un sous-volume d'un matériau considéré afin d'en déterminer ses propriétés effectives, l'objet de cette section est, justement, dédié à l'obtention de microstructures représentatives maillées. Pour rappel, l'objectif final est de réaliser des calculs par la méthode des Éléments Finis sur cette microstructure (bien qu'il existe d'autres méthodes *e.g.* analytiques ou FFT).

Deux possibilités sont néanmoins viables pour avoir *in fine* une microstructure maillée. La première est directe mais peut être coûteuse en temps, elle consiste à digitaliser par analyses d'images

des clichés obtenus par microscopie (optique, MEB) voire même par tomographie, d'une section de composite [Trias Mansilla, 2005, Hojo *et al.*, 2009, Cayzac, 2014]. La seconde réside dans la génération purement numérique de microstructures aléatoires qu'il ne reste plus qu'à mailler par la suite. Cette dernière méthode – au cœur de nombreux travaux cités ci-après – permet de générer à loisir et avec quelques paramètres des cellules représentatives et équivalentes de la microstructure réelle. Les conditions d'équivalence avec le milieu réel sont capitales, elles sont abordées dans le détail (voir partie 3.3.2).

État de l'art La section transverse d'un composite UD présente une distribution de disques sans chevauchement (comme illustrée en figure 3.6). Seule la génération de microstructures 2D est évoquée mais celle-ci peut être assez facilement étendue au cas 3D.

Générer des microstructures requiert deux conditions : les disques ne peuvent s'intersecter et une certaine fraction volumique (ou surfacique dans le cas de composites UD) doit être atteinte. Les modèles les plus immédiats et communs sont les algorithmes de type Random Sequential Adsorption (RSA) et Strauss *hard-core*. Ils ont néanmoins le défaut de ne pas permettre la génération de cellules à fort taux volumique de renfort, limité initialement et respectivement à 30% et 55% [Feder, 1980, Buryachenko *et al.*, 2003]. Certains auteurs [Segurado et LLorca, 2002, Kari *et al.*, 2007] ont tenté d'améliorer ces algorithmes, au prix d'importants temps de calculs pour une fraction volumique qui culmine à 60%.

Plusieurs auteurs se sont particulièrement intéressés aux fractions volumiques plus élevées, habituellement rencontrées pour des composites UD. Par exemple, Desmond et Weeks [Desmond et Weeks, 2009] ont proposé un modèle qui consiste à confiner des disques entre deux plans mobiles jusqu'à obtenir la fraction volumique désirée. Ou encore, Wongsto et Li [Wongsto et Li, 2005], présentent une méthode de perturbation en partant d'un arrangement régulier (et donc éventuellement d'une fraction volumique importante). Melro *et al.* [Melro *et al.*, 2008] ont généré des microstructures jusqu'à des fractions volumiques de 70% en associant les deux modèles précédemment évoqués. Vaughan et McCarthy [Vaughan et McCarthy, 2010] ont développé un modèle appelé *NNA* (de *Nearest Neighbour Algorithm*) construisant de proches en proches un arrangement aléatoire où les distributions de distances entre fibres sont pertinentes (vis-à-vis de celles déterminées expérimentalement sur la microstructure réelle) et la périodicité de la cellule est assurée. La méthode utilisée permet de générer des cellules avec une fraction volumique de fibres de l'ordre de 60%.

Enfin, Lubachevsky et Stillinger [Lubachevsky et Stillinger, 1990, Lubachevsky, 1991] ont développé un algorithme fondé sur la dynamique moléculaire. Des disques, initialement de rayon nul (*i.e.* des points), sont distribués sur une surface. Ils sont mis en mouvement et les rayons augmentent au cours du calcul. Les disques peuvent rentrer en choc élastique entre eux (l'énergie cinétique n'est pas conservée puisque les rayons des disques changent [Lubachevsky et Stillinger, 1990]) et la périodicité de la cellule est gérée lors de toute collision d'un disque avec une frontière de la surface. Cette méthode peut être utilisée pour générer des microstructures 2D (disques sur une surface) ou 3D (sphères dans un volume) allant jusqu'au compactage dense maximal théorique ($\nu = \frac{\pi}{2\sqrt{3}} \simeq 0,9069$ soit plus de 90% en 2D et $\nu = \frac{\pi}{3\sqrt{2}} \simeq 0,7404$ en 3D) et ce, avec des calculs relativement rapides. De plus, cet algorithme présente la particularité très intéressante de construire des cellules géométriquement périodiques. Ghossein et Lévesque ont récemment implémenté le code sous MATLAB® en trois dimensions dans leurs travaux [Ghossein et Lévesque, 2012]. C'est ce dernier développement qui a servi de point de départ pour la génération de VER dans la présente étude.

Enfin, deux choses sont à noter :

- ▷ Ces cellules ainsi générées ne sont pas nécessairement représentatives. Il sera possible de créer un certain nombre de cellules puis de choisir ensuite – à l’aide de descripteurs – la ou les cellules effectivement représentatives. C’est la méthode qui a été utilisée dans cette étude. D’autres auteurs se sont attachés à générer directement par optimisation une cellule virtuelle statistiquement représentative par rapport à des critères géométriques déterminés au préalable expérimentalement. C’est le cas des travaux de Zeman [Zeman et Šejnoha, 2001, Zeman, 2003] où la microstructure est optimisée sur une fonction de probabilité à 2 points ou Couégnat [Couégnat, 2008] sur une fonction de covariance.
- ▷ Les cellules générées doivent être maillées afin de réaliser des calculs micromécaniques. C’est un sujet non trivial et chaque auteur utilise sa propre démarche, la procédure développée est présentée au paragraphe 3.3.1.B.

Périodicité de la cellule et conditions aux limites périodiques Parmi les différentes conditions aux limites citées précédemment au paragraphe 3.1.1.B, les conditions aux limites périodiques sont celles qui garantissent une convergence rapide des propriétés apparentes vers les propriétés effectives d’une cellule. La figure 3.9 illustre ce propos sur le module élastique, remarquons aussi que les intervalles de confiance $[\bar{Z} - 2D_Z, \bar{Z} + 2D_Z]$ (où Z représente les modules apparents, \bar{Z} la valeur moyenne et D_Z^2 la variance) sont plus petits quelle que soit la dimension du VER [Kanit, 2003]. Ce résultat de Kanit [Kanit, 2003], en figure 3.9, prouve aussi que les conditions aux limites KUBC (respectivement, SUBC) donnent des propriétés apparentes supérieures (respectivement, inférieures) aux propriétés effectives attendues, comme avancé au paragraphe 3.1.1.B.

Bien que les conditions aux limites ne soient entièrement rigoureuses que dans le cas d’une cellule périodique (géométriquement parlant : tout disque sur une frontière doit apparaître sur la face opposée), il est possible de solliciter un volume non périodique avec des conditions aux limites périodiques [Terada *et al.*, 2000, Kanit *et al.*, 2003, Nguyen *et al.*, 2012] non sans difficultés (VER plus grand, maillage périodique ou méthodes plus sophistiquées). En particulier, dans le cas d’un essai de cisaillement, la non-périodicité de la cellule entraîne une forte dispersion des propriétés mesurées (et requiert d’augmenter la taille du VER pour une précision donnée) [Gitman *et al.*, 2007]. Ainsi, il semble plus pertinent de générer directement des microstructures géométriquement périodiques et réaliser des calculs avec des conditions aux limites périodiques.

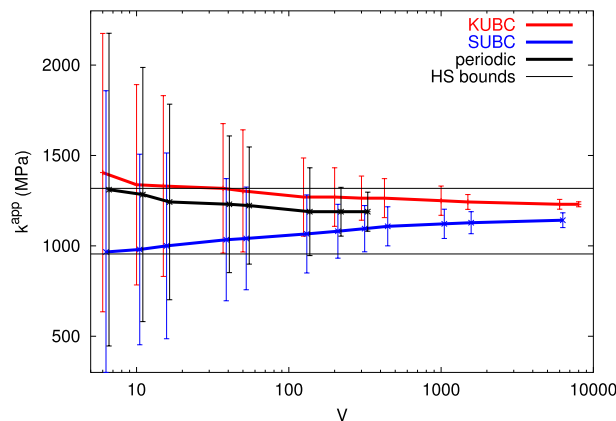


FIGURE 3.9 – Valeurs moyennes et leurs intervalles de confiance $[\bar{Z} - 2D_Z, \bar{Z} + 2D_Z]$ pour le calcul du module de compressibilité apparent (k^{app}) pour les trois types de conditions aux limites (cas d’un volume biphasé avec un pavage de Voronoï) [Kanit, 2003].

3.1.3.C Descripteurs morphologiques

La fraction volumique est le premier descripteur trivial qui vient à l'esprit mais de nombreux autres outils sont disponibles dans la littérature pour décrire une microstructure. Pyrz en fait une synthèse très complète dans le chapitre [Pyrz, 2004] ou encore Melro dans ses travaux de thèse [Melro, 2013]. Il s'agit de quantifier le désordre, décrire l'organisation des fibres au sein de la matrice (la morphologie *e.g.* distributions des diamètres de fibres, présence ou non de clusters de fibres...). Notons que ces descripteurs sont aussi bien identifiables sur une microstructure réelle que virtuelle et permet ainsi de déterminer si la dernière est représentative de la première.

Plusieurs familles de descripteurs existent. Les descripteurs du premier ordre s'intéressent à la dispersion de différentes grandeurs quantifiables au sein de la microstructure (*e.g.* rayons des fibres, distances inter-fibres). Les descripteurs du second ordre caractérisent les relations éventuellement existantes entre fibres à certaines distances (*e.g.* distances de corrélation). De ces deux familles, certains descripteurs sont détaillés ci-après à travers la comparaison de quatre cellules générées et illustrées en figure 3.10 (ces dernières pourraient être représentatives d'un matériau étudié). Toutes ces cellules présentent une fraction volumique de 60% et les fibres ont le même rayon, égal à une unité de longueur. Les trois premières cellules (3.10(a), (b) et (c)) de 56 fibres se distinguent par la plus petite distance permise entre fibres. Elles ont été générées avec une distance inter-fibres minimale croissante : lorsque celle-ci augmente, la microstructure s'ordonne pour tendre vers un arrangement hexagonal (très utilisé dans la littérature [Asp, 1995, Böhm et Rammerstorfer, 1995, Li, 2001, Matsuda *et al.*, 2003, Wongsto et Li, 2005, Huang *et al.*, 2008, Hojo *et al.*, 2009, Okabe *et al.*, 2011, Melro *et al.*, 2012]). Ces premières microstructures permettent de voir comment les descripteurs évoluent progressivement d'un arrangement aléatoire vers un motif hexagonal. La quatrième cellule est un autre motif classique, il s'agit de l'arrangement carré [Asp, 1995, Böhm et Rammerstorfer, 1995, Terada *et al.*, 2000, Li, 2001, Šejnoha et Zeman, 2002, Wongsto et Li, 2005, Huang *et al.*, 2008]. Les descripteurs permettent de caractériser l'organisation de ces cellules. Sans voir ces microstructures au préalable, il serait alors possible d'en deviner l'organisation avec ces descripteurs : c'est ce que ces figures et exemples de descripteurs entendent illustrer. Tous les descripteurs sont enfin regroupés et présentés sur une double page en annexe A (figures A.1 et A.2).

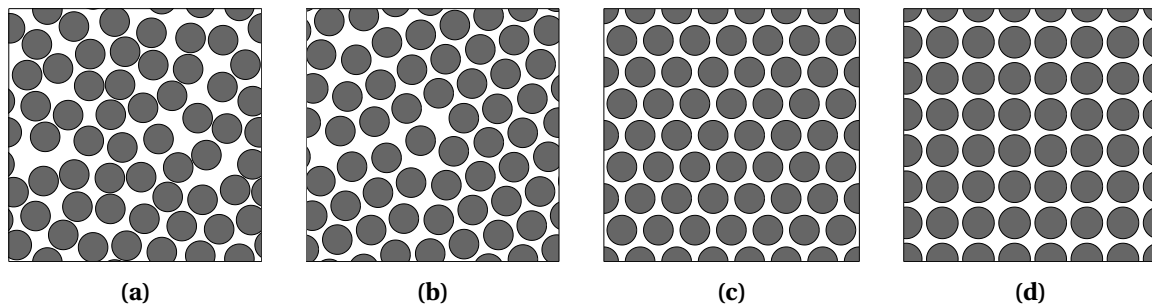


FIGURE 3.10 – Cellules choisies pour mettre en évidence les descripteurs morphologiques avec notamment les motifs (c) hexagonal et (d) carré.

Descripteurs du premier ordre

Distribution cumulée ou fonction de densité de probabilité des rayons des fibres

Ce descripteur consiste à déterminer les rayons des fibres observées dans la microstructure. Naturellement, à partir de l'observation de la microstructure réelle du matériau jusqu'à l'obtention

des données sur les fibres individualisées (positions, rayons, circularité...), un traitement d'image sera nécessaire.

Puisque les microstructures illustrées en figure 3.10 présentent des rayons identiques pour toutes les fibres, aucun graphique n'est illustré (ne montrerait qu'un pic).

Distribution cumulée ou fonction de densité de probabilité des distances et orientations des premiers voisins

En connaissant la position des fibres donc des centres de celles-ci, il est possible de réaliser une triangulation de Delaunay à partir de ces points. Ainsi, la distance aux premiers voisins est accessible pour chaque fibre : ce sont les points directement connectés par un unique segment. La méthode permet aussi de caractériser la distance réelle entre fibres par la connaissance des rayons considérés. La distance aux premiers voisins est un élément essentiel à caractériser dans une cellule puisque l'amorçage de l'endommagement dans les composites se situera principalement dans les zones où la matrice est confinée, entre deux fibres très proches. C'est bien ce qu'a notamment montré Cayzac dans ses travaux [Cayzac, 2014] et tous les auteurs sont unanimes sur le sujet. La distance à la deuxième (voire troisième) plus proche fibre voisine est un critère important aussi étudié par plusieurs auteurs [Melro *et al.*, 2008, Vaughan et McCarthy, 2010]. Si seulement quelques valeurs discrètes peuplent la distribution de distances, la microstructure est régulière (arrangement carré, hexagonal...). Ces descripteurs peuvent aussi mettre en évidence la présence de clusters de fibres [Ghosh, 2011].

Les orientations des plus proches fibres voisines constituent un paramètre pertinent, notamment vis-à-vis de l'axe de chargement [Axelsen, 1995, Matsuda *et al.*, 2003, Hojo *et al.*, 2009]. On appelle orientation, l'angle formé par les centres des plus proches fibres voisines considérées par rapport à une référence et dans le sens trigonométrique ou horaire. Si l'arrangement est hexagonal, seules six orientations seront possibles. Si l'arrangement est aléatoire, la distribution des plus proches fibres voisines sera répartie sur l'intervalle de valeurs de 0 à 360°.

Tout d'abord, les densités de probabilité (distance de la première fibre voisine, orientations des premières fibres voisines ou aires de polygones de Voronoï ci-après) sont illustrées par des barres (de couleur rouge pâle) auxquelles sont ajoutées la courbe d'estimation par noyau gaussien (rouge vif, qui est plus facile à comparer avec une autre distribution) et la fonction de distribution cumulative (FDC, en bleu). La fonction de distribution cumulative dans le cas d'un pic de Dirac n'est pas affichée dans ce qui suit, elle serait sous forme d'une marche.

Dans les exemples choisis, une densité de probabilité de la distance des premiers voisins sous forme d'un pic de Dirac est le signe d'un arrangement régulier (3.11(c) et (d)). Au contraire, lorsque la distribution est étendue, l'arrangement est vraisemblablement irrégulier. Les différences sont clairement visibles et évoluent progressivement d'un arrangement aléatoire à un motif hexagonal sur les figures 3.11(a) à (c).

Les distributions cumulées et fonctions de densité de probabilité des orientations des premiers voisins pour les quatre cellules exemples sont données en figure 3.12. La fonction de distribution cumulative est symptomatique de l'arrangement. Si cette courbe est quasi-linéaire (la densité de probabilité est chaotique) et les voisins ne sont pas orientés préférentiellement (3.12(a) et (b)). Au contraire, lorsque cette FDC tend vers une courbe en escalier (la densité de probabilité est en peigne), la microstructure s'organise et les voisins se trouvent alors à des orientations spécifiques (3.12(c) et (d)). La cellule de référence hexagonale (respectivement, carrée) montre ce résultat : les fibres voisines d'une fibre centrale sont disposées à 60° les unes des autres (respectivement, à 90°).

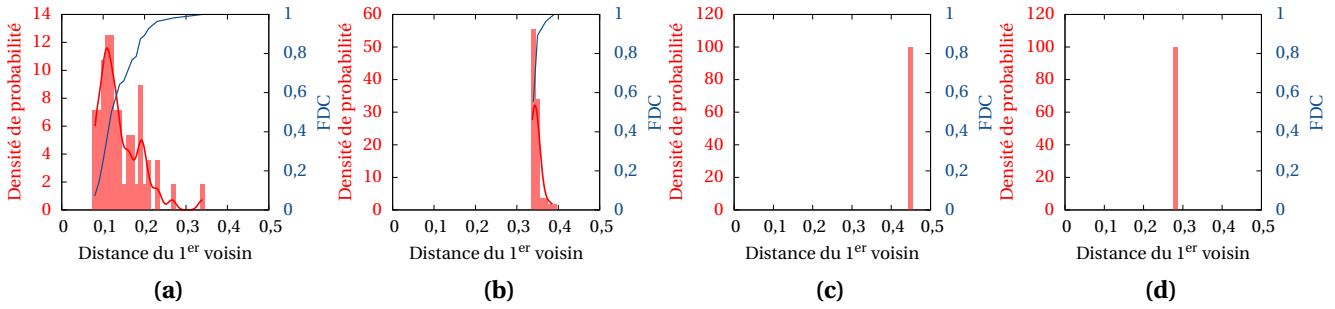


FIGURE 3.11 – Distributions cumulées et fonctions de densité de probabilité des distances aux premiers voisins pour les cellules de la figure 3.10.

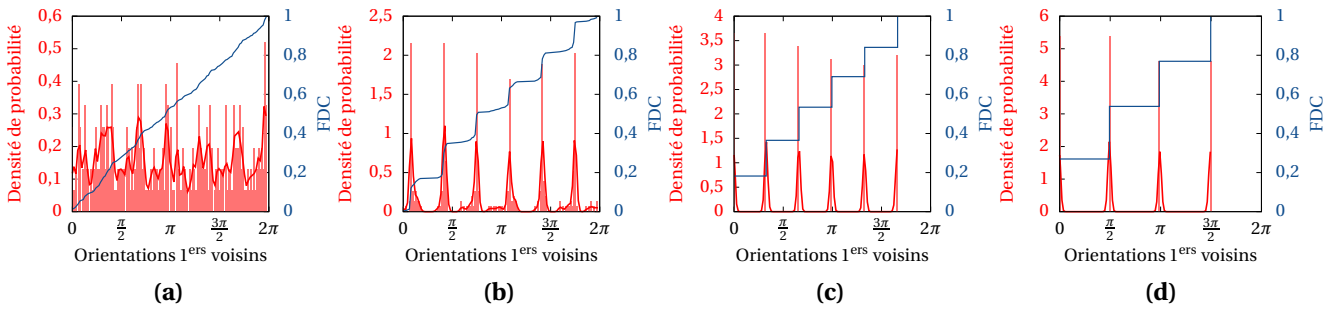


FIGURE 3.12 – Distributions cumulées et fonctions de densité de probabilité des orientations des premiers voisins pour les cellules de la figure 3.10.

Distribution cumulée ou fonction de densité de probabilité des aires de Voronoï

De même qu'il était possible de faire une triangulation de Delaunay, ici un pavage de Voronoï est réalisé à partir des centres des fibres. L'aire de chaque polygone ainsi défini est calculée. La distribution cumulée de ces aires permet de caractériser le désordre ou l'arrangement régulier de la microstructure. De même que pour les distances des premiers voisins, peu de valeurs d'aires de Voronoï signifie que la microstructure présente un motif régulier [Melro *et al.*, 2008, Ghosh, 2011, Romanov *et al.*, 2013, Liu et Ghoshal, 2014].

Comme précédemment (figure 3.11), si la distribution présente un unique pic, il s'agit d'un arrangement très régulier de la microstructure : ce qui est bien le cas pour les arrangements en figures 3.10(c) (hexagonal) et 3.10(d) (carré). Une distribution plus étendue rend compte d'un arrangement aléatoire de la microstructure (voir 3.13(a) et (b)).

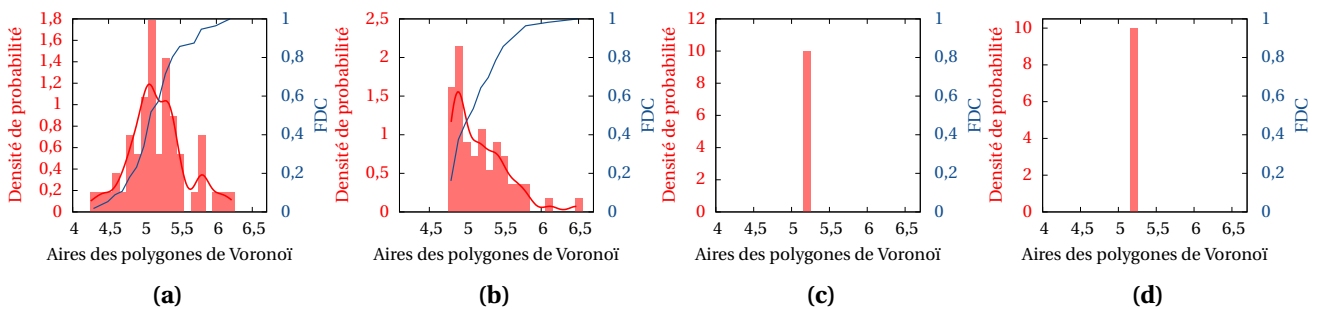


FIGURE 3.13 – Distributions cumulées et fonctions de densité de probabilité des aires des polygones de Voronoï pour les cellules de la figure 3.10.

Voyons à présent les descripteurs du second ordre.

Descripteurs du second ordre

Fonction K de Ripley

Descripteur du second ordre le plus riche en information [Pyrz, 1994b], la fonction de Ripley (appelée aussi fonction K de Ripley [Ripley, 1977]) permet de décrire l'arrangement, non plus du voisinage immédiat de chaque fibre, mais en fonction d'une distance. La fonction $K(r)$ se définit comme le nombre moyen de points contenus dans un cercle de rayon r centré sur un point de la distribution, choisi arbitrairement, divisé par le nombre de points par unité de surface. L'expression de $\hat{K}(r)$, donnée par la relation 3.7 permet notamment de prendre en compte les effets de bords [Dixon, 2002]. Remarquons que pour les VERs de petites dimensions (respectivement à celles des fibres), les effets de bords seront d'autant plus marqués, d'où l'intérêt de les prendre en compte.

$$\hat{K}(r) = \frac{A}{N^2} \sum_{i=1}^N \sum_{\substack{j=1 \\ j \neq i}}^N \frac{I(d_{ij} \leq r)}{w(l_i, l_j)} \quad (3.7)$$

où :

- A : aire de la cellule considérée ;
- N : nombre total de points (fibres) ;
- d_{ij} : distance entre les points (centres des fibres) i et j ;
- $I(\cdot)$: fonction indicatrice, vaut 1 si la condition entre les parenthèses est vraie, 0 sinon ;
- $w(l_i, l_j)$: fonction pondérée, vaut 1 si le disque de centre l_i passant par l_j (*i.e.* de rayon d_{ij}) est entièrement inclus dans la zone considérée (A), sinon la fonction est égale à la proportion de circonférence du cercle de centre l_i effectivement incluse dans l'aire A .

La fonction K de Ripley pour une distribution quelconque se compare aisément à celle associée à la distribution de Poisson (notée K_P et prise comme la référence d'un processus complètement aléatoire). K_P est donnée par l'expression 3.8.

$$K_P(r) = \pi r^2 \quad (3.8)$$

Pour une distance r , si le tracé de la fonction $\hat{K}(r)$ est au-dessus (respectivement, en dessous) de la courbe de $K_P(r)$, alors c'est synonyme de vacuité, les fibres sont dispersées et espacées (respectivement compactage, les fibres sont très proches). Un motif régulier présentera une fonction \hat{K} de Ripley en escalier. La fonction de Ripley a été utilisée par de nombreux auteurs parmi [Pyrz, 1994b, Melro *et al.*, 2008, Ghosh, 2011, Romanov *et al.*, 2013, Liu et Ghoshal, 2014].

Pour les descripteurs du second ordre (fonction de Ripley, distribution radiale ou covariance présentées ci-après), les distances en abscisses sont normalisées par le rayon moyen R (ici, tous les rayons sont identiques). La fonction de Ripley est illustrée en figure 3.14. Un arrangement régulier présente une fonction de Ripley en escalier (3.14(c) et (d)). Cette dernière tend vers la courbe associée au processus de Poisson lorsqu'elle est totalement aléatoire. Dans le premier exemple de microstructure (la plus aléatoire en figure 3.10(a)), la fonction de Ripley est toujours sous celle associée au processus de Poisson, signe de compactage, les fibres sont très proches les unes des autres, montrant le caractère aléatoire de la distribution de disques. Aussi, pour le

cas de l'arrangement hexagonal (3.10(c)), la fonction de Ripley est supérieure à la courbe associée au processus de Poisson entre les abscisses 2,5 et 3 : la présence de vacuité à cette distance caractéristique témoigne de l'espacement des fibres. Remarquons que le décollage de la fonction de Ripley permet de retrouver la distance minimale inter-fibres. Pour les figures 3.14(a) à (c), l'abscisse pour laquelle la fonction de Ripley n'est plus nulle augmente (la distance inter-fibres minimale étant, par choix, croissante entre les cellules) et donne accès à cette distance inter-fibres minimale.

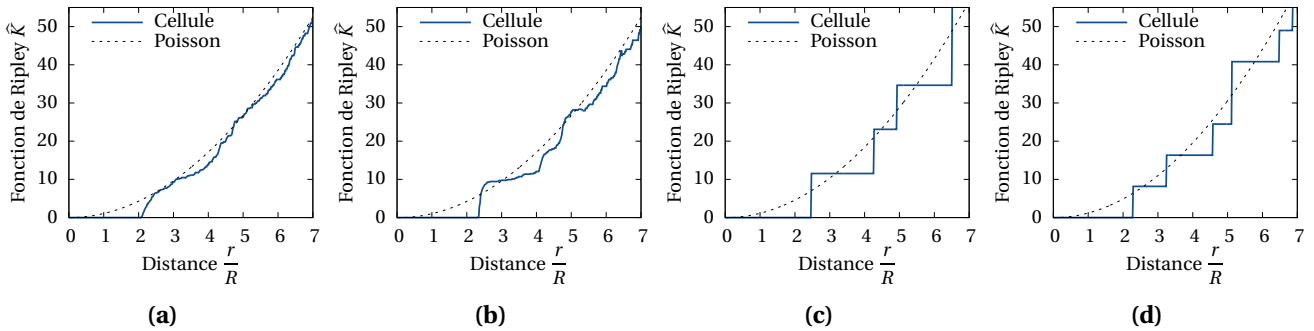


FIGURE 3.14 – Graphes des fonctions de Ripley de la distribution de disques et du processus de Poisson pour les cellules de la figure 3.10.

Un estimateur de la fonction de Ripley, noté \hat{L} , peut être proposé et permet une comparaison rapide de la fonction de Ripley d'une distribution avec K_P . Cette fois, si $\hat{L}(r)$ est négatif (respectivement, positif), l'arrangement est diffus (respectivement, compact) à cette distance d'observation. L'expression de $\hat{L}(r)$ est donnée par l'équation 3.9 [Melro *et al.*, 2008].

$$\hat{L}(r) = \sqrt{\frac{\hat{K}(r)}{\pi}} - r \quad (3.9)$$

Les estimateurs de Ripley en figure 3.15 mettent en évidence les mêmes résultats qu'en figure 3.14. Les caractères ordonnés ou aléatoires de la microstructure analysée sont directement identifiables par l'aspect de la courbe (bruitée lorsqu'aléatoire ou en dents de scie pour un arrangement régulier) et par la comparaison avec l'axe des ordonnées nulles. Si la courbe de l'estimateur est au-dessus, il existe des vides dans la microstructure, des zones d'exclusion sont assurées ; au contraire, si la courbe est en dessous, il y a des clusters, les fibres sont proches du contact.

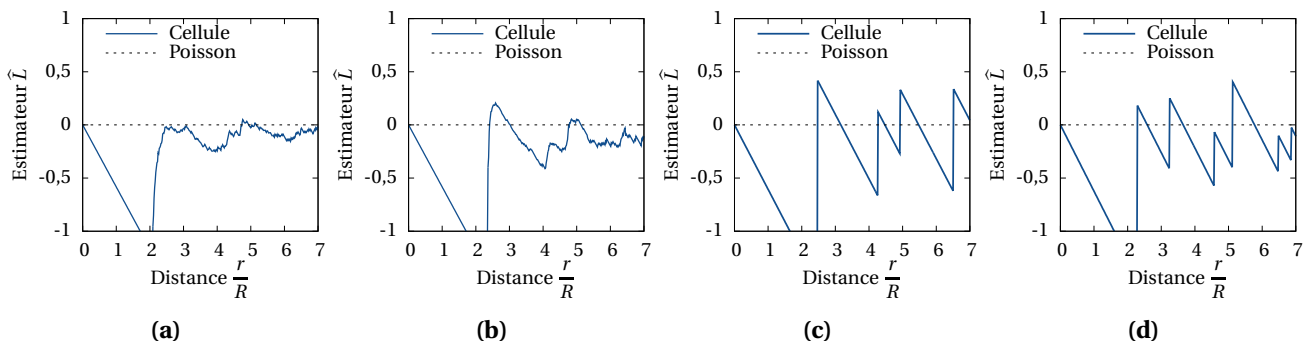


FIGURE 3.15 – Graphes des estimateurs de Ripley de la distribution de disques et du processus de Poisson pour les cellules de la figure 3.10.

Fonction $g(r)$ de distribution radiale

La fonction de distribution radiale, notée $g(r)$, connue aussi sous le nom de *pair distribution function*, exprime pour une distance donnée d'un point de la distribution choisi arbitrairement, la probabilité de trouver le centre d'une fibre dans un anneau de rayon r et d'épaisseur dr . Son expression est donnée par la relation 3.10 [Melro *et al.*, 2008, Romanov *et al.*, 2013]. Il peut être démontré que cette fonction dérive de la fonction K de Ripley [Pyrz, 1994a].

$$g(r) = \frac{1}{2\pi r \rho dr} \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N n_i(r) \tag{3.10}$$

où :

- ρ : nombre de points (centres de disques) par unité de surface ;
- N : nombre total de points (fibres) ;
- $n_i(r)$: nombre de points contenus dans l'anneau de rayon r , d'épaisseur dr et de centre i (fibre i).

Pour un arrangement régulier, $g(r)$ présentera des pics importants aux distances caractéristiques de la distribution. Pour une distribution de points de Poisson, $g(r)$ sera égale à 1 quelle que soit la distance r . Enfin, pour une distribution aléatoire statistiquement pertinente, la fonction de distribution radiale doit tendre vers 1 lorsque r augmente.

La fonction de distribution radiale permet de mettre en évidence des distances caractéristiques. Pour les cellules régulières (hexagonale ou carrée), les pics indiquent la présence de fibres aux distances considérées en abscisse, partout ailleurs la fonction est nulle puisqu'aucune fibre ne peut s'y trouver (figure 3.16(c) et (d)). Pour l'arrangement le plus désordonné, 3.16(a), le premier pic est visible pour une distance très proche d'un diamètre de disque ($r = 2R$), il y a en effet beaucoup de disques proches du contact. La fonction présente des valeurs faibles (de l'ordre de l'unité) et bruitées pour des distances plus grandes, la probabilité de trouver une fibre à une distance spécifique est faible. Pour l'exemple suivant 3.16(b), les pics sont plus marqués à certaines distances puisque l'arrangement est plus ordonné. À une distance de 1, 2 ou 3 diamètres (respectivement $r = 2R$, $r = 4R$ ou $r = 6R$) autour d'une fibre, la probabilité d'en trouver une autre est importante et marquée par les pics sur la fonction de distribution radiale.

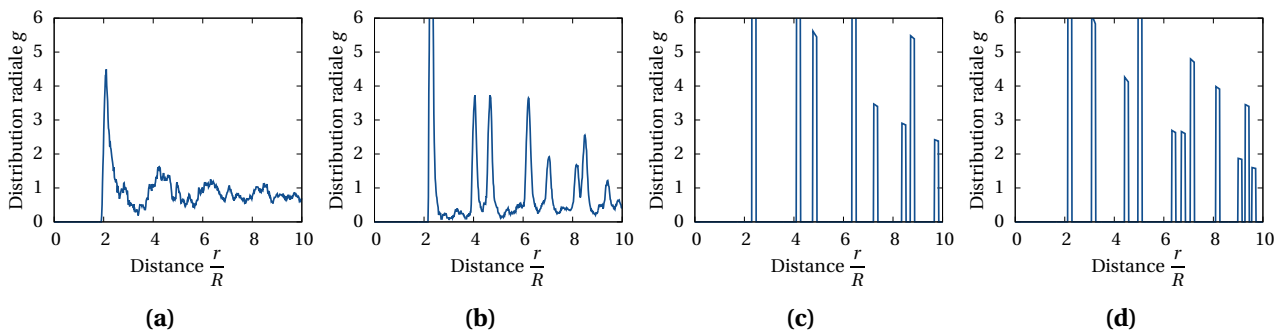


FIGURE 3.16 – Graphes des fonctions de distribution radiale des cellules de la figure 3.10.

Fonction de covariance

Dans un cadre théorique, la notion de covariance a été définie en premier lieu par Matheron [Matheron, 1971] mais certains auteurs l'ont ensuite enrichie [Serra, 1982, Jeulin, 1981], la fonction

$C(X, h)$ est la probabilité que deux points (x) et $(x + h)$ appartiennent à la même phase X , h étant une distance. Ce qui se traduit par la relation 3.11.

$$C(X, h) = P\{x \in X, x + h \in X\} \quad (3.11)$$

Le covariogramme géométrique – représentation graphique de la fonction de covariance – donne la mesure de l'intersection par l'utilisation d'une fonction indicatrice entre l'ensemble X et le translaté de celui-ci par $-h$, X_{-h} . Pratiquement, sur une image binaire, la fonction est évaluée, pour une certaine distance h et un angle α , par le nombre de pixels appartenant à la même phase qui se recouvrent lorsque l'on superpose l'image de la microstructure à elle-même mais translatée d'une distance h à un angle donné α . La valeur est ensuite normalisée par le nombre total de pixels de l'image. Numériquement, le calcul est réalisé à l'aide des transformées de Fourier à 2 dimensions et permet un gain de temps considérable. Il est alors possible de tracer, pour une phase X , le covariogramme complet (3D, pour tout h et α) ou de ne sélectionner que certaines directions privilégiées.

Le covariogramme permet donc de quantifier la dispersion géométrique des différentes phases et certaines grandeurs caractéristiques car la fonction $C(X, h)$ présente des propriétés particulières [Kanit, 2003, Kanit *et al.*, 2003, Thomas *et al.*, 2008, Jean, 2009, Ghosh, 2011]. $C(X, 0) = \mathcal{A}_X$, la valeur à l'origine de la covariance est la fraction surfacique de la phase X , \mathcal{A}_X , considérée dans la microstructure et c'est la valeur maximale de la fonction. La fonction décroît linéairement et rapidement à l'origine. En théorie, $\lim_{h \rightarrow \infty} C(X, h) = \mathcal{A}_X^2$, mais sur une image, h est fini, le covariogramme doit faire apparaître une asymptote vers la valeur \mathcal{A}_X^2 si la microstructure ne présente pas de motif régulier. Aussi, lorsque le tracé du covariogramme atteint la valeur asymptotique \mathcal{A}_X^2 pour une distance $l > 0$, alors l est la longueur caractéristique de la phase X (rayon moyen des fibres). Enfin, l'isotropie de la microstructure peut être démontrée, lorsque les courbes de covariance se superposent quel que soit l'angle α .

La covariance donne de précieuses informations sur la présence de motifs ou non. Le covariogramme 3D illustré en figure 3.17 permet d'apprécier le caractère isotrope et aléatoire de la cellule (unique pic central dans le cas de la microstructure très chaotique et isotrope ou pics régulièrement espacés, eux-mêmes en motif, dans le cas de la microstructure à arrangement régulier). La deuxième microstructure présente une orientation particulière – d'un motif irrégulier certes mais qui se devine – sur la fonction de covariogramme 2D. Le motif du covariogramme 2D renseigne sur la répartition des disques dans la cellule. Sur les graphes des covariances dans quatre directions, la valeur à l'origine est la fraction surfacique des disques. Le trait en pointillé représente la valeur asymptotique de la covariance (le carré de la fraction surfacique) et la valeur de l'abscisse où les courbes l'intersectent permettent de déterminer la distance caractéristique de l'arrangement. Si le motif est régulier, le recouvrement pourra être total (d'où les pics importants pour les cellules à motif hexagonal ou carré). Au contraire, si le motif est aléatoire, le recouvrement sera faible et le signal de la covariance aura une amplitude faible (après la chute initiale).

Bilan sur les descripteurs morphologiques et leur utilisation Les microstructures à arrangement hexagonal ou carré ne peuvent être représentatives d'un milieu (ou à de rares exceptions, comme illustrée en figure 3.6(b)), la distribution aléatoire des fibres va de paire avec celle des grandeurs locales (contraintes, déformations...) [Böhm et Rammerstorfer, 1995, Matsuda *et al.*, 2003, Trias Mansilla, 2005, Hobbiebrunken *et al.*, 2008, Hojo *et al.*, 2009, Okabe *et al.*, 2011, Melro *et al.*, 2012] et influence de manière évidente le comportement global du matériau considéré. La description des microstructures réelle et virtuelle est capitale pour *in fine* s'assurer que la seconde est représentative de la première. Seulement dans ce cas, le calcul de micromécanique sur une microstructure digitale pourra être exploité. Une combinaison de plusieurs descripteurs

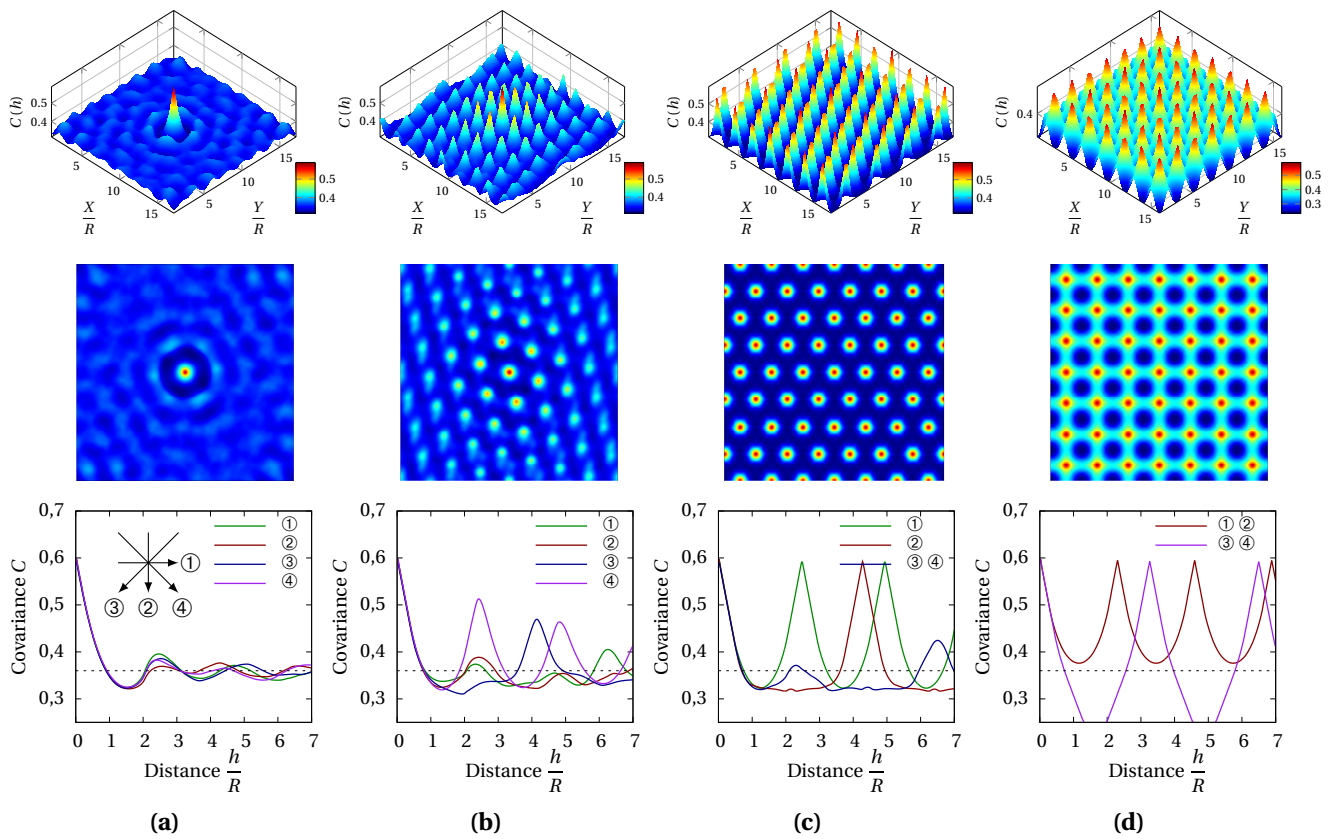


FIGURE 3.17 – Illustrations de la covariance pour les différentes cellules de la figure 3.10. 1^{ère} ligne : covariogramme 3D de chaque microstructure ; 2^{ème} ligne : covariogramme 2D (vue de haut du covariogramme 3D précédent) et 3^{ème} ligne : fonctions de covariance suivant quatre directions différentes illustrées par les flèches ①-④.

morphologiques présentés ci-dessus est nécessaire. En effet, ils sont complémentaires, certains descripteurs apportent des informations sur les interactions inter-fibres à courte portée alors que d’autres caractérisent l’arrangement plus dans sa globalité. Ils sont certainement redondants mais garantir que les descripteurs concordent, entre microstructure réelle – objectif – et microstructure digitale, permet de s’assurer que les grandeurs microscopiques calculées, qui, pour rappel, sont fortement dépendantes de l’arrangement spatial des fibres, seront pertinentes.

Le but est de comprendre, proposer et/ou prédire la relation qui peut exister entre descripteurs (donc microstructure) et propriétés effectives. Cette méthode de génération de microstructures aléatoires peut aussi, de manière exploratoire, aider à optimiser l’arrangement spatial des fibres au sein de la matrice afin d’obtenir des propriétés particulières.

3.1.4 Portée intégrale

Le matériau hétérogène ne présente généralement pas une microstructure régulière, elle est considérée comme aléatoire (mais ce désordre est quantifiable comme vu précédemment). Kanit [Kanit, 2003] a montré qu’il était illusoire de penser qu’un unique VER (minimal) pouvait représenter le matériau. La question est plutôt de savoir, pour un VER considéré et pour une propriété effective recherchée, quelle sera la précision sur cette grandeur. Et, si celle-ci n’est pas suffisante, combien de réalisations seront nécessaires ou encore quelles dimensions de VER choisir pour garantir une

précision désirée. Ce sont autant de questions auxquelles permet de répondre la notion de portée intégrale.

3.1.4.A Ergodicité et stationnarité

La représentativité d'une grandeur calculée se pose dès lors que le volume étudié (la microstructure) n'est pas un milieu avec une infinité d'hétérogénéités, la fenêtre d'observation étant obligatoirement finie (et *a fortiori* la plus petite possible) afin de pouvoir réaliser des calculs micromécaniques. Plusieurs hypothèses (théoriques) sont à considérer et à admettre pour aller plus loin. Les champs microscopiques étudiés seront vus sous l'œil d'une approche probabiliste comme une fonction aléatoire.

Tout d'abord, pour plusieurs volumes d'étude indépendants (de même dimension), les résultats de calculs obtenus doivent être approximativement les mêmes. Cette condition est l'hypothèse d'ergodicité [Lantuéjoul, 1991] qui implique qu'une unique réalisation contient toutes les informations statistiques nécessaires pour décrire la microstructure. En pratique, elle est très difficile à vérifier [Ostoja-Starzewski, 2006] mais sera considérée comme acquise (et pourra être vérifiée *a posteriori* par l'utilisation de la portée intégrale). De plus, si des volumes de différentes dimensions sont cette fois considérés, les propriétés statistiques caractérisées par des espérances mathématiques doivent être indépendantes de l'espace (et du temps). C'est l'hypothèse de stationnarité.

3.1.4.B Définition de la portée intégrale

Soit une microstructure, de volume V , qui remplit les conditions d'ergodicité et de stationnarité pour une variable aléatoire $Z(x)$. Si, par exemple, le module d'élasticité dans une direction de sollicitation est recherché, la quantité $Z(x)$ est le champ de déformations $\underline{\epsilon}$ locales (ou de contraintes $\underline{\sigma}$). La relation 3.12 [Lantuéjoul, 1991, Jeulin, 2011, Altendorf, 2011, Dirrenberger, 2012] exprime la dépendance entre la variance de cette propriété moyenne (qui est calculée sur plusieurs réalisations), le volume et la portée intégrale.

$$D_Z^2(V) = D_Z^2 \left(\frac{A_3}{V} \right)^\gamma \quad (3.12)$$

où :

- $D_Z^2(V)$: variance de la valeur moyenne $\langle Z \rangle$ de la variable aléatoire $Z(x)$ sur le volume V ;
- D_Z^2 : variance ponctuelle de la variable aléatoire $Z(x)$;
- A_3 : portée intégrale de $Z(x)$;
- γ : exposant tel que $\gamma \leq 1$.

La relation 3.12 est établie par Matheron [Matheron, 1971] avec $\gamma = 1$ puis généralisée par Lantuéjoul [Lantuéjoul, 1991] avec $\gamma \leq 1$. Cette relation est admise et valable pour $V \gg A_3$. A_3 est une grandeur homogène à un volume, sa valeur définit une référence au-delà de laquelle il est pertinent de dire que le volume étudié est suffisamment grand pour être représentatif du milieu [Matheron, 1989]. Naturellement, dans un cas bidimensionnel, l'expression 3.12 est adaptée en remplaçant A_3 et V par, respectivement, A_2 , portée intégrale 2D, et S , surface de la microstructure considérée. C'est d'ailleurs ce qui est considéré dans cette étude, compte-tenu des coupes 2D utilisées pour définir le matériau. En pratique, il est impossible d'obtenir la covariance (théorique) des champs locaux ($\underline{\sigma}$, $\underline{\epsilon}$...). La portée intégrale est estimée par une méthode graphique [Matheron, 1989, Lantuéjoul, 1991] détaillée ci-après. Notons que la portée intégrale est initialement mise en œuvre pour décrire la morphologie d'un milieu biphasé, la première utilisation de celle-ci à un champ de grandeurs (résultats d'un calcul mécanique, thermique...) est attribuée à Kanit [Kanit, 2003, Kanit *et al.*,

2003, Kanit *et al.*, 2006]. Plusieurs auteurs l'ont ensuite employée pour la détermination des propriétés mécaniques ou thermiques d'un milieu aléatoire [Altendorf, 2011, Dirrenberger, 2012].

Soit V le volume étudié et choisi assez grand dans un premier temps. Un calcul (pertinent vis-à-vis de la propriété apparente recherchée) est réalisé. En résultent les grandeurs locales $Z(x)$ et $\langle Z \rangle$, la moyenne volumique (permettant d'accéder à la propriété apparente). Le volume V est divisé en m sous-domaines indépendants (sans recouvrement) de volumes V' dans lesquels sont calculées les variances des moyennes par rapport à la moyenne volumique de V selon la formule 3.13.

$$D_Z^2(V') = \frac{1}{m} \sum_{j=1}^m (\langle Z_j \rangle - \langle Z \rangle)^2 \tag{3.13}$$

L'opération est répétée pour différents m (et de fait, différents V'). Les points de $D_Z^2(V')$ en fonction des volumes V' sont tracés en coordonnées bilogarithmiques. L'équation 3.12 se réécrit alors :

$$\log_{10}(D_Z^2(V)) = -\gamma \log_{10}(V) + (\log_{10}(D_Z^2) + \gamma \log_{10}(A_3)) \tag{3.14}$$

Les points associés aux grands volumes V' doivent s'aligner sur une droite de pente $-\gamma$, conformément à la relation 3.14. Une regression linéaire sur ces points permet alors d'obtenir les termes γ et $D_Z^2 A_3^\gamma$. Pour les volumes V' faibles, les premiers points sont alignés sur une droite de pente nulle. La figure 3.18 représente l'allure des courbes obtenues avec la méthode. Comme discuté par Altendorf [Altendorf, 2011], déterminer la pente de la fin de courbe illustrée en 3.18(b) peut mener à quelques différences (en fonction de l'intervalle sur lequel elle est estimée). Ces différences seront répercutées sur le résultat final, il faudra veiller à utiliser une méthode reproductible. Si les points de $D_Z^2(V')$ en fonction de V' ne s'alignent pas sur une droite pour les grandes valeurs de V' , l'équation 3.12 – et par suite, l'existence même de la portée intégrale – est remise en cause [Lantuéjoul, 1991]. Dans cette étude, ce profil illustré en figure 3.18(b) est toujours obtenu, ce qui garantit la validité du modèle.

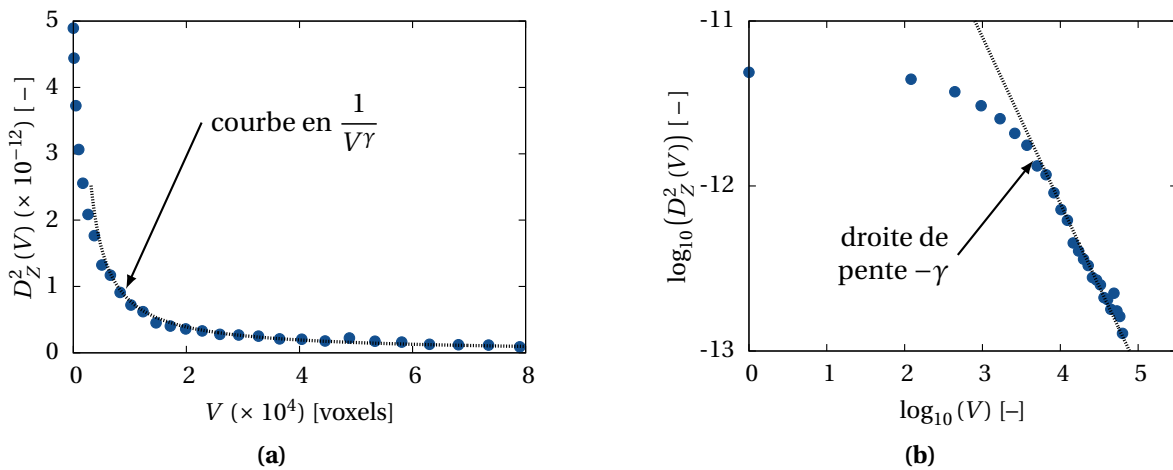


FIGURE 3.18 – (a) Courbe obtenue par le calcul de la portée intégrale, justifie l'équation 3.12, les points se placent sur une courbe en $\frac{1}{V\gamma}$; (b) Courbe précédente tracée en bilogarithmique, les points pour les grands V se placent sur une droite de pente $-\gamma$. Le terme $D_Z^2 A_3^\gamma$ est déterminé par cette méthode.

3.1.4.C Relation entre volume considéré et précision de calcul de la grandeur apparente

La théorie de l'échantillonnage permet d'écrire les relations 3.15 des erreur absolue ϵ_{abs} et erreur relative ϵ_{rela} associée à la valeur moyenne de Z , obtenue sur un volume V avec n réalisations différentes (et indépendantes).

$$\epsilon_{\text{abs}} = \frac{2D_Z(V)}{\sqrt{n}} \quad ; \quad \epsilon_{\text{rela}} = \frac{\epsilon_{\text{abs}}}{\langle Z \rangle} = \frac{2D_Z(V)}{\langle Z \rangle \sqrt{n}} \quad (3.15)$$

Il vient immédiatement, en utilisant 3.12 et 3.15, les relations de 3.16.

$$\epsilon_{\text{abs}} = \sqrt{\frac{4D_Z^2 A_3^\gamma}{nV^\gamma}} \quad ; \quad \epsilon_{\text{rela}} = \sqrt{\frac{4D_Z^2 A_3^\gamma}{\langle Z \rangle^2 nV^\gamma}} \quad (3.16)$$

Il est maintenant possible de définir, par exemple, le VER comme le volume pour lequel une unique réalisation ($n = 1$) suffit pour garantir une erreur relative de 1% ($\epsilon_{\text{rela}} = 0,01$) sur la propriété moyenne. La relation 3.16 devient :

$$V_{\text{VER}} = \sqrt[\gamma]{\frac{4D_Z^2 A_3^\gamma}{0,01^2 \langle Z \rangle^2}} \quad (3.17)$$

où tous les termes sont connus. De la même manière, il est possible de choisir de plus petits volumes V_0 (en s'assurant qu'il n'y ait pas de biais induit) et de déterminer quel sera le nombre de réalisations n nécessaires pour assurer une erreur relative de 1%.

$$n = \frac{4A_3 D_Z^2}{0,01^2 V_0^\gamma \langle Z \rangle^2} \quad (3.18)$$

La méthode de la portée intégrale permet de savoir si les informations sont statistiquement équivalentes dans chaque sous-domaine du volume étudié et, le cas échéant, de ne considérer éventuellement qu'un plus petit volume. Le résultat est aussi quantitatif, la précision de l'estimation de la propriété est accessible. Le nombre de réalisations n nécessaires pour garantir une certaine erreur relative ϵ_{rela} donnée diminue lorsque le volume de la microstructure (VER) considérée augmente.

La portée intégrale est naturellement dépendante de la microstructure considérée (fraction volumique, morphologie...), du contraste de propriétés entre les phases en présence et des conditions aux limites utilisées pour le calcul [Kanit, 2003]. Un calcul systématique des grandeurs (erreur relative, volume V_{VER} ou nombre de réalisations n) doit être fait pour garantir la pertinence des résultats. Enfin, notons que Kanit *et al.* [Kanit, 2003, Kanit *et al.*, 2003, Jeulin *et al.*, 2004, Kanit *et al.*, 2006] ont fait une utilisation importante de la portée intégrale et de son apport pour étudier les comportements mécaniques en élasticité linéaire. Quant aux comportements non-linéaires (où, par ailleurs, l'existence même de la notion de VER est discutable [Gitman, 2006, Gitman *et al.*, 2007, Nguyen *et al.*, 2011]), les travaux de Pelissou *et al.* [Pelissou *et al.*, 2009] ou Madi *et al.* [Madi *et al.*, 2006] ont ouvert la voie à l'utilisation de la portée intégrale dans ce contexte. La partie 4.2 du chapitre 4 sera l'occasion de l'appliquer en régime non-linéaire sur le matériau d'étude.

3.2 Stratégie retenue pour la présente étude

Les éléments bibliographiques évoqués jusqu'à présent ont orienté cette étude. Dans la partie suivante, la stratégie multi-échelle mise en place est abordée. Il s'agit, à partir de la connaissance de la microstructure et des constituants du matériau composite unidirectionnel considéré, de déterminer son comportement mécanique "homogénéisé" (macroscopique ou effectif). Naturellement, l'exercice se fait au prix de certaines hypothèses (propriétés des constituants, interface, interphase...)

et une perte d'informations (grandeurs locales...) qu'il s'agira de mettre en évidence. La démarche proposée dans ce travail s'inspire et est dans la continuité de la thèse de Cayzac [Cayzac, 2014].

Le problème, posé ici sous l'angle de la mécanique, peut être étendu à l'étude d'autres phénomènes, comme par exemple ceux de transport (diffusion thermique, conductivité électrique...) et constitue un enjeu majeur de la recherche.

3.2.1 De la microstructure réelle aux calculs micromécaniques

La microstructure du matériau a une influence primordiale sur son comportement effectif. Les fibres, localement, vont entraîner des concentrations de contraintes et de déformations. Une caractérisation et une représentation les plus fidèles possibles du matériau d'étude sont capitales pour comprendre et modéliser les phénomènes se développant à l'échelle de la microstructure. La direction transverse (perpendiculaire aux fibres) est particulièrement importante, puisqu'elle est le lieu des premiers endommagements [Asp, 1995, Meurs, 1998, Cayzac, 2014, McCarthy et Vaughan, 2015]. Cette direction n'est que rarement au cœur des investigations (les études des mécanismes de déformation dans le sens des fibres lui sont plutôt préférées), elle est pourtant déterminante dans un composite thermoplastique. Dans cette direction par exemple, la matrice est très sollicitée. Alors qu'une éprouvette massive de polymère se déforme de plusieurs dizaines de pourcents (c'est le cas du PA11), comment expliquer qu'une traction transverse du composite n'atteigne que péniblement 2% à rupture? Ces travaux ont pour objectif de montrer que, localement, les déformations sont très importantes et que la rupture précoce du matériau est une conséquence de sa microstructure.

3.2.1.A Caractérisation expérimentale de la microstructure

Le matériau de l'étude est un composite unidirectionnel à renfort continu de fibres de verre dans une matrice PA11 thermoplastique (nommé UD FV-PA11). Plusieurs éléments conditionnent la caractérisation de la microstructure : la connaissance des constituants, de l'arrangement qui les lie et les mécanismes de déformations observés à l'échelle de la microstructure.

Dans cette étude, la première partie (chapitres 1 et 2) s'est focalisée sur le comportement de la matrice et notamment la sensibilité de celle-ci à la pression hydrostatique. Un modèle de comportement poro-viscoplastique a été calibré afin de modéliser la réponse mécanique de la matrice PA11 sous sollicitation. Les renforts de fibres de verre sont bien connus de la littérature et sont souvent modélisés par un comportement linéaire élastique isotrope. Dans ce qui suit, une attention particulière est portée sur la représentation de la microstructure et l'évaluation quantitative de la morphologie de la distribution des fibres au sein de la matrice. En effet, considérer un arrangement bien ordonné des fibres (motif carré ou hexagonal) ne permet pas d'évaluer les grandeurs locales (à l'échelle des constituants). Pour caractériser la microstructure, des clichés MEB de sections de composite sont analysés par l'utilisation de descripteurs morphologiques (précédemment détaillés en partie 3.1.3.C). Les mécanismes de déformations à l'échelle de la microstructure pris en compte dans cette étude sont fondés sur les résultats de thèse de Cayzac [Cayzac, 2014] : la matrice est fortement déformée au cours de la sollicitation et l'interface entre fibres et matrice est considérée comme parfaite.

Dès lors, la génération de microstructures virtuelles s'avère être une solution intéressante dans le but de représenter le milieu étudié et de réaliser des calculs Éléments Finis. C'est le point de départ de l'étude numérique.

3.2.1.B Génération de cellules représentatives et calculs micromécaniques

Un outil de génération de microstructures est présenté dans ce travail de thèse. Les microstructures virtuelles sont choisies avec une double exigence :

- une représentativité géométrique garantie via des descripteurs morphologiques de l'arrangement fibres-matrice en accord avec ceux du composite étudié (cette démarche est mise en œuvre en partie 3.3.2.B) ; et
- une représentativité du point de vue des propriétés étudiées (mécaniques en l'occurrence) via une utilisation de la notion de portée intégrale (le principe est évoqué en partie 3.1.4 et utilisé en 3.4.1.B et 3.4.2).

Les cellules définies sont maillées afin de pouvoir réaliser des calculs Éléments Finis en champs complets, où les lois de comportement des constituants sont considérées. Dans un premier temps, des calculs en élasticité linéaire sont effectués (en section 3.4 de ce chapitre) puis en non-linéaire (au chapitre 4). La représentativité des grandeurs calculées sera au cœur de l'analyse.

Les simulations en champs complets à l'échelle de la microstructure sont assez onéreuses et trop riches en informations pour pouvoir être utilisées directement pour un calcul de structure. Une procédure d'homogénéisation est souvent nécessaire.

3.2.2 Vers une homogénéisation numérique du matériau d'étude

Les calculs sur cellules représentatives contribuent à la compréhension des phénomènes se développant à l'échelle des constituants (localisation des déformations et contraintes, éventuellement des phénomènes de décohésion...). Mais il est aussi possible de solliciter ces cellules représentatives avec des essais élémentaires (fictifs voire exotiques). Ces informations seront la référence pour l'homogénéisation numérique.

3.2.2.A Homogénéisation numérique en élasticité linéaire

L'homogénéisation numérique en élasticité linéaire consiste à déterminer les matrices de rigidité et/ou de souplesse pour ces matériaux anisotropes. La procédure est bien établie dans la littérature. Six essais élémentaires sont nécessaires et suffisants afin de déterminer tous les modules de rigidité, cisaillement ou coefficients de contraction. Cette démarche est mise en œuvre en partie 3.4. La matrice de souplesse effective du matériau FV-PA11 étudié est donnée avec une erreur relative maximale de 5%. La quantification de la précision des propriétés apparentes calculées (vis-à-vis des propriétés effectives) est primordiale lorsqu'il est question de microstructures aléatoires.

3.2.2.B Homogénéisation numérique en non-linéaire

Enfin, l'extension au régime non-linéaire est réalisée au chapitre 4. Dans ce contexte, une base d'essais élémentaires plus riche est nécessaire pour calibrer le modèle de substitution (la loi de comportement du matériau homogène équivalent, notée LHE). Ce modèle doit d'ailleurs, nécessairement, être judicieusement choisi au préalable. L'objectif est, pour toutes les sollicitations envisagées, que les réponses entre cellule représentative en champ complet et loi de comportement du matériau homogène équivalent soient identiques. La calibration des coefficients de la LHE est réalisée par optimisation. À ce stade, le calcul de structure est envisageable avec le modèle de substitution. Naturellement, les grandeurs locales ne sont plus accessibles (la LHE n'apporte qu'une réponse effective globale du comportement du composite). Une relocalisation est nécessaire, ce qui sera explicité au cours de l'étude, et permet par exemple sur certains points de la structure, de

déterminer les contraintes et déformations locales (primordiales pour l'amorçage des phénomènes locaux d'endommagement ou de rupture).

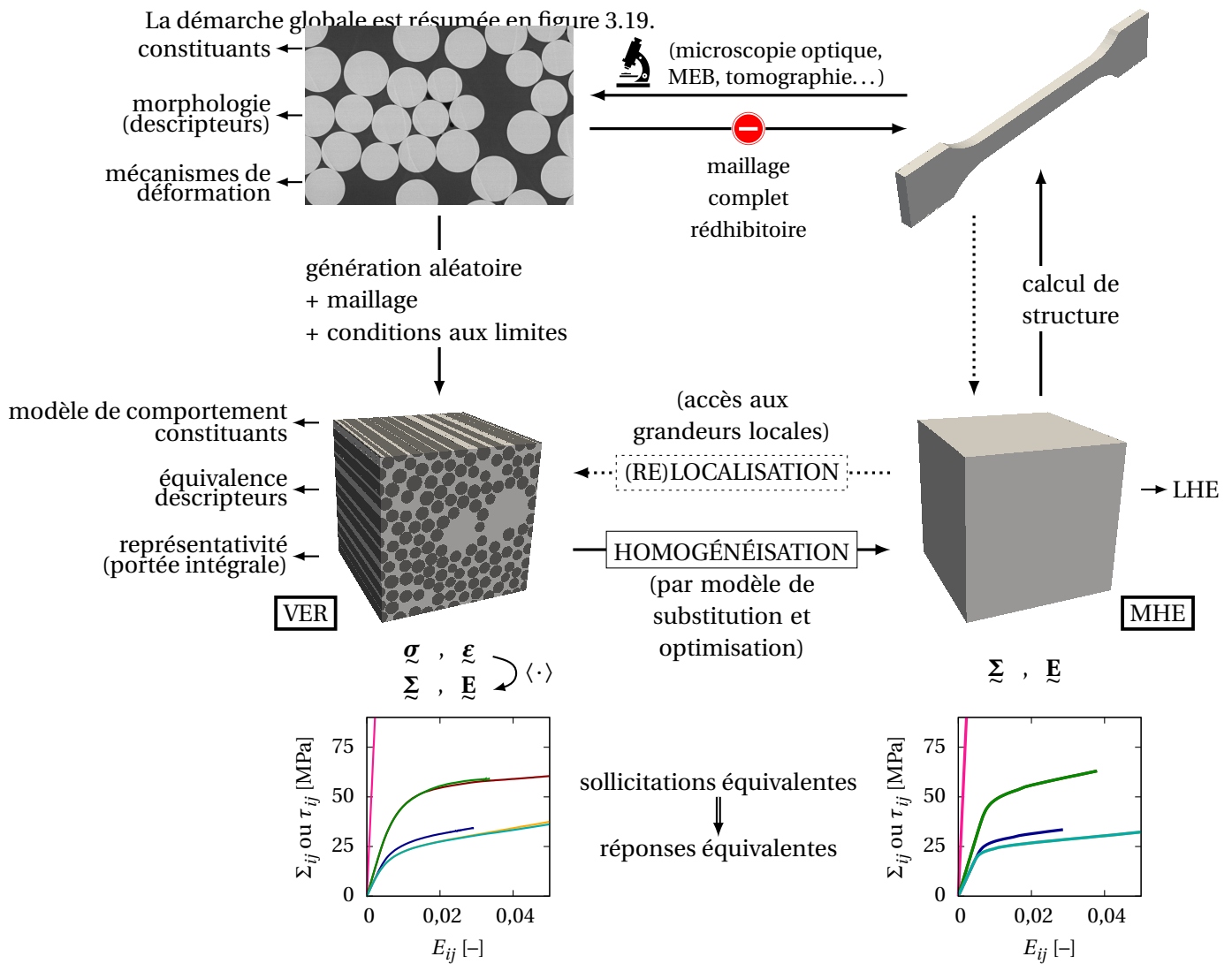


FIGURE 3.19 – Schéma de la démarche globale appliquée dans la présente étude.

3.2.3 Hypothèses et spécificités de l'étude

Beaucoup d'éléments – évoqués notamment au paragraphe 3.1.2.B – sont à prendre en compte pour l'étude des matériaux composites et de leur microstructure. La démarche proposée ne peut se faire sans quelques simplifications, discutables et discutées pour certaines. Voyons quels éléments sont au cœur de l'analyse.

- ▷ L'arrangement aléatoire des fibres sollicite localement la matrice de manière multi-axiale. Or, l'influence de la triaxialité des contraintes a été étudiée sur le polymère dans la première partie de ce manuscrit. Ainsi, la génération de microstructures représentatives avec la prise en compte de la matrice et son modèle de comportement poro-viscoplastique sera une des préoccupations principales de ce travail. L'originalité de cette approche tient aussi à la prise en compte du caractère endommageable de la matrice au cœur du composite et de l'évolution de la porosité en cours de chargement ;

- ▷ La porosité de la matrice (présente de manière macroscopique et microscopique) est considérée par l'utilisation d'un modèle de comportement adéquat. Peu d'auteurs se sont intéressés à ces "défauts", citons notamment [Cayzac, 2014, Ashouri Vajari, 2014, Naya *et al.*, 2015];
- ▷ Le composite étudié est un unidirectionnel renforcé par des fibres continues. Une hypothèse assez forte consiste à considérer que les fibres sont, dans le cadre de la modélisation, alignées à l'infini sans désalignement entre elles, bien que certains auteurs [Requena *et al.*, 2009, Cayzac, 2014] aient montré que manifestement ce n'est pas le cas. Avec cette hypothèse, une représentation de la section du matériau sera suffisante pour la modélisation;
- ▷ L'interface entre les fibres et la matrice est considérée comme parfaite. Ce choix provient des observations de Cayzac [Cayzac, 2014] et des arguments avancés au paragraphe 3.1.2.C;
- ▷ Aucune interphase ni éventuelles contraintes résiduelles (consécutives à la mise en forme du matériau) ne sont considérées dans ce travail. En effet, aucun moyen expérimental n'a été avancé et donc aucun résultat ne permet de prendre en compte ces éléments. L'hypothèse est la suivante : le comportement de la matrice dans tout le composite est le même que celui évalué sur les éprouvettes de polymère massif (chapitres 1 et 2). C'est une hypothèse assez forte mais également assez répandue dans la littérature [Trias Mansilla, 2005, Canal Casado, 2011, Melro, 2013, Cayzac, 2014]. Compte-tenu des faibles distances inter-fibres qui sont observées, les macromolécules de polymère sont très certainement orientées et doivent entraîner des propriétés locales particulières. Plusieurs auteurs se sont intéressés aux différences entre matrice massive et *in situ* (entre les fibres, au sein du matériau composite) par diverses méthodes expérimentales et numériques. Les résultats contradictoires traduisent la difficulté de la caractérisation du matériau à cette échelle très locale : certains auteurs déterminent une matrice *in situ* plus rigide [Hardiman *et al.*, 2015] ou plus souples [Joliff *et al.*, 2014] que le polymère massif;
- ▷ Enfin, l'étude sera principalement réalisée sur des essais (numériques) de traction transverse du composite. Les phénomènes qui apparaissent en compression, comme par exemple le "kinking", ne seront pas évoqués.

La spécificité de l'étude repose sur l'utilisation d'un modèle de comportement poro-viscoplastique de la matrice thermoplastique. Le polymère se déforme en effet plus que les résines therm durcissables utilisées comme matrice dans les matériaux composites. L'endommagement spécifique de la matrice peut alors être suivi lors des calculs micromécaniques en champs complets.

3.3 Microstructures : génération, maillage et mise en données de calculs EF

3.3.1 Génération de microstructures aléatoires

Comme évoqué dans la partie bibliographique 3.1.3.B, la génération de microstructures aléatoires est au cœur de nombreux travaux.

3.3.1.A Outil de génération implémenté

Dans cette étude, une attention particulière est portée sur les travaux précédemment évoqués et réalisés par Ghossein et Lévesque [Ghossein et Lévesque, 2012] pour plusieurs raisons. La méthode proposée permet d'atteindre de hautes fractions volumiques (proches du compactage dense maximal théorique de près de 90% pour des disques de mêmes diamètres), la périodicité géométrique de

la cellule est assurée et enfin, les calculs sont rapides. Tous ces atouts sont en accord avec notre approche et le matériau étudié. Les premières briques de ce modèle de génération de cellules aléatoires a été initialement proposé par Lubachevsky [Lubachevsky, 1991]. Dans la présente étude, le code a été implémenté – comme Ghossein et Lévesque – sous MATLAB® et a été grandement inspiré par l'article [Ghossein et Lévesque, 2012] dont les principales étapes sont évoquées ci-après. Notons que les auteurs proposent cette méthode pour le cas 3D de sphères rigides (non interpénétrables) dans un cube, la démarche a dans un premier temps été adaptée à un cas 2D de disques sur une surface.

Les principales étapes peuvent être résumées comme suit.

1. La fraction volumique de fibres désirée, v^f , le nombre de disques, N , et les dimensions de la cellule (largeur l et longueur L) sont fixés.
2. La cellule est initialisée, N points sont répartis de manière aléatoire. Sont attribués à ces points un vecteur position et un vecteur vitesse initial aléatoire, un rayon (initialement nul) et un coefficient de croissance du rayon. Le temps est initialisé à $t = 0$, la fraction volumique $v_0 = 0$, et les points sont mis en mouvement (conformément à leur vecteurs position et vitesse).
3. Tant que $v_i < v^f$ (avec v_i , fraction volumique de fibres à l'instant i) :
 - Les temps de collision de toutes les paires de disques sont calculés. Le temps minimum est conservé et noté $t_{\text{collision}}$.
 - Les temps de collision de chaque disque avec les quatre frontières de la surface sont calculés. Le temps minimum déterminé est conservé et noté t_{paroi} .
 - Le prochain événement (collision entre disques ou contact avec une frontière) se déroule au temps $\Delta t_i = \min(t_{\text{collision}}, t_{\text{paroi}})$.
 - Le calcul est avancé au temps du prochain événement $t_{i+1} = t_i + \Delta t_i$: les positions des disques et rayons sont mis à jour.
 - Deux cas de figure sont alors possibles :
 - si le prochain événement est une collision entre disques alors les vecteurs vitesses des deux disques concernés sont actualisés (selon les résultats d'un choc élastique) ;
 - si le prochain événement est un contact avec une paroi de la cellule (ou plusieurs), le disque est cloné sur la (ou les) paroi(s) opposée(s) à celle(s) du contact.
 - Le calcul de la fraction volumique est actualisé à cet instant $i + 1$.
4. Le calcul est stoppé lorsque la condition $v_i > v^f$ est vérifiée. Les rayons sont mis à jour une dernière fois afin de garantir précisément la fraction volumique v^f .

La figure 3.20 illustre l'évolution du calcul à travers plusieurs étapes. Remarquons que plus la fraction volumique augmente, plus les collisions sont fréquentes, ce qui induit un ralentissement de celle-ci. Le temps de calcul n'est pas proportionnel à la fraction volumique objectif. Par expérience, obtenir une fraction volumique supérieure à 83% (comme illustrée en figure 3.22(a)) s'avère très long. Les temps de calculs sont discutés au paragraphe 3.3.1.C.

Une extension de la méthode au cas 3D de sphères (ou d'ellipsoïdes) dans un volume a été implémenté dans ces travaux, dont les figures 3.21 illustrent le résultat, mais l'application future ne sera discutée qu'en perspectives de ce chapitre (3.5).

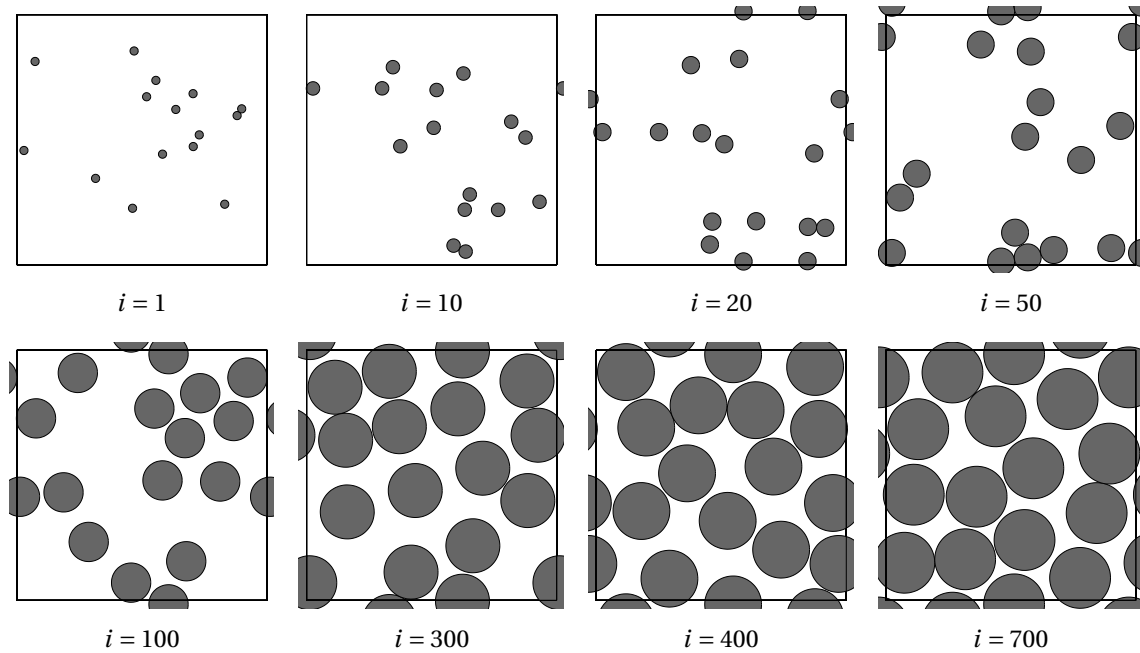


FIGURE 3.20 – Illustration de la génération de microstructures à différentes étapes pour 15 disques de mêmes diamètres. Le cadre délimite les frontières de la cellule.

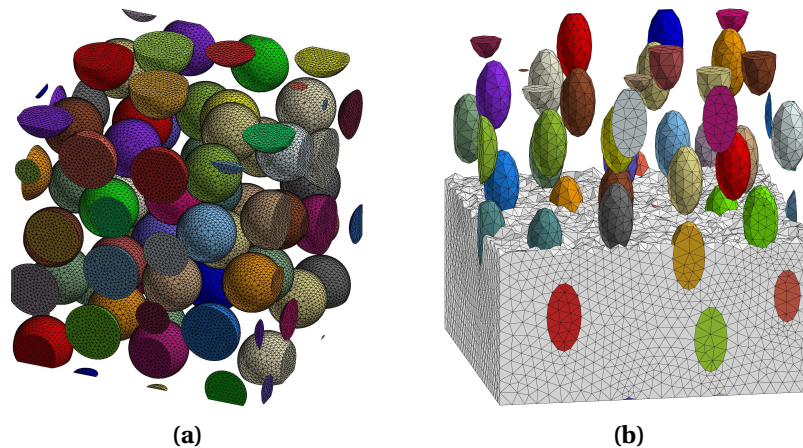


FIGURE 3.21 – Exemples de cellules générées par la méthode en 3D avec (a) des sphères ou (b) des ellipsoïdes rigides dans un volume (maillages automatiques obtenus par Abaqus®, la matrice n'est pas représentée ou en partie seulement mais est bien maillée).

3.3.1.B Modifications de l'algorithme et génération de maillages

Modifications Plusieurs modifications sont apportées à l'algorithme dans la présente étude afin de générer des cellules plus particulières à notre étude et seront illustrées dans ce qui suit.

- La distance aux premiers voisins est un paramètre déterminant pour l'étude des composites unidirectionnels. Un paramètre, appelé zone d'exclusion, permet de piloter la distance minimale aux premiers voisins des fibres dans les cellules générées. Lorsque la zone d'exclusion est fixée égale à 0, les fibres peuvent être en contact. Ce cas de figure est difficile à déterminer expérimentalement, la distance peut être très faible mais non nulle, le maillage entre les fibres doit alors être très fin. Au contraire, une valeur importante de la zone d'exclusion garantira une grande distance inter-fibres et il sera possible de tendre de cette manière vers des arrangements

hexagonaux. Les microstructures de la figure 3.10(a) à (c) ont été générées avec des zones d'exclusion croissantes, tous les autres paramètres étant égaux par ailleurs.

- ▷ Les coefficients de croissance des rayons peuvent être pilotés indépendamment et répondre à une distribution de rayons observée expérimentalement. Les figures 3.22(c) et (d) illustrent différentes distributions de rayons de disques obtenus.
- ▷ Des masses sont attribuées à l'initialisation du calcul. Les règles de la collision entre disques sont modifiées. Cette méthode permet de générer des cellules avec, par exemple, des zones denses en matrice comme illustrées en figure 3.22(e) et (f). Ces cas sont aussi observés expérimentalement d'où l'intérêt d'être capable de représenter ce phénomène. Numériquement, un disque est fixé au centre de la cellule, avec un vecteur vitesse initial nul et une masse très importante. Ce dernier n'est pas pris en compte dans le calcul de la fraction volumique et n'est pas représenté. Les autres disques rentrent en collision avec celui-ci, qui reste immobile compte-tenu de sa masse, l'arrangement s'organise alors autour et représente *in fine* un trou vierge de fibre.
- ▷ Quant aux descripteurs morphologiques évoqués précédemment pour décrire une microstructure, ils sont implémentés dans l'outil, permettant de les calculer de manière automatique pour toute cellule générée.

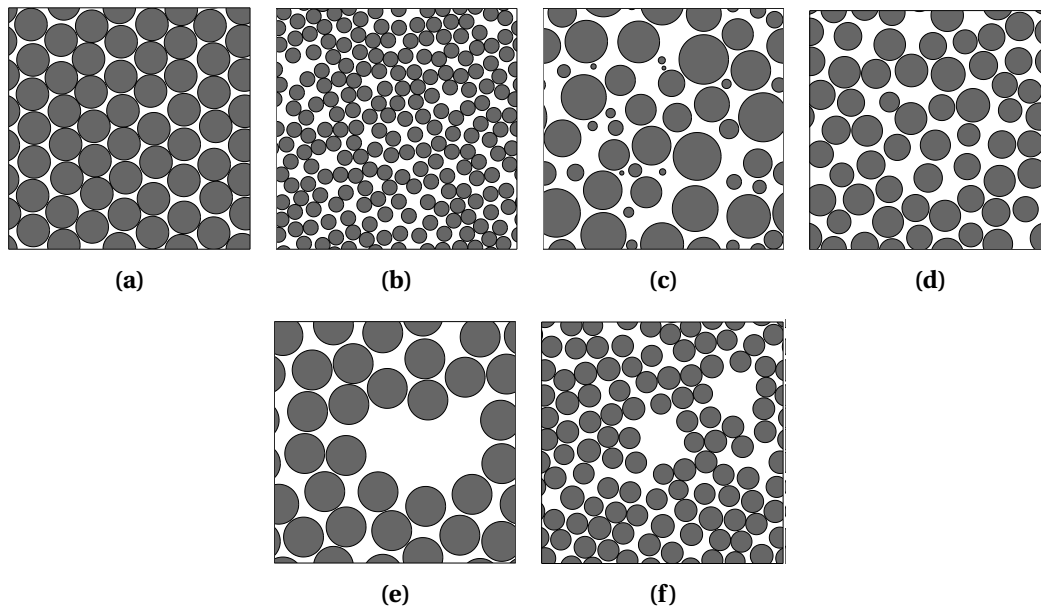


FIGURE 3.22 – Exemples de microstructures générées avec l'outil implémenté : (a) cas d'une fraction volumique de fibre importante (83%); (b) plusieurs centaines de fibres; (c) et (d) différentes distributions de diamètres de fibres; (e) et (f) zones riches en matrice.

Maillage Alors que Ghossein et Lévesque réalisent des calculs FFT sur ces volumes, la présente étude utilise la méthode des Éléments Finis. Il est donc nécessaire de réaliser un maillage des microstructures générées. Compte-tenu de leur nombre important, automatiser cette étape s'est révélée primordiale. Le maillage doit être périodique (les nœuds en regard sur les faces opposées de la cellule doivent coïncider et la connectivité des éléments doit être assurée), un critère de taille d'éléments doit pouvoir être ajusté et les éléments quadrangles en 2D ou hexaédriques en 3D seront préférés (lorsque c'est possible). Le logiciel libre Gmsh [Geuzaine et Remacle, 2009], performant et pouvant être automatisé par script, est utilisé pour mailler les cellules générées. Les

exigences précédentes sont remplies. Les scripts ne nécessitent aucune intervention de l'opérateur. La figure 3.23 illustre un maillage obtenu par la méthode mise en place. Notons que, comme vu précédemment au chapitre 2, la taille des éléments sera déterminante pour calculer les grandeurs locales, notamment de la matrice entre les fibres, et nécessitera une attention particulière. Du point de vue du comportement effectif de la cellule, la taille de maille n'a qu'une influence limitée (ceci est vérifié en partie 4.1.3.A).

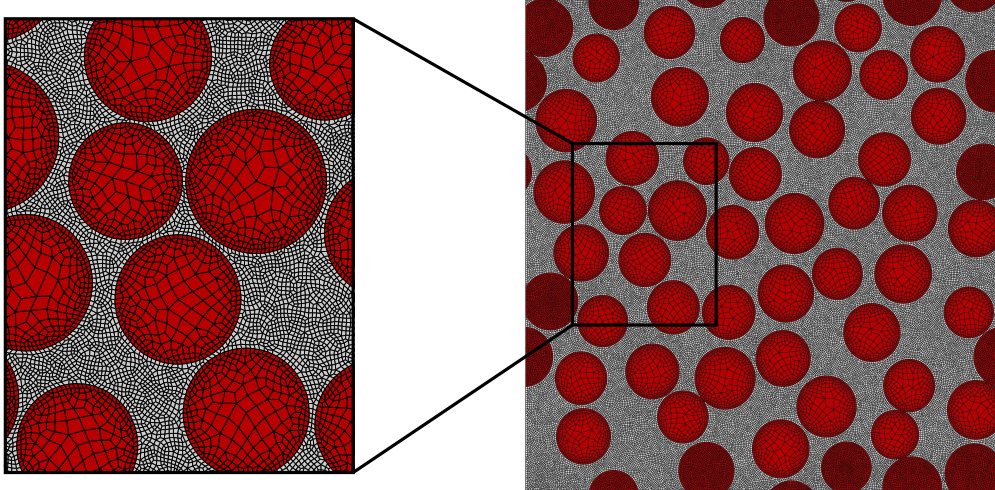


FIGURE 3.23 – Exemple de maillage automatique obtenu par Gmsh : cellule 2D de 56 fibres (avec des rayons différents) $\approx 68\,000$ nœuds et $\approx 61\,000$ éléments.

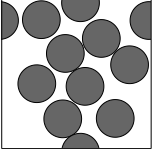
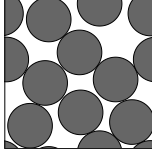
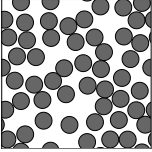
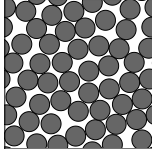
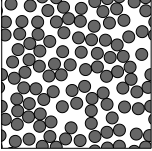
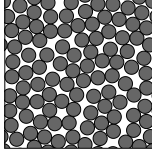
Le fichier de mise en données pour les calculs EF sur ZeBuLoN [Besson et Foerch, 1997] est écrit à la suite de la génération de la microstructure et du maillage. Les nœuds en regard doivent notamment être listés par paires pour appliquer les conditions aux limites périodiques. Les calculs EF sont évoqués en partie 3.3.3.

3.3.1.C Temps de calcul

À titre d'exemple, plusieurs cellules sont générées pour rendre compte des temps de calcul pour différentes configurations. Puisque la génération est aléatoire, les temps de calculs ne sont pas les mêmes d'une cellule à l'autre. Le tableau 3.1 synthétise les résultats ainsi que des illustrations des microstructures générées. Les paramètres de génération sont identiques pour les 10 réalisations effectuées : surface carrée de 10 unités de côté, disques de mêmes rayons et zone d'exclusion de 0,002 unité (les disques ne sont pas en contact mais peuvent être très proches les uns des autres). Le temps de calcul CPU est donné ici, bien que son optimisation n'ait pas été recherchée dans cette étude. On pourrait, par exemple, améliorer la vitesse d'exécution de l'algorithme en réalisant l'étape de recherche des temps de collision (entre disques et avec les parois) sur plusieurs cœurs de manière simultanée. Les calculs ont été réalisés sur une machine Intel[®] Xeon[®] X5550 de 2,67 GHz.

Les temps de calcul de génération de microstructures aléatoires, d'après le tableau 3.1, ne sont pas négligeables pour atteindre des fractions surfaciques importantes et pour plusieurs dizaines de fibres considérées. La notion de portée intégrale (présentée en partie 3.1.4) permet, pour une certaine propriété calculée, de donner le nombre de réalisations nécessaires (calculs sur cellules différentes) en fonction de la taille de la cellule pour garantir une précision fixée de ladite propriété. Il sera dans certains cas plus avantageux (en temps de calcul) de générer plusieurs cellules avec peu d'hétérogénéités et de réaliser les calculs EF sur celles-ci que de générer une microstructure avec

TABLEAU 3.1 – Temps de calcul (CPU) pour 10 réalisations avec 10, 50 ou 100 disques de mêmes rayons et pour des fractions volumiques de 50 et 70%.

Nombre de sphères	v_f		Nombre d'itérations	Temps CPU [s]	Illustrations			
10 fibres	50%	moyenne	158	2				
		min	136	1				
		max	194	2				
	70%	moyenne	825	9			$v_f = 50\%$	$v_f = 70\%$
		min	709	8				
		max	977	11				
50 fibres	50%	moyenne	703	51				
		min	616	46				
		max	740	55				
	70%	moyenne	2507	200			$v_f = 50\%$	$v_f = 70\%$
		min	2287	182				
		max	2772	219				
100 fibres	50%	moyenne	1286	319				
		min	1252	304				
		max	1350	336				
	70%	moyenne	4955	1412			$v_f = 50\%$	$v_f = 70\%$
		min	4393	1269				
		max	5546	1635				

beaucoup de disques – avec, par extension, un maillage lourd et de nombreux points d'intégration – et d'effectuer les calculs EF sur cette cellule. D'autant plus que les calculs sur petites cellules pourraient être lancés en parallèle sur une machine ordinaire tandis qu'une grosse cellule peut nécessiter une puissance de calcul importante et un temps de calcul considérable.

3.3.2 Descripteurs morphologiques – Cas d'application : représentation d'un matériau d'étude

3.3.2.A Principe de l'équivalence entre microstructures digitale et réelle

Comme évoqué en partie 3.2, en présentation de la démarche, les descripteurs sont utilisés pour quantifier certaines grandeurs du milieu hétérogène. Ces grandeurs ont été déterminées, dans la littérature, comme pertinentes du point de l'arrangement spatial des hétérogénéités mais aussi dans une perspective de calculs (mécanique, diffusion...) puisqu'ils jouent un rôle non négligeable sur les grandeurs locales calculées. Il faut, d'une part, déterminer les descripteurs du milieu réel, ce qui peut être fait à partir d'analyses d'images de la microstructure obtenue par microscopie optique ou MEB. D'autre part, il convient de générer des cellules périodiques aléatoires (avec l'outil présenté en partie 3.3.1) avec les descripteurs associés. L'équivalence des microstructures réelle et digitale est assurée dans le cas où leurs descripteurs statistiques et spatiaux se correspondent [Liu et Ghoshal, 2014, Sanei *et al.*, 2017]. Dans ce cas uniquement – moyennant quelques différences maîtrisées entre ces descripteurs – il est admis que la cellule digitale est représentative de la microstructure réelle et permet de faire des calculs micromécaniques pertinents. Naturellement, il n'y a pas unicité de la microstructure digitale, c'est alors que la portée intégrale intervient (3.1.4) et permet de déterminer la précision de la grandeur calculée sur la (ou les) cellule(s) considérée(s).

Dans ce qui suit, les “meilleures” cellules sont présentées, c’est-à-dire celles dont les descripteurs sont les plus fidèles entre microstructures réelle et virtuelle.

3.3.2.B FV-PA11 – Microstructure réelle

Le matériau d’étude est un composite UD polyamide 11 renforcé par des fibres de verre (FV-PA11). Ce dernier a été fourni par Arkema, il s’agit de nappes UD superposées, au préalable saupoudrées de PA11, puis consolidées sous presse. La microstructure digitale choisie est justifiée par la bonne adéquation des descripteurs morphologiques.

La figure 3.24(a) représente la coupe transversale de la microstructure du composite UD FV-PA11 de l’étude. Elle est observée au microscope électronique à balayage (MEB) après découpe à la tronçonneuse de précision suivi d’un polissage ionique à 5,5 keV. Un traitement d’image est nécessaire pour dissocier les fibres (individuellement) de la matrice, mais aussi pour obtenir la distribution des rayons des fibres en présence, leur arrangement spatial ou la fraction volumique. Une binarisation de l’image en niveaux de gris est réalisée selon la méthode d’Otsu [Otsu, 1979]. La transformée de Hough [Hough, 1962] est utilisée pour détecter les objets circulaires dans l’image d’origine. La microstructure est digitalisée pour permettre ensuite de calculer les descripteurs associés.

Le résultat est présenté en figure 3.24(b), toutes les fibres sont prises en compte de manière très fidèle, différents rayons sont perceptibles parmi les fibres. Le graphe de la figure 3.25 illustre cette dispersion, où les rayons sont indiqués en microns. Le diamètre moyen des fibres de verre déterminé ($\approx 16\mu\text{m}$) est conforme à l’attendu. La microstructure digitale doit représenter cette dispersion. Dans ce qui suit, afin de comparer microstructures réelle et digitale, les rayons des fibres sont normalisés par la moyenne des rayons. Toutes les grandeurs sont mises à l’échelle et adimensionnées en utilisant le même rapport. Les différents descripteurs sont ainsi exprimés sur les mêmes intervalles pour les deux cellules et doivent être similaires (si la microstructure digitale générée est représentative). Ajoutons que le premier descripteur estimé est la fraction volumique de fibres (en réalité, la fraction surfacique). Celle-ci s’élève à 57%.

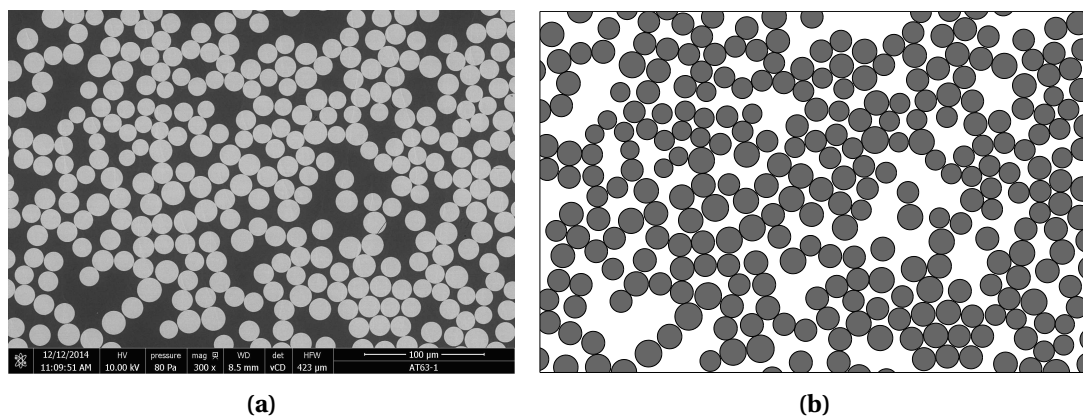


FIGURE 3.24 – (a) Coupe transversale, obtenue au MEB, de la microstructure du composite FV-PA11 ; (b) Digitalisation de la microstructure.

Plusieurs coupes transversales ont été analysées, celle représentée en figure 3.25(a), avec plus de 250 fibres, s’est avérée être assez riche en information. La démarche est poursuivie en considérant cette coupe comme étant la référence, la représentation du milieu réel d’étude.

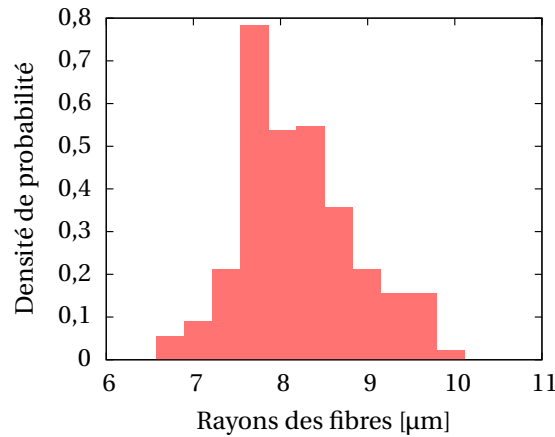


FIGURE 3.25 – Densités de probabilité des rayons des fibres dans la microstructure réelle.

3.3.2.C FV-PA11 – Microstructures réelle, digitale et descripteurs

La figure 3.26 illustre une cellule digitale (et périodique) générée ainsi que les descripteurs morphologiques pour les deux microstructures.

Tout d’abord, visuellement, cette cellule virtuelle présente, comme la microstructure réelle de référence, des zones plus ou moins denses en fibres (ou en matrice) et des rayons de fibres différents. Mais, les descripteurs viennent appuyer cette impression, ils sont comparables en tout point à ceux de la microstructure réelle. Les graphes de la figure 3.26, tracés sur les mêmes intervalles, en rendent compte. Par choix, une unique cellule est présentée mais remarquons qu’il est possible de générer d’autres cellules (avec plus ou moins de fibres) dont les descripteurs seront en adéquation avec le milieu réel d’étude.

Descripteurs du premier ordre Les distributions de fibres sont comparables entre microstructures réelle et digitale, la distribution est gaussienne et la fonction de distribution cumulative suit la même évolution sur un intervalle identique. Les distances aux premiers voisins de chaque fibre sont à 70% comprises entre 0 et 0,1 unité (une certaine distance minimale est néanmoins garantie pour pouvoir mailler correctement). Certaines distances plus importantes de fibres plus isolées se retrouvent dans les deux microstructures. Rappelons que les distributions des distances aux premiers voisins des fibres est un paramètre important à prendre en compte [Vaughan et McCarthy, 2010] et celui-ci est respecté ici, preuve en est avec les graphes correspondants en figure 3.26. L’arrangement aléatoire se manifeste aussi par la fonction de distribution cumulative quasi linéaire des orientations des premiers voisins des fibres ; manifestement les fibres ne sont pas réparties en motifs.

Pour le descripteur suivant représenté sur la même figure, le mode des aires de polygones de Voronoï est déterminé à 5 unité², les distributions pour les deux cellules sont en adéquation. Les disques plus isolés présenteront un polygone de Voronoï avec une aire plus importante, c’est ce qui est observé dans les deux cas. Remarquons que les fonctions de distribution cumulative des descripteurs du premier ordre étudiés pour la microstructure digitale sont linéaires par morceaux alors que ceux de la microstructure réelle sont continus. Ceci s’explique par le faible nombre de disques choisis (56) pour la microstructure digitale, ce qui permet d’avoir une cellule plus petite et de réduire les temps de calcul. Ce faible nombre de disques et la périodicité de la cellule n’entâchent pas sa bonne représentativité vis-à-vis de la référence pour les descripteurs du premier ordre.

Descripteurs du second ordre Illustrés sur la seconde ligne de la figure 3.26, les descripteurs du second ordre sont en bon accord entre microstructure réelle et digitale. La covariance permet dans

un premier temps d'asseoir l'isotropie dans le plan transverse de la cellule (caractère aléatoire de la distribution de fibres). Le covariogramme présente, en effet, un unique pic central. Les courbes du covariogramme dans quatre directions (matérialisées sur la figure) permettent de donner une distance caractéristique évaluée à 1 rayon dans le cas de la microstructure réelle et 1,1 rayon dans le cas de la cellule digitale. Les courbes oscillent ensuite autour de la valeur du carré de la fraction surfacique des disques.

Quant à la fonction de Ripley, les courbes se superposent et sont très similaires (l'estimateur de Ripley donne nécessairement le même résultat et n'a pas été représenté sur la figure 3.26). La première valeur non nulle de la fonction de Ripley se trouve pour une distance de l'ordre d'un diamètre moyen : les fibres sont pour la plupart proches du contact avec leurs premières fibres voisines. Les fluctuations de la courbe de la fonction de Ripley associée à la microstructure digitale tiennent du faible nombre de disques.

Enfin, dernier descripteur illustré, la fonction de distribution radiale. Les signaux, bien que fortement oscillants, sont en bon accord. Ces courbes mettent en avant le caractère aléatoire des microstructures (par opposition aux courbes de distribution radiale de la figure 3.15 pour les motifs hexagonaux ou carrés). Toutefois, le premier pic, commun aux deux courbes, se situe autour d'une distance d'un diamètre de fibre et rend compte de la proximité des fibres entre elles au sein de la microstructure. Un second pic se devine pour une distance de 4 (soit 2 diamètres).

Cette cellule semble donc bien choisie, les descripteurs statistiques et spatiaux du premier et second ordre sont en forte adéquation. Morphologiquement, cette cellule ressemble beaucoup à la microstructure réelle de référence. Ce résultat pourrait être appuyé par des tests d'hypothèse entre les distributions obtenues sur les microstructures réelle et digitale. Notamment afin de choisir la cellule "la plus représentative" à partir d'une série de cellule générées. Le test de Kolmogorov-Smirnov serait particulièrement adapté et a été utilisé à cette fin par Chermaneanu [Chermaneanu, 2012] ou encore Liu et Ghoshal [Liu et Ghoshal, 2014].

La cellule précédemment présentée contient un nombre de fibres plus faible (que la microstructure obtenue au MEB), d'où un nombre d'éléments réduit pour la cellule maillée et des temps de calcul plus courts. La distance minimale inter-fibre est maîtrisée et permet un maillage facilité. De plus, la cellule est périodique, permettant d'imposer des conditions aux limites périodiques rigoureuses et garantit une meilleure convergence des résultats de calculs (comme explicité dans le paragraphe 3.1.3.B). Il s'agit donc bien d'une cellule digitale représentative morphologiquement de la microstructure réelle. Les premiers calculs de micromécanique sur cette cellule vont permettre de déterminer la précision des propriétés apparentes obtenues.

3.3.3 Cadre Éléments Finis et mises en données

La cellule représentative (et maillée) est choisie, les descripteurs statistiques de la microstructure réelle et digitale sont en adéquation. Il est alors possible de réaliser des calculs micromécaniques par la méthode des Éléments Finis. La notion de portée intégrale est aussi employée afin d'estimer la précision de la mesure des propriétés calculées avec la cellule.

3.3.3.A Homogénéisation en élasticité linéaire

Dans le cadre de l'élasticité linéaire, six essais élémentaires (illustrés en figure 3.27 et détaillés par exemple dans [Dirrenberger, 2012]) sur la cellule 3D suffisent à définir les tenseurs apparents des modules d'élasticité $\underline{\underline{\mathbf{C}}}$ (aussi appelé tenseur de Hooke) et de souplesse $\underline{\underline{\mathbf{S}}}$, tous les deux tenseurs du 4^{ème} ordre et liés par les relations 3.19 et 3.20 aux tenseurs des contraintes $\underline{\underline{\mathbf{\Sigma}}}$ et des déformations $\underline{\underline{\mathbf{E}}}$. Aussi, l'égalité $\underline{\underline{\mathbf{C}}}^{-1} = \underline{\underline{\mathbf{S}}}$ est assurée.

$$\underline{\underline{\mathbf{\Sigma}}} = \underline{\underline{\mathbf{C}}} : \underline{\underline{\mathbf{E}}} \quad (3.19)$$

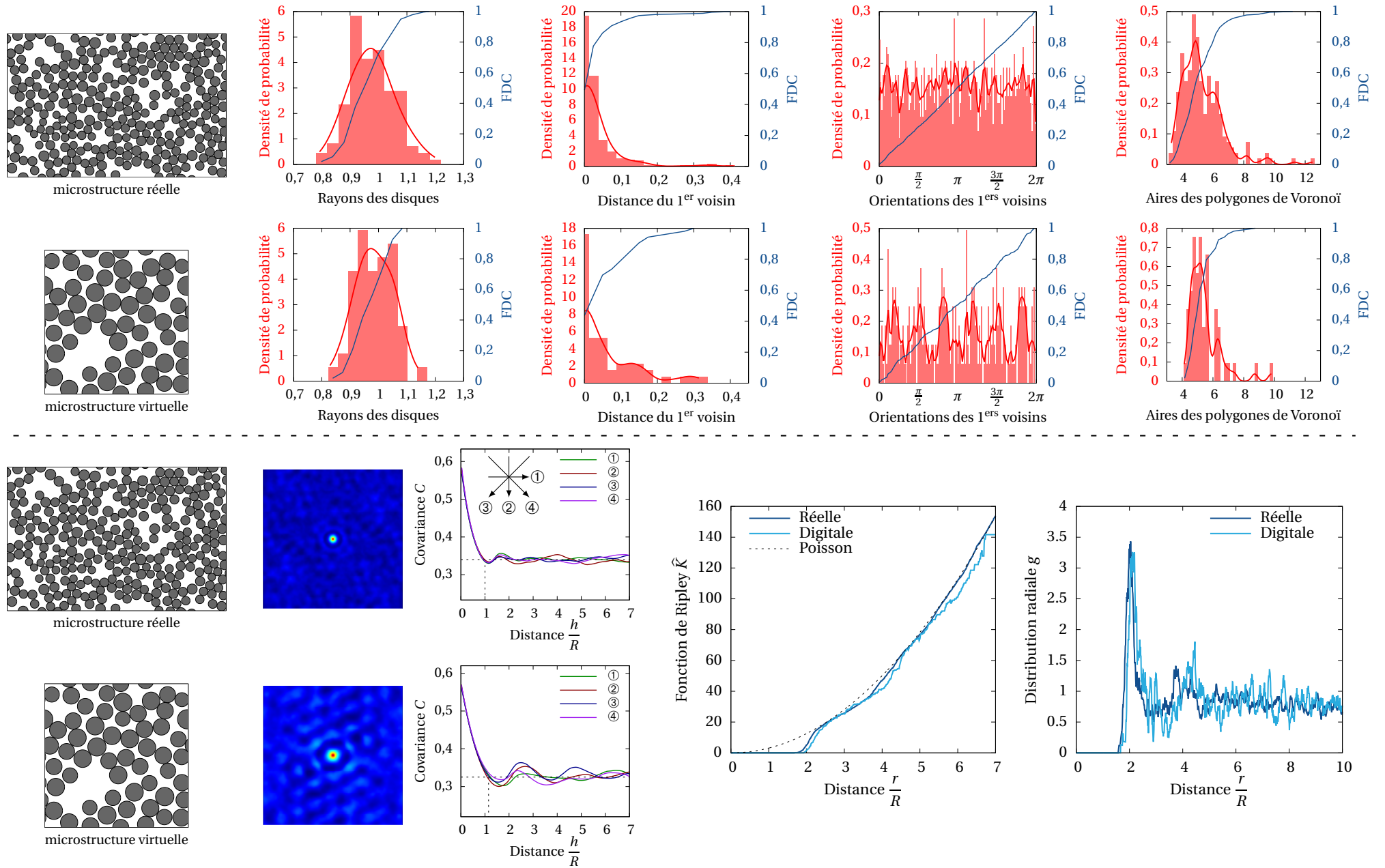


FIGURE 3.26 – Comparaison des descripteurs morphologiques des microstructures réelle et digitale. 1^{ère} ligne, de gauche à droite : représentation de la microstructure, densité de probabilité et fonction de distribution cumultaive (FDC) des rayons des différents disques, des distances des premiers voisins, des orientations des premiers voisins de chaque fibre et des aires des polygones de Voronoï; 2^{ème} ligne : covariogrammes 2D, courbes de la covariance dans quatre directions différentes (de ① à ④), fonctions de Ripley \hat{K} et fonctions de distribution radiale g .

$$\underline{\underline{\mathbf{E}}} = \underline{\underline{\mathbf{S}}} : \underline{\underline{\Sigma}} \quad (3.20)$$

FIGURE 3.27 – Illustration des six essais élémentaires requis sur la cellule : (de gauche à droite) essais de traction dans le sens des fibres et dans les sens transverses, essais de cisaillement dans les différents plans.

En notations de Voigt, les expressions 3.19 et 3.20 se réécrivent sous la forme de produits matrice-vecteur données ci-après (relations 3.21 et 3.22). Notons le jeu de coefficients introduit dans l'écriture de $[S]$ pour garantir la relation d'inversion initiale sous forme de tenseurs $\underline{\underline{\mathbf{C}}}^{-1} = \underline{\underline{\mathbf{S}}}$.

$$\begin{Bmatrix} \{\Sigma\} \\ \Sigma_{11} \\ \Sigma_{22} \\ \Sigma_{33} \\ \Sigma_{23} \\ \Sigma_{31} \\ \Sigma_{12} \end{Bmatrix} = \begin{Bmatrix} [C] \\ C_{1111} & C_{1122} & C_{1133} & C_{1123} & C_{1131} & C_{1112} \\ C_{2211} & C_{2222} & C_{2233} & C_{2223} & C_{2231} & C_{2212} \\ C_{3311} & C_{3322} & C_{3333} & C_{3323} & C_{3331} & C_{3312} \\ C_{2311} & C_{2322} & C_{2333} & C_{2323} & C_{2331} & C_{2312} \\ C_{3111} & C_{3122} & C_{3133} & C_{3123} & C_{3131} & C_{3112} \\ C_{1211} & C_{1222} & C_{1233} & C_{1223} & C_{1231} & C_{1212} \end{Bmatrix} \begin{Bmatrix} \{E\} \\ E_{11} \\ E_{22} \\ E_{33} \\ 2E_{23} \\ 2E_{31} \\ 2E_{12} \end{Bmatrix} \quad (3.21)$$

$$\begin{Bmatrix} \{E\} \\ E_{11} \\ E_{22} \\ E_{33} \\ 2E_{23} \\ 2E_{31} \\ 2E_{12} \end{Bmatrix} = \begin{Bmatrix} [S] \\ S_{1111} & S_{1122} & S_{1133} & 2S_{1123} & 2S_{1131} & 2S_{1112} \\ S_{2211} & S_{2222} & S_{2233} & 2S_{2223} & 2S_{2231} & 2S_{2212} \\ S_{3311} & S_{3322} & S_{3333} & 2S_{3323} & 2S_{3331} & 2S_{3312} \\ 2S_{2311} & 2S_{2322} & 2S_{2333} & 4S_{2323} & 4S_{2331} & 4S_{2312} \\ 2S_{3111} & 2S_{3122} & 2S_{3133} & 4S_{3123} & 4S_{3131} & 4S_{3112} \\ 2S_{1211} & 2S_{1222} & 2S_{1233} & 4S_{1223} & 4S_{1231} & 4S_{1212} \end{Bmatrix} \begin{Bmatrix} \{\Sigma\} \\ \Sigma_{11} \\ \Sigma_{22} \\ \Sigma_{33} \\ \Sigma_{23} \\ \Sigma_{31} \\ \Sigma_{12} \end{Bmatrix} \quad (3.22)$$

Les essais (élémentaires et numériques) illustrés en figure 3.27, où successivement les termes E_{ij} ou Σ_{ij} sont nuls sauf un, entraînent des relations linéaires donnant accès aux coefficients des matrices $[C]$ ou $[S]$ [Dirrenberger, 2012].

3.3.3.B Maillages et propriétés des constituants

Maillages considérés La cellule associée au composite FV-PA11 de cette étude a été présentée en partie 3.3.2.B. Le maillage utilisé dans ce qui suit est illustré en figure 3.28(a). Le repère associé est joint à cette figure, la direction 1 est définie dans le sens des fibres, les directions 2 et 3 matérialisent

le sens transverse. Sauf mention contraire, ce système sera utilisé pour toutes les modélisations. Le maillage est similaire à celui proposé en figure 3.23, il est néanmoins extrudé sur un unique élément pour pouvoir réaliser des calculs avec un formalisme d'éléments périodiques en grandes déformations. En effet, il n'existe pas d'éléments 2,5D périodiques en grandes déformations dans ZeBuLoN, ce qui aurait permis de s'affranchir de la direction longitudinale (celle des fibres) et de ne travailler qu'avec des maillages 2D, moins riches en points d'intégration. Le maillage de la figure 3.28 contient 83966 nœuds et 44939 éléments, principalement des hexaèdres *c3d8r* linéaires réduits et quelques prismes *c3d6r*, eux aussi linéaires réduits (moins de 1% en nombre).

Alors que Melro *et al.* [Melro *et al.*, 2012] ont montré que l'épaisseur de la cellule d'étude avait une influence sur le module longitudinal, dans cette étude, un tel résultat n'a pas été constaté. L'épaisseur et le nombre d'éléments dans l'épaisseur n'a qu'une influence minime sur les propriétés apparentes linéaires élastiques calculées (les différences sont de l'ordre de 0,01% sur les composantes de [C] ou [S]). Ainsi, le maillage 2D de la section du matériau est extrudé sur un unique élément sur une distance arbitraire. Pour rappel, la taille de maille de la cellule a une influence faible sur le comportement transverse calculé, ce résultat sera montré au chapitre 4.

Le maillage d'une cellule de référence, à arrangement hexagonal, est illustré en figure 3.28(b) (à noter que les longueurs suivant 2 et 3 ne sont pas rigoureusement égales, le motif nécessitant une section rectangulaire). Les résultats obtenus sur cette cellule idéalisée permettront de mettre en évidence l'apport du choix d'une cellule aléatoire représentative. Ce maillage 3.28(b) est composé de 44070 nœuds et de 21824 éléments hexaèdres *c3d8r* linéaires réduits et quelques prismes *c3d6r* linéaires réduits. La distance inter-fibres étant importante dans cet arrangement, la finesse du maillage nécessaire est moins importante, les gradients de déformations et de contraintes étant plus faibles. Notons aussi que la modélisation de cet arrangement aurait pu être traitée, pour un temps de calcul plus faible, par une cellule simplifiée telle qu'illustrée en figure 3.28(c). La fraction volumique de fibres de cette cellule à arrangement hexagonal est rigoureusement identique à celle de la cellule aléatoire, soit 57%. Dans la suite, par commodité, la cellule aléatoire pourra être notée ⊞ et la cellule à arrangement hexagonal ⊞ .

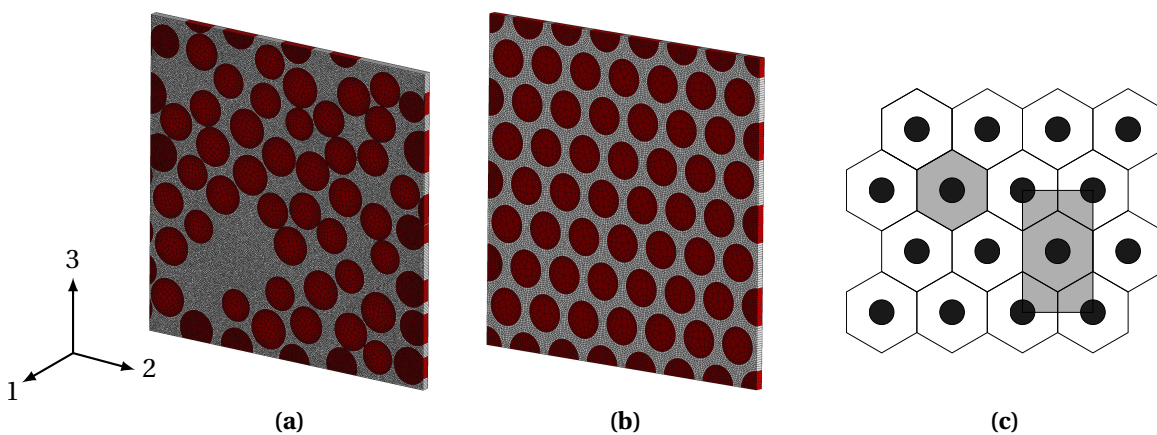


FIGURE 3.28 – Illustrations des maillages des cellules (a) ⊞ aléatoire morphologiquement représentative du composite FV-PA11 et (b) ⊞ à arrangement hexagonal avec le repère associé; (c) motifs possibles pour le choix de la cellule à arrangement hexagonal (d'après [Bornert *et al.*, 2001a]).

Propriétés des constituants Le modèle de comportement de la matrice (PA11) utilisé dans ce qui suit a été détaillé au chapitre 2 dont les paramètres sont donnés dans les tableaux 2.1, 2.2 et 2.3. Dans un premier temps, seules les constantes élastiques sont utilisées.

Le renfort est constitué de fibres de verre, considérées comme linéaires élastiques et isotropes. Les propriétés sont données dans le tableau 3.2 et correspondent à des fibres de verre de type E [Berthelot, 2012].

TABLEAU 3.2 – Paramètres élastiques E et ν des fibres de verre.

Paramètre [Unité]	Valeur
E [MPa]	70 000
ν [-]	0,22

3.3.3.C Écriture des conditions aux limites sous ZeBuLoN

Les conditions aux limites périodiques (présentées au paragraphe 3.1.1.B) sont utilisées pour réaliser les calculs micromécaniques sur cette cellule. Le code de calcul Z-set/ZeBuLoN [Feyel et Chaboche, 2000, Missoum-Benziane *et al.*, 2011] permet l'utilisation d'éléments spécifiques dits périodiques munis de 6 degrés de liberté supplémentaires par rapport aux éléments standard pour prendre en compte la déformation macroscopique, notés E_{ij} [Dirrenberger, 2012]. Dans le cas des grandes déformations, l'élément périodique est enrichi de 9 composantes, notées F_{ij} (composantes du gradient de la transformation macroscopique \mathbf{F}) telles que $E_{ij} = F_{ij} - \delta_{ij}$ où δ_{ij} est le symbole de Kronecker [Iltchev, 2014]. Ces éléments périodiques ont été utilisés dans cette étude. Il s'agit d'imposer, par choix, la déformation ou la contrainte macroscopique sur la cellule. Dans le cadre de l'élasticité linéaire, les deux approches donneront des résultats identiques (vérifié à la section 3.4.1). Néanmoins, si les constituants de la cellule présentent des comportements non-linéaires, l'approche en contrainte sera préférée, notamment pour le tracé des surfaces de charge : les trajets radiaux sont alors bien définis dans le repère des contraintes (voir [Bornert *et al.*, 2001a], chapitre 3).

Les conditions aux limites particulières dans le cas d'éléments périodiques sont données en détails dans les travaux de thèse de Dirrenberger [Dirrenberger, 2012] ou Iltchev [Iltchev, 2014] et sont rappelés brièvement en annexe B. Les approches en sollicitation de déformation macroscopique imposée ou de contrainte macroscopique imposée sont ainsi possibles.

3.4 Calculs en élasticité linéaire et représentativité

Les six essais élémentaires – tractions uniaxiales suivant les directions 1, 2 et enfin 3 et les essais de cisaillement dans les plans (1,2), (2,3) et (3,1) – sont appliqués sur des cellules aléatoires ou à arrangement hexagonal, permettant d'en déterminer les matrices de raideur ou de souplesse. La représentativité des grandeurs calculées est ensuite discutée à la lumière de la portée intégrale. Enfin, les propriétés effectives de la cellule représentative du milieu d'étude sont proposées.

3.4.1 Cellule aléatoire de 56 fibres

Une unique cellule générée de manière aléatoire est considérée : il s'agit de la cellule présentée en figures 3.26 et 3.28.

3.4.1.A Application de l'homogénéisation en élasticité linéaire sur une unique cellule aléatoire

La matrice de raideur $[C]$ obtenue, en imposant les déformations globales E_{ij} , est donnée par l'équation 3.23.

$$[C] \approx \begin{bmatrix} 42416 & 3548 & 3668 & 0 & 0 & 0 \\ 3548 & 8229 & 4264 & 0 & 0 & 0 \\ 3668 & 4264 & 8797 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 2203 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 2198 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 2041 \end{bmatrix} \text{ MPa} \quad (3.23)$$

De manière analogue, on obtient la matrice de souplesse $[S]$ (en imposant les résultantes RE_{ij}).

$$[S] \approx \begin{bmatrix} 2,48.10^{-5} & -7,11.10^{-6} & -6,88.10^{-6} & 0 & 0 & 0 \\ -7,11.10^{-6} & 1,66.10^{-4} & -7,67.10^{-5} & 0 & 0 & 0 \\ -6,88.10^{-6} & -7,67.10^{-5} & 1,56.10^{-4} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 4,54.10^{-4} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 4,55.10^{-4} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 4,90.10^{-4} \end{bmatrix} \text{ MPa}^{-1} \quad (3.24)$$

Le matériau est manifestement orthotrope alors que, théoriquement, il devrait être isotrope transverse. Dès lors, une réalisation avec ce nombre de fibres dans la cellule (ou le nombre de réalisations effectuées avec ce type de cellule) est insuffisant pour garantir une bonne représentativité des propriétés linéaires élastiques du matériau. D'autres cellules sont utilisées dans ce qui suit. Poursuivons néanmoins avec ce premier calcul : de cette expression 3.24, le module d'élasticité dans la direction 1 est calculé tel que :

$$\frac{1}{E_1} = S_{1111} \quad \Rightarrow \quad E_1 = 40378 \text{ MPa} \quad (3.25)$$

Ce résultat est en adéquation avec l'estimation de Voigt (première équation des relations C.5 données en annexe C) qui donne $E_1 = 40481 \text{ MPa}$.

Des cellules avec plusieurs éléments dans l'épaisseur ou une taille de maille globale plus petite donnent des résultats équivalents. Il n'y a pas d'influence de l'épaisseur de la cellule sur les propriétés homogénéisées en élasticité linéaire et le maillage proposé est à convergence.

Les 9 coefficients d'orthotropie de la cellule sont calculés simplement à partir de la matrice de souplesse $[S]$ [Berthelot, 2012] (dont l'expression est rappelée par la relation C.1 en annexe C) et reportés dans le tableau 3.3. Il s'agit des modules d'élasticité E_1 , E_2 , E_3 dans les directions d'orthotropie ; des modules de cisaillement G_{12} , G_{23} , G_{31} et des coefficients de contraction ν_{12} , ν_{23} et ν_{31} .

Remarquons que d'après les résultats précédents, l'écart relatif entre les valeurs E_2 et E_3 est de 6,47%. Cet écart est hypothétiquement nul pour une cellule de dimensions infinies ou pour un nombre infini de réalisations (et ce, même sur des cellules à faible nombre de fibres).

3.4.1.B Application de la portée intégrale

Les coefficients précédemment établis sont calculés à partir d'une unique cellule dont les descripteurs statistiques et spatiaux sont en adéquation avec la vraie microstructure caractérisée.

TABLEAU 3.3 – Coefficients d'orthotropie du matériau composite FV-PA11 calculés par homogénéisation numérique en élasticité linéaire sur une cellule aléatoire morphologiquement représentative de 56 fibres.

Paramètre [Unité]	Valeur
E_1 [MPa]	40378
E_2 [MPa]	6011
E_3 [MPa]	6413
G_{12} [MPa]	2041
G_{23} [MPa]	2203
G_{31} [MPa]	2198
$\nu_{12} = \nu_{21}$ [-]	0,29
$\nu_{23} = \nu_{32}$ [-]	0,47
$\nu_{31} = \nu_{13}$ [-]	0,28

Néanmoins, une erreur relative est inhérente à ces calculs, les propriétés apparentes mesurées ne sont pas les propriétés effectives (le milieu choisi étant fini avec un nombre de fibres fixé). La cellule est toutefois représentative du point de vue de sa morphologie (c'est ce qui est vérifié par l'utilisation de descripteurs morphologiques) mais quid de la représentativité des grandeurs calculées ? C'est ce que permet de quantifier la portée intégrale.

Les variances des champs locaux obtenus par les calculs EF sont analysées (vis-à-vis de la grandeur calculée). La méthode (détaillée en partie 3.1.4) est illustrée pour un unique cas de chargement (traction transverse dans la direction 2) puis les autres résultats sont reportés dans le tableau 3.4.

Essai élémentaire de traction transverse Le calcul à contrainte macroscopique imposée suivant la direction 2 donne accès aux champs des déformations locales ε_{22} . Le graphe 3.29(a) représente les variances $D_{\varepsilon_{22}}^2(S)$ en fonction des surfaces des sous-domaines S . Cette courbe est tracée en échelle bilogarithmique en figure 3.29(b) ainsi que la droite de regression linéaire (en pointillé) déterminée et optimisée sur la dernière partie. Les premiers points ne sont pas sur cette droite parce que les sous-domaines étudiés sont trop petits et ne peuvent pas être représentatifs. Les derniers points non plus, ce qui s'explique par le trop faible nombre de sous-volumes alors pris en considération. Comme discuté par Altendorf [Altendorf, 2011], la recherche de la droite peut inévitablement donner différents résultats (en fonction de la plage sur laquelle la regression linéaire est réalisée). La même méthode (recherche automatisée de la pente par optimisation) est mise en œuvre pour tous les calculs de cette étude afin d'être le plus objectif possible.

Les termes γ et $D_{\varepsilon_{22}}^2 A_3^Y$ sont déterminés par la droite de corrélation et sont respectivement le coefficient directeur et l'ordonnée à l'origine de la droite en pointillé avec $\gamma = 0,7698$ et $D_{\varepsilon_{22}}^2 A_3^Y = 1,15 \cdot 10^{-5}$. L'expression 3.16 de l'erreur relative ϵ_{rela} permet d'établir pour la grandeur E_2 : $\epsilon_{\text{rela}} = 15,13\%$ ($n = 1$, un seul calcul est considéré sur cette cellule). Cette valeur de 15,13% est bien au-delà de l'écart relatif calculé précédemment (6,47% entre E_2 et E_3) pour la cellule aléatoire de 56 fibres. La valeur obtenue par la portée intégrale est donc conservative. Aussi, avec l'équation 3.18, il est possible de déterminer le nombre de réalisations (génération de microstructures et calcul associé)

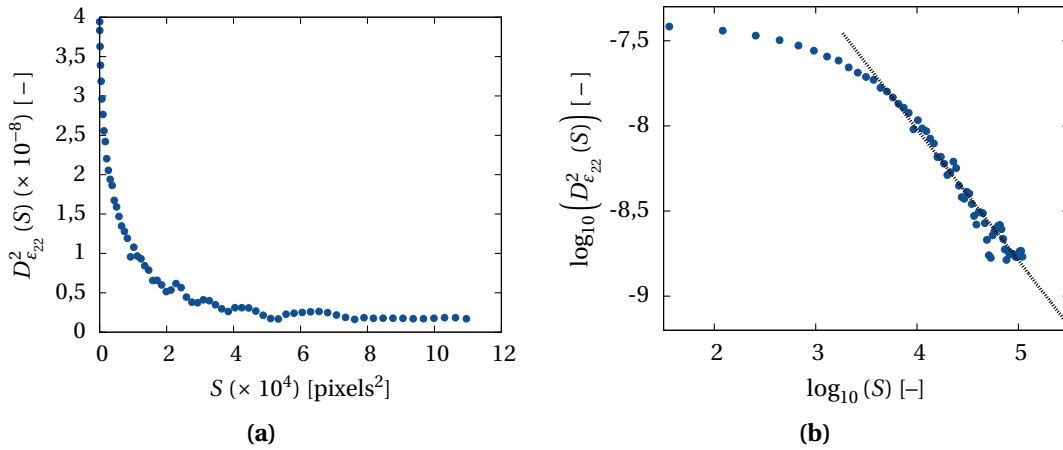


FIGURE 3.29 – (a) Variances $D_{\epsilon_{22}}^2(S)$ en fonction des surfaces des sous-domaines S pour le calcul de E_2 ; (b) Représentation en échelle bilogarithmique de la courbe précédente avec la droite de corrélation correspondante.

nécessaires pour garantir une erreur relative fixée. Ainsi, pour des erreurs relatives de $\epsilon_{\text{rela}} = 5\%$, 2% et 1% le nombre de réalisations nécessaires est respectivement de 10, 58 et 229.

Résultats de l'utilisation de la portée intégrale Une analyse similaire est réalisée sur les grandeurs locales pertinentes et sur la base des six essais élémentaires de l'élasticité linéaire. Le tableau 3.4 résume les différents coefficients précédemment établis avec les erreurs relatives correspondantes et les nombres de réalisations nécessaires pour atteindre $\epsilon_{\text{rela}} = 5\%$, 2% et 1% .

TABEAU 3.4 – Erreurs relatives calculées sur chacun des coefficients d'orthotropie de la cellule aléatoire de 56 fibres et nombre de réalisations nécessaires sur des cellules de même nombre de fibres pour atteindre des erreurs relatives $\epsilon_{\text{rela}} = 5\%$, 2% et 1% .

Paramètre [Unité]	Valeur	1 réalisation	$\epsilon_{\text{rela}} = 5\%$	$\epsilon_{\text{rela}} = 2\%$	$\epsilon_{\text{rela}} = 1\%$
		$\epsilon_{\text{rela}} [\%]$	Nombre de réalisations nécessaires		
E_1 [MPa]	40378	≈ 0	-	-	-
E_2 [MPa]	6011	15,13	10	58	229
E_3 [MPa]	6413	13,61	8	47	186
G_{12} [MPa]	2041	20,58	17	106	424
G_{23} [MPa]	2203	27,21	30	186	741
G_{31} [MPa]	2198	13,14	7	44	173
$\nu_{12} = \nu_{21}$ [-]	0,29	6,31	2	10	40
$\nu_{23} = \nu_{32}$ [-]	0,47	17,44	13	77	305
$\nu_{31} = \nu_{13}$ [-]	0,28	3,7	-	4	14

Ces résultats sont valables pour une cellule de 56 fibres à 57% en fraction volumique dont les descripteurs morphologiques sont en adéquation avec ceux de la vraie microstructure du matériau. D'autres cellules avec les mêmes caractéristiques ont été générées et présentent des résultats

équivalents. Dans le sens des fibres, l'erreur relative calculée est quasiment nulle. Dans les directions transverses, donc sur les modules E_2 et E_3 , l'erreur relative s'élève à environ 15%. Notons qu'il n'y a pas de raison – puisque l'arrangement est censé être aléatoire – qu'une direction transverse (en l'occurrence, portée par 3) présente un module plus fort qu'une autre (2). C'est bien ce qui est vérifié en prenant en compte les erreurs relatives. Le constat est le même sur les modules de cisaillement ou les coefficients de Poisson. Une unique cellule de 56 fibres n'est pas assez riche en information pour obtenir des propriétés apparentes proches des propriétés effectives.

Il sera nécessaire, dans le cas où une erreur relative faible est recherchée, de sélectionner une cellule avec un nombre de fibres plus important (cette possibilité est étudiée à la section suivante 3.4.2) ou de réaliser de nombreux calculs sur différentes cellules à même nombre de fibres.

3.4.2 Vers les propriétés effectives

La notion de portée intégrale permet de quantifier le nombre de calculs nécessaires (ou la dimension de la cellule) pour obtenir des valeurs apparentes proches des valeurs effectives. Différentes cellules sont générées avec un nombre croissant de fibres afin de déterminer la dimension du VER tel qu'une seule réalisation permette d'accéder, à une erreur relative fixée, aux propriétés effectives.

3.4.2.A Représentativité : une double exigence

D'une part, la cellule doit être représentative morphologiquement, *i.e.* les descripteurs morphologiques doivent être en accord entre microstructures réelle et digitale. D'autre part, pour que les propriétés apparentes calculées soient pertinentes, il faut garantir une erreur relative faible (dont la valeur peut être fixée au préalable).

Pour rappel, il existe autant de VERs que de propriétés à calculer *a priori* (ceci vient de la définition même du VER détaillée en section 3.1.3). Dans le cadre de l'élasticité linéaire, six essais élémentaires sont nécessaires afin de déterminer les matrices de raideur ou de souplesse. Chacun des coefficients obtenus présente une erreur relative qui peut être déterminée via la portée intégrale. Autrement dit, pour le même matériau, que ce soit pour le calcul du module dans le sens des fibres (E_1) ou transverse (E_2 ou E_3), la cellule à considérer (en termes de nombre de fibres et pour garantir une certaine représentativité) ne sera pas nécessairement la même. Deux choix possibles se distinguent : déterminer un VER garantissant une erreur ϵ_{rela} donnée pour tous les coefficients de $[C]$ ou $[S]$; ou s'intéresser à une propriété en particulier et déterminer le VER pertinent vis-à-vis de celle-ci. Cette dernière possibilité se trouve être la moins contraignante et peut être mise en œuvre tout en assurant une représentativité correcte et quantifiée des autres propriétés.

3.4.2.B Évolution de l'erreur relative avec le nombre de fibres considérées

Des cellules de 30, 56, 80, 120, 200, 300 et 500 fibres sont générées. Les descripteurs morphologiques de ces nouvelles cellules sont fidèles à ceux du matériau FV-PA11. Les paramètres de l'outil de génération de microstructures aléatoires (présenté en partie 3.3.1), qui ont permis de générer la cellule aléatoire de 56 fibres et étudiée en figure 3.26, sont conservés identiques pour atteindre cet objectif. La figure 3.30 représente chacune des cellules utilisées pour obtenir les résultats présentés ci-après. Notons que pour toutes ces cellules, des zones dépourvues de fibres sont visibles. Ces dernières sont nécessaires pour être en adéquation avec le descripteur de la distribution des aires des polygones de Voronoï (les fibres autour de ces trous vont alors présenter des aires plus importantes qu'un amas de plusieurs fibres très proches les unes des autres).

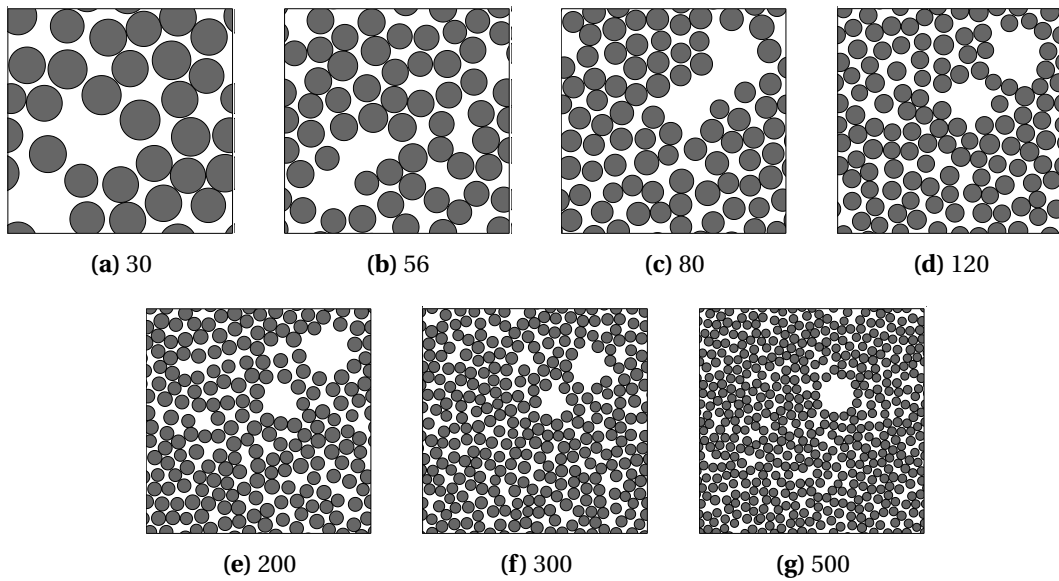


FIGURE 3.30 – Cellules générées pour le calcul des coefficients d'orthotropie du matériau; le nombre de fibres considéré pour chaque cellule est donné en légende.

Les graphes de la figure 3.31 illustrent l'évolution des propriétés apparentes calculées en fonction du nombre de fibres considérées dans les cellules. Les erreurs relatives calculées par la portée intégrale sont proposées sous forme de fuseaux et les erreurs relatives de 5 et 10% sont matérialisées par les courbes en traits pleins et pointillé, respectivement.

Les graphes de la figure 3.31 permettent d'établir plusieurs résultats. Tout d'abord, le fait d'utiliser des petites cellules génère un biais important dans le calcul des modules élastiques, c'est un résultat connu dans la littérature [Huet, 1990, Sab, 1992]. L'erreur commise sur les valeurs peut atteindre plusieurs dizaines de pourcents, d'où l'intérêt de prendre garde au nombre de fibres considérées. Les modules transverses E_2 et E_3 convergent vers une seule et même valeur lorsque le nombre de fibres augmente. Ceci est également vrai pour les coefficients de contraction ν_{12} et ν_{13} . Ce résultat est tout à fait cohérent et attendu : les directions 2 et 3 doivent être équivalentes puisque le matériau est, par nature, isotrope transverse. L'erreur relative calculée par la méthode graphique présentée précédemment diminue lorsque le volume de la cellule augmente (autrement dit, lorsque le nombre de fibres considérées augmente). Théoriquement, à l'infini, les valeurs des différents coefficients élastiques d'anisotropie convergent vers leurs valeurs effectives. Seules des valeurs approchées sont permises ici. Les graphes permettent de déterminer, pour un coefficient donné et en une unique réalisation, le nombre de fibres qu'il faut garantir dans la cellule pour atteindre une certaine erreur relative sur la propriété. Par exemple, afin de déterminer le module transverse effectif – E_2 ou E_3 – à une erreur relative de 10%, une cellule de 170 fibres est nécessaire. Ce qui se traduit par une cellule carrée de 30 rayons moyens de côté. Ce résultat est en accord avec les travaux de Trias Mansilla [Trias Mansilla, 2005, Trias Mansilla *et al.*, 2006b] (bien que le contraste entre renfort et matrice diffère entre ces travaux et la présente étude). Trias Mansilla établit, par vérification du lemme de Hill (relation 3.5), qu'un côté de cellule carrée doit mesurer au minimum 30 rayons moyens pour obtenir la valeur du module transverse effectif avec une erreur de 10%. D'après la figure 3.31(a), une cellule de 400 fibres est nécessaire pour déterminer les modules transverses effectifs avec une erreur relative de 5%.

Des résultats similaires peuvent être établis par l'analyse des autres graphes de la figure 3.31. Si une erreur relative de 5% est requise sur l'ensemble des coefficients du tenseur de souplesse, les grandeurs transverses, notamment le module de cisaillement G_{23} et le coefficient de contraction ν_{23} , sont limitantes et nécessitent de considérer une cellule avec un nombre de fibres très important. La

cellule de 500 fibres permet à peine d'atteindre les valeurs effectives de ν_{23} et G_{23} (graphes 3.31(c) et 3.31(e), respectivement). En revanche, les grandeurs ν_{12} , ν_{13} , G_{12} et G_{13} ne requièrent pas un nombre de fibres très important pour garantir une erreur relative inférieure à 5% sur leur calcul (et pour une unique réalisation). Enfin, il est à noter que le coefficient de contraction ν_{23} peut être supérieur à 0,5 dans le cas d'un matériau anisotrope, ce qui est le cas ici.

Toutefois, réaliser plusieurs calculs sur de "petits volumes" peut s'avérer intéressant. En effet, les générations de cellules à petit nombre de fibres et les calculs EF sur celles-ci sont moins coûteux en temps de calcul et peuvent être réalisés de manière simultanée sur plusieurs machines. Il s'agit d'un compromis en fonction du matériel et du temps à disposition. Les graphes de la figure 3.32 représentent le nombre de calculs qu'il sera nécessaire de réaliser pour obtenir une erreur relative arbitraire (ici, 1%, 2% ou 5%). Par exemple, pour le module transverse (figure 3.32(a)), au minimum 120 réalisations sont nécessaires sur des cellules de 120 fibres pour avoir une erreur relative de 1%. Le module est alors obtenu par la moyenne des propriétés apparentes calculées sur ces 120 réalisations. Néanmoins, pour une erreur relative de 5%, seulement 5 réalisations des cellules composées de 120 fibres sont nécessaires. Les propriétés difficiles à obtenir avec une erreur relative faible sont les grandeurs G_{23} et ν_{23} (3.31 et 3.32).

Notons que pour obtenir une matrice de souplesse avec une erreur relative faible, une cellule avec un nombre de fibres très important est nécessaire. La portée intégrale permet alors de donner les valeurs des coefficients avec une erreur relative maîtrisée.

3.4.2.C Propriétés effectives

D'après les résultats obtenus précédemment avec la notion de portée intégrale, la matrice de souplesse (et par extension, celle de raideur) peut être calculée avec une erreur relative de 5% (notons que cette valeur de 5% est un choix arbitraire). Ce résultat est donné en équation 3.26, cette matrice est notée $[S^{5\%}]$, et a été obtenue par la moyenne des coefficients calculées sur plusieurs réalisations de cellules de 500 fibres.

$$[S^{5\%}] \approx \begin{bmatrix} 2,48.10^{-5} & -7,05.10^{-6} & -7,06.10^{-6} & 0 & 0 & 0 \\ -7,05.10^{-6} & 1,65.10^{-4} & -8,04.10^{-5} & 0 & 0 & 0 \\ -7,06.10^{-6} & -8,04.10^{-5} & 1,65.10^{-4} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 5,05.10^{-4} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 4,97.10^{-4} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 4,98.10^{-4} \end{bmatrix} \text{MPa}^{-1} \quad (3.26)$$

D'où sont calculés les coefficients d'orthotropie du matériau composite FV-PA11 à partir de plusieurs grandes cellules et donc avec une meilleure erreur relative que précédemment (tableau 3.3 établi sur une cellule aléatoire de 56 fibres). Les résultats sont reportés dans le tableau 3.5.

Les propriétés du matériau sont pratiquement celles d'un matériau isotrope transverse. Ce qui est conforme à l'attendu puisque les deux directions transverses (2 et 3) sont censées être équivalentes. Bien que la méthode de la portée intégrale garantisse une erreur maximale de 5%, notons que les coefficients censés être égaux (E_2 avec E_3 , G_{12} avec G_{31} et ν_{12} avec ν_{31}) présentent une erreur relative entre eux inférieure à 1%.

Les distances inter-fibres – variables et parfois très faibles – au sein de la cellule modifient les propriétés de celle-ci, ce résultat est notamment investigué par Melro *et al.* [Melro *et al.*, 2012] qui mènent une étude paramétrique. Voyons, en comparaison avec une cellule idéalisée au motif hexagonal, les différences en termes de coefficients d'isotropie transverse.

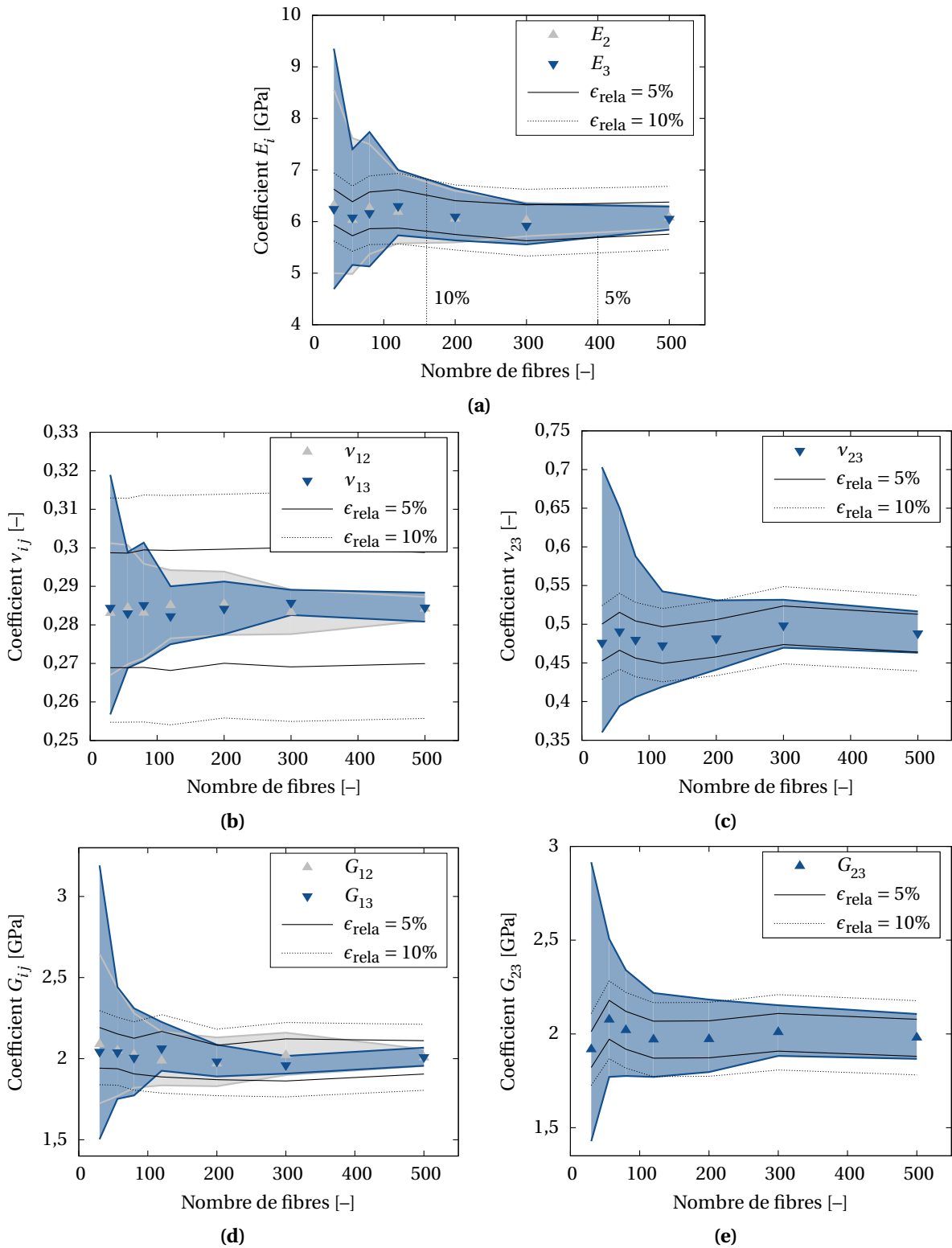


FIGURE 3.31 – Convergence des propriétés apparentes vers les propriétés effectives lorsque le nombre de fibres considérées dans la cellule augmente. Les cellules sur lesquelles sont réalisés les calculs sont illustrées en figure 3.30. Les propriétés apparentes sont marquées par des symboles, les fuseaux représentent les erreurs relatives calculées par la portée intégrale. (a) Modules transverses; (b) et (c) coefficient de contraction; (d) et (e) modules de cisaillement.

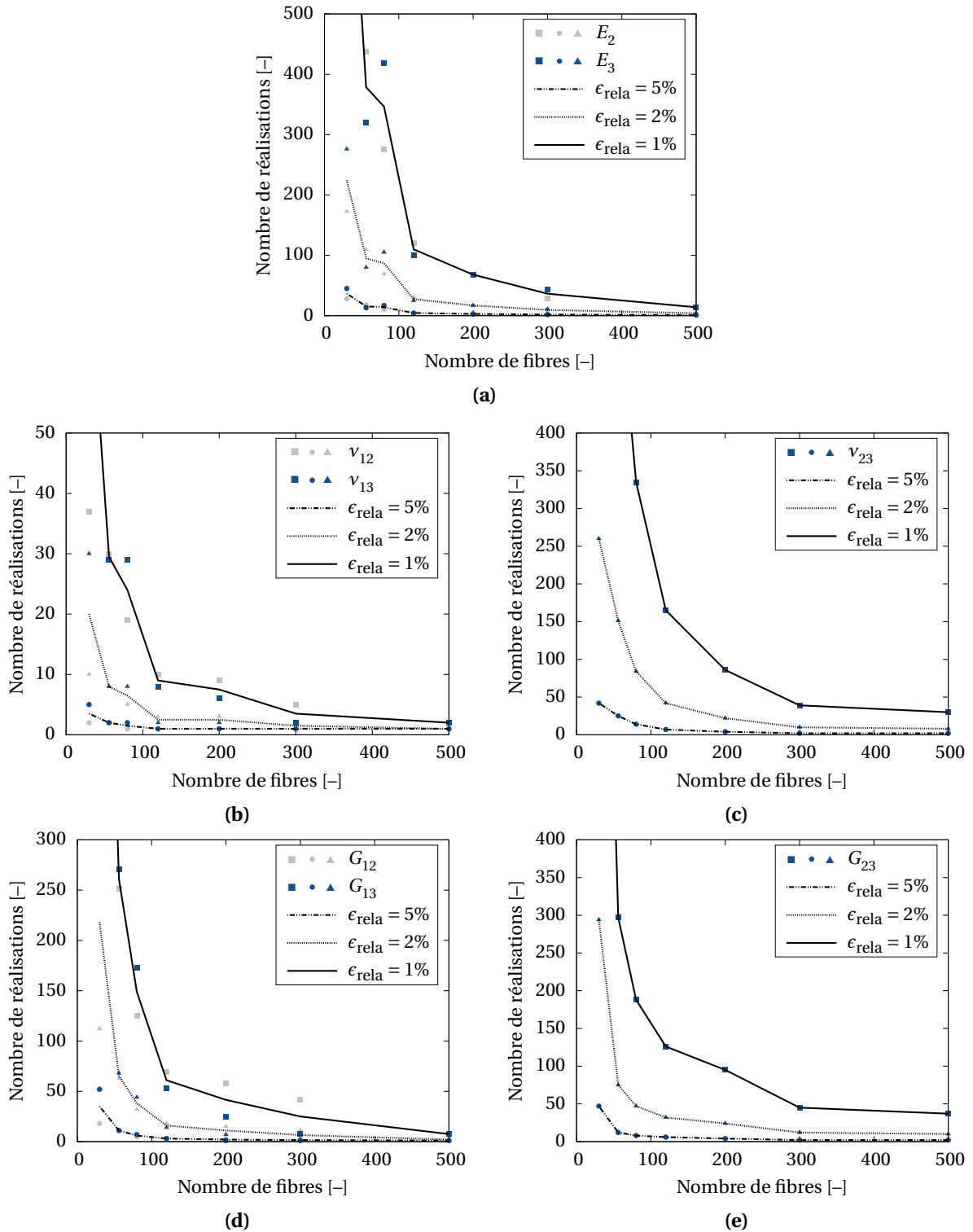


FIGURE 3.32 – Nombres de réalisations nécessaires en fonction du nombre de fibres considérées dans une cellule afin de garantir une certaine erreur relative sur le calcul des propriétés effectives (1%, 2% et 5%). (a) Modules transverses; (b) et (c) coefficient de contraction; (d) et (e) modules de cisaillement.

TABEAU 3.5 – Coefficients d'orthotropie du matériau composite FV-PA11 calculés par homogénéisation numérique en élasticité linéaire avec une erreur relative maximale de 5% sur les grandeurs effectives.

Paramètre [Unité]	Valeur
E_1 [MPa]	40 288
E_2 [MPa]	6074
E_3 [MPa]	6057
G_{12} [MPa]	2005
G_{23} [MPa]	1979
G_{31} [MPa]	2010
$\nu_{12} = \nu_{21}$ [-]	0,28
$\nu_{23} = \nu_{32}$ [-]	0,49
$\nu_{31} = \nu_{13}$ [-]	0,28

3.4.3 Comparaison des résultats à d'autres cellules ou modèles

La microstructure idéalisée à arrangement hexagonal est au cœur de nombreux travaux de la littérature pour sa simplicité. Elle permet, notamment, de ne considérer que très peu de fibres et d'établir les champs locaux exacts. Néanmoins, les résultats ne sont pas représentatifs d'une vraie microstructure (pour de nombreux matériaux composites, sauf exceptions) où les distances inter-fibres sont variables et peuvent concentrer les grandeurs locales. Dans ce qui suit, l'homogénéisation est tout de même réalisée sur une cellule à arrangement hexagonal dans le but d'enrichir une comparaison avec différents modèles de la littérature.

3.4.3.A Application de l'homogénéisation en élasticité linéaire sur une cellule idéalisée au motif hexagonal

La base d'essais élémentaires est appliquée à cette cellule à motif hexagonal. Les propriétés des matériaux constitutifs sont conservées identiques aux calculs précédents. Le maillage a été présenté en figure 3.28(b).

Les matrices de raideur et de souplesse associées à cette distribution particulière de fibres sont, respectivement, $[C^\circ]$ et $[S^\circ]$ (expressions 3.27 et 3.28).

$$[C^\circ] \approx \begin{bmatrix} 42374 & 3351 & 3351 & 0 & 0 & 0 \\ 3351 & 7503 & 4055 & 0 & 0 & 0 \\ 3351 & 4055 & 7503 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 1723 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 1671 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 1671 \end{bmatrix} \text{ MPa} \quad (3.27)$$

$$[S^{\circ}] \approx \begin{bmatrix} 2,47.10^{-5} & -7,18.10^{-6} & -7,18.10^{-6} & 0 & 0 & 0 \\ -7,18.10^{-6} & 1,92.10^{-4} & -1,01.10^{-4} & 0 & 0 & 0 \\ -7,18.10^{-6} & -1,01.10^{-4} & 1,92.10^{-4} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 5,85.10^{-4} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 6,00.10^{-4} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 5,99.10^{-4} \end{bmatrix} \text{MPa}^{-1} \quad (3.28)$$

L'expression de $[C^{\circ}]$ traduit un résultat attendu : le matériau composite idéalisé à arrangement hexagonal est rigoureusement isotrope transverse. L'axe principal est porté par la direction 1 (longitudinale aux fibres) notée ℓ . Les directions transverses, suivant 2 et 3, sont équivalentes et sont notées avec l'indice t . Les coefficients sont calculés (d'après la relation C.2 donnée en annexe C) et listés dans le tableau 3.6. De plus, la relation $S_{2323} = 2(S_{2222} - S_{2233})$, i.e. $\frac{1}{G_t} = \frac{2(1 + \nu_t)}{E_t}$, est bien vérifiée ici.

TABLEAU 3.6 – Coefficients d'isotropie transverse du matériau composite FV-PA11 calculés par homogénéisation numérique en élasticité linéaire sur un arrangement idéalisé hexagonal.

Paramètre [Unité]	Valeur
E_{ℓ} [MPa]	40 412
E_t [MPa]	5211
G_t [MPa]	1708
$G_{\ell t}$ [MPa]	1666
$\nu_{\ell t} = \nu_{t\ell}$ [-]	0,29
ν_t [-]	0,53



La portée intégrale n'apporte pas d'information, si ce n'est que les valeurs calculées présentent des erreurs relatives très faibles. Le champ local n'est en effet plus une grandeur aléatoire (par la présence du motif des fibres).

3.4.3.B Comparaison à différents modèles de la littérature

Différents modèles de la littérature donnent accès aux propriétés effectives élastiques d'un matériau composite en considérant plusieurs éléments (fraction volumique, morphologie de l'assemblage...). Ces coefficients (E_{ℓ} , E_t , G_t , $G_{\ell t}$, $\nu_{\ell t}$ et ν_t) présentent des expressions analytiques dans le cas d'un composite unidirectionnel en fonction des propriétés des constituants et de la fraction volumique de fibres. Les relations sont données en C de l'annexe C, d'après l'ouvrage [Berthelot, 2012]. Un modèle auto-cohérent généralisé [Christensen et Lo, 1979] (appelé ACG) peut aussi fournir des estimations pertinentes de ces grandeurs [Böhm, 2017]. Les résultats sont résumés dans le tableau 3.7. Notons que dans le cas des cellules aléatoires, la moyenne de E_2 et E_3 (coefficients issus du tableau 3.5) est calculée pour E_t (et de manière analogue, pour $G_{\ell t}$ et $\nu_{\ell t}$).

Les résultats obtenus par homogénéisation numérique et sur plusieurs cellules aléatoires à fort nombre de fibres (donnés en tableau 3.7) sont choisis comme la référence. Le schéma auto-cohérent

TABEAU 3.7 – Valeurs déterminées par homogénéisation numérique (cellules aléatoire ou à motif hexagonal), par schéma auto-cohérent généralisé (ACG) et résultats analytiques (expressions données en annexe C) des coefficients d'isotropie transverse du matériau composite FV-PA11.

Paramètre [Unité]	Calculs EF  $\epsilon_{rela}^{max} = 5\%$	Calculs EF 	Schéma ACG	Valeurs analytiques
E_{ℓ} [MPa]	40288	40412	40494	40480
E_t [MPa]	6066	5211	5520	4734
G_t [MPa]	1979	1708	1841	1508
$G_{\ell t}$ [MPa]	2008	1666	1666	1667
$\nu_{\ell t} = \nu_{t\ell}$ [-]	0,28	0,29	0,29	0,30
ν_t [-]	0,49	0,53	0,50	0,57

généralisé apporte effectivement des résultats pertinents. Seul le coefficient $G_{\ell t}$ présente un écart relatif de 17% avec la valeur homologue de référence, ce qui n'est pas amélioré par le calcul sur cellule à motif hexagonal ou par la relation analytique donnant accès à $G_{\ell t}$. Les grandeurs obtenues par homogénéisation numérique sur une cellule à motif hexagonal sont plus éloignées des grandeurs de référence associées que celles apportées par le modèle auto-cohérent généralisé. Les coefficients calculés via les relations analytiques (en annexe C) ne sont pas en bon accord avec les résultats de l'homogénéisation numérique. C'est particulièrement le cas sur les grandeurs transverses. E_t et ν_t sont, respectivement, sous-estimé (22% d'écart relatif) et surestimé (16%).

La prise en compte d'un arrangement représentatif des fibres au sein du matériau revêt un réel intérêt mis en évidence ici par l'écart entre les mêmes grandeurs calculées par plusieurs méthodes. Les propriétés transverses étant au cœur de la présente étude, les modèles utilisés et disponibles dans la littérature ne semblent pas assez pertinents pour rendre compte des résultats établis par l'homogénéisation numérique (et de surcroît, ne donnent pas accès aux grandeurs locales). Ceci peut être dû à la fraction volumique élevée et les faibles distances inter-fibres considérées ici. La cellule à arrangement hexagonal n'est pas non plus satisfaisante pour déterminer les coefficients d'isotropie transverse du matériau. Ceci est d'autant plus vrai qu'il est question d'homogénéisation linéaire élastique du milieu, l'utilisation d'un modèle de comportement non-linéaire pour la matrice ne fera qu'exacerber ces différences entre cellule idéalisée à arrangement hexagonal et représentative (tant au point de vue comportement apparent que pour les grandeurs locales calculées).

3.4.3.C Distributions des grandeurs locales au sein des cellules

Les différences de propriétés calculées entre cellules représentative et à motif hexagonal peuvent s'expliquer par la distribution erratique des grandeurs locales au sein de la cellule aléatoire par rapport celle à arrangement hexagonal [Böhm et Rammerstorfer, 1995, Knight *et al.*, 2003, Trias Mansilla, 2005]. C'est ce qu'illustre les figures 3.33(a) et (b) : un essai de traction transverse est simulé sur les deux cellules précédentes et les cartographies des iso-valeurs des plus grandes contraintes principales (σ_{p1}) dans la matrice sont affichées. Dans le cas de la cellule aléatoire, les valeurs de σ_{p1} importantes sont localisées entre deux fibres alignées dans le sens de sollicitation et très proches les unes des autres. Il existe des "chemins" de fortes contraintes qui lient les fibres – par leurs pôles – alignées dans le sens de la sollicitations. Des contraintes de compression sont

observables aux équateurs des fibres lorsque celles-ci sont proches et alignées dans la direction 3 (orthogonale au chargement imposé). Ceci a aussi été établi par Knight *et al.* [Knight *et al.*, 2003]. Pour l'arrangement hexagonal, les contraintes sont réparties de manière identique autour de toutes les fibres. Les contraintes σ_{p1} de traction se manifestent sur des chemins à $\pm 60^\circ$ (entre les premières fibres voisines) et les contraintes de compression se situent à l'équateur des fibres (dans la direction 3).

Les densités de probabilité des contraintes principales dans les deux phases (matrice et fibres) représentées en figures 3.33(c) et (d) sont en accord avec les résultats de Trias Mansilla [Trias Mansilla, 2005, Trias Mansilla *et al.*, 2006a] : l'utilisation d'une cellule idéalisée ne donne qu'une distribution tronquée des contraintes qui y règnent dans une microstructure réaliste. Le mode des contraintes principales est identique dans les deux cas mais les minima et maxima ne sont absolument pas capturés alors que ce sont ces valeurs qui seront responsables des phénomènes d'endommagement au sein du composite. Les contraintes principales dans la matrice au cœur du composite peuvent être localement trois fois supérieures à la contrainte macroscopique imposée dans le cas de la cellule aléatoire. C'est pourquoi il est possible de parler de concentrations de contraintes dans une cellule aléatoire où les fibres peuvent être très proches les unes des autres (contrairement à la cellule à motif hexagonal).

Au chapitre 2, l'importance de la triaxialité des contraintes a été démontrée vis-à-vis du comportement du polymère, c'est une grandeur moteur pour le développement de la cavitation et donc *a fortiori* pour l'endommagement du composite. Les travaux [Asp, 1995, Trias Mansilla, 2005, Trias Mansilla *et al.*, 2006a] vont aussi dans ce sens. Les figures 3.34(a) et (b) sont les cartographies des iso-valeurs de triaxialités des contraintes pour ce même essai de traction transverse pour une déformation équivalente. La même échelle est utilisée pour les deux figures et permet de mettre en évidence que les fortes triaxialités sont observables, sans surprise, dans le cas de l'arrangement aléatoire. Les fibres entraînent des concentrations de contraintes qui vont précipiter les phénomènes de localisation au cœur de la microstructure. Les graphes des densités de probabilités des différentes triaxialités calculées dans la cellule, représentés en figures 3.34(c) et (d), ne sont pas radicalement différents mais semblent tronqués dans le cas de l'arrangement hexagonal par rapport au cas aléatoire. Les modes sont les mêmes dans les deux cellules. Les triaxialités maximales (en valeurs absolues) sont obtenues pour la cellule à arrangement aléatoire.

Le chapitre 4 sera l'occasion de voir l'influence de la distribution aléatoire des fibres dans la cellule sur le comportement non linéaire du matériau.

3.5 Conclusions partielles

La nature du matériau impose une démarche multi-échelle afin de prétendre obtenir les propriétés mécaniques de celui-ci. Pour remplir cet objectif, l'utilisation d'un (ou plusieurs) Volume Élémentaire Représentatif (VER) est admise dans la littérature – non sans prendre de précautions – et permet de ne s'intéresser qu'à un (ou éventuellement plusieurs) volume(s) d'intérêt. Naturellement, les grandeurs locales vont être fortement influencées par l'arrangement des fibres au sein du volume étudié. Ainsi, tout l'intérêt réside dans le choix de ce dernier.

Dans ce travail, ce volume d'étude est acquis à travers la génération aléatoire de microstructures virtuelles. Et ce, pour plusieurs raisons : la méthode est moins coûteuse qu'une digitalisation de la vraie microstructure, le maillage peut être automatisé et la périodicité géométrique du volume permet d'utiliser les conditions aux limites périodiques (les plus pertinentes pour l'obtention des

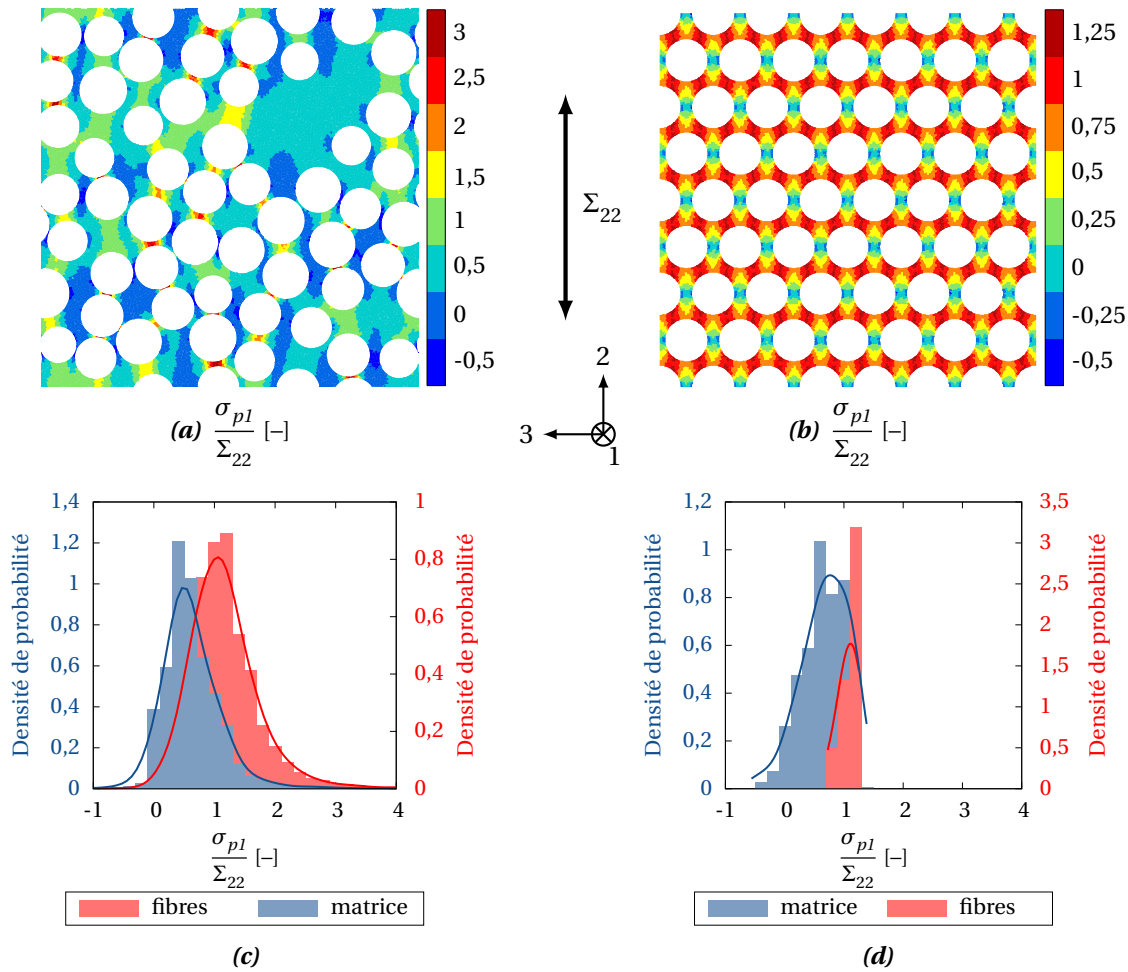


FIGURE 3.33 – Cartographies des iso-valeurs des plus grandes contraintes principales (σ_{p1}) calculées pour un essai de traction transverse (dont l'axe de chargement est représenté par la flèche) : (a) pour la cellule aléatoire de 56 fibres et (b) pour l'arrangement hexagonal. Seules sont représentées les contraintes dans la matrice et les valeurs sont normalisées par la contrainte macroscopique imposée; Densités de probabilités des plus grandes contraintes principales normalisées par la contrainte macroscopique imposée dans les cellules étudiées à arrangement (c) aléatoire de 56 fibres et (d) hexagonal.

propriétés effectives). Enfin, une étude exploratoire peut être menée par la création de nombreuses cellules via un outil de génération de microstructures. Les descripteurs morphologiques quantifient les grandeurs pertinentes de la distribution des renforts dans la matrice (distances inter-fibres, distribution des rayons de fibres, zones plus ou moins denses en fibres...). Ces descripteurs doivent être équivalents entre le matériau réel et la microstructure virtuelle générée.

L'homogénéisation numérique en élasticité linéaire d'un matériau hétérogène est bien connue dans la littérature. Des premiers calculs EF sont réalisés sur une cellule afin de déterminer les propriétés apparentes : les matrices de souplesse et de raideur du matériau. Une comparaison à une cellule au motif idéalisé hexagonal est proposée pour mettre l'accent sur la nécessité de prendre en compte l'aspect désordonné et aléatoire de la microstructure.

Le volume d'étude est représentatif du matériau mais à une erreur relative près. Les propriétés effectives ne sont obtenues en théorie que pour un milieu hypothétiquement infini. Il est possible,

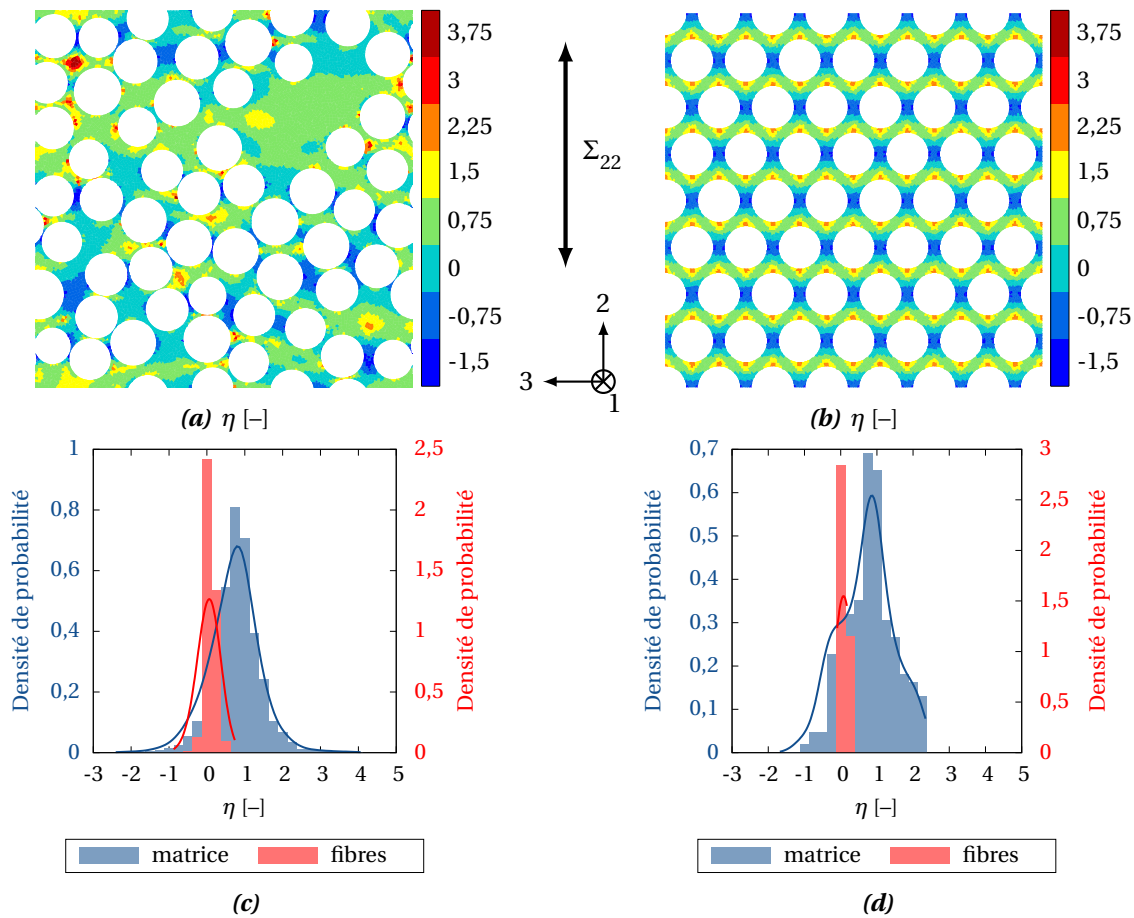


FIGURE 3.34 – Cartographies des iso-valeurs des triaxialités de contraintes (η) calculées dans la matrice pour un essai de traction transverse (dont la direction de chargement est matérialisée par la flèche) : (a) pour la cellule aléatoire de 56 fibres et (b) pour l'arrangement hexagonal; Densités de probabilités des triaxialités dans les cellules étudiées à arrangement (c) aléatoire et (d) hexagonal.

par l'utilisation de la portée intégrale, de déterminer l'erreur commise sur le calcul des propriétés apparentes ou encore la dimension du VER et le nombre de calculs nécessaires pour atteindre une certaine erreur admissible choisie.

Le choix d'un VER fait l'objet d'une double exigence : les descripteurs morphologiques doivent être en adéquation avec ceux de la microstructure réelle et la portée intégrale doit garantir une erreur relative sur le calcul des propriétés effectives du milieu. Une telle démarche a été menée avec succès dans le but de déterminer les propriétés effectives (avec une erreur relative maximale de 5%) du matériau d'étude FV-PA11.

Pour aller plus loin, la pertinence et l'adéquation entre microstructure digitale et virtuelle pourra être réalisée en comparant les distributions (des rayons de fibres, des distances aux premiers voisins, etc.) de manière systématique avec des tests d'hypothèses par exemple de type Kolmogorov-Smirnov, comme étudiés par Chermaneanu dans ses travaux de thèse [Chermaneanu, 2012].

L'outil de génération de microstructures pourrait être enrichi avec la distribution non plus de disques mais d'ellipses ou de polygones sur une surface. En effet, certaines fibres ne présentent pas une section rigoureusement circulaire, c'est le cas des fibres de carbone (elliptiques) [Sanei *et al.*, 2017],

ou de manière plus significative, pour les fibres naturelles et notamment les fibres de lin de section polygonale [Gourier, 2016].

Aussi, l'aspect exploratoire permis par la génération de microstructures en fonction d'un certain nombre de paramètres (fractions volumiques de fibres différentes, distance aux plus proches voisins, rayons très différents...) peut être mis à profit afin d'en déterminer les propriétés effectives. De ces résultats, des abaques peuvent être établis ou des modèles peuvent être calibrés. C'est ce qui a été entrepris, notamment pour les phénomènes de diffusion dans la direction transverse d'un composite, afin de calibrer les coefficients d'un modèle auto-cohérent généralisé à n phases couplé à une approche de type MRP [Hervé-Luanco et Joannès, 2016, Joannès et Hervé-Luanco, 2016].

Enfin, une étude similaire (de l'influence de la microstructure sur les propriétés mécaniques effectives et la représentativité des grandeurs calculées) pourrait être réalisée sur des cellules 3D de sphères ou ellipsoïdes dans un volume (qu'il est possible de générer avec l'outil implémenté dans ces travaux, comme illustré par la figure 3.21).

Calculs micromécaniques en non-linéaire – vers l’homogénéisation numérique

4.1 Calculs micromécaniques en non-linéaire

Les premiers calculs micromécaniques du chapitre 3 ont permis d’établir le nombre de fibres nécessaire pour déterminer – avec une précision donnée – les grandeurs mécaniques en élasticité linéaire associées au matériau (composite UD) de l’étude. La partie suivante s’intéresse à l’apport de la non-linéarité (de la matrice uniquement) au service de la modélisation d’un composite unidirectionnel.

Volontairement et en accord avec ce qui a été vu jusqu’à présent, le propos est centré sur les sollicitations et réponses transverses au sein du matériau composite, lieux des premiers endommagements (partie 3.2).

4.1.1 Éléments bibliographiques

En élasticité linéaire, l’arrangement des fibres est déjà un élément clé afin d’estimer correctement les propriétés effectives d’un composite unidirectionnel. Cependant, dans une première approche, l’utilisation d’arrangements réguliers tels que carrés ou hexagonaux peut être envisagée (voir chapitre 3 ou entre autres publications [Trias Mansilla, 2005, Trias Mansilla *et al.*, 2006a, Huang *et al.*, 2008, Melro *et al.*, 2008]). Remarquons toutefois que l’arrangement carré ne conduit pas à un comportement isotrope transverse, le motif hexagonal est préféré.

Dans le cas des propriétés non-linéaires, les grandeurs locales jouent un rôle prédominant. La prise en compte de l’arrangement aléatoire des renforts dans la matrice est alors primordiale [Trias Mansilla *et al.*, 2006a]. Les fibres vont en effet générer des concentrations de contraintes dans la matrice, responsables de l’amorçage des mécanismes microscopiques tels que la décohésion fibre-matrice, ou l’ouverture de fissures qui mèneront, *in fine*, à la rupture finale du composite. L’échelle microscopique doit nécessairement être considérée.

4.1.1.A Apport de la micromécanique en non-linéaire

Les méthodes numériques fondées sur la micromécanique ont un réel potentiel pour plusieurs raisons évoquées ci-après. Elles permettent :

- ▷ de comprendre et de modéliser les mécanismes locaux de déformation du matériau jusqu’à rupture ;
- ▷ de calculer les grandeurs locales (σ , ϵ ...) et par suite, certaines valeurs capitales pour comprendre et analyser le comportement du composite, *e.g.* la triaxialité des contraintes [Asp, 1995, Trias Mansilla, 2005, Cayzac, 2014] ou encore l’évaluation des contraintes interfaciales (fibre-matrice) [Hojo *et al.*, 2009, Totry *et al.*, 2010, Vaughan et McCarthy, 2011, Ashouri Vajari, 2014] ;
- ▷ d’obtenir les courbes apparentes contrainte-déformation sous différents types de sollicitations (uniaxiales et multi-axiales), les surfaces de charge [Vogler *et al.*, 2013] ainsi que les “failure envelopes” (ou enveloppes limites de rupture) [Totry *et al.*, 2008a, Totry *et al.*, 2008b, Totry

et al., 2008c, Canal *et al.*, 2009, Vaughan et McCarthy, 2011, Vogler *et al.*, 2013] (telles qu'illustrées par exemple en figure 4.1), ce qui est dans de nombreux cas impossible à réaliser expérimentalement ;

- ▷ de valider des critères sous certaines conditions de chargements exotiques, ces critères sont usuellement déterminés et vérifiés au prix de lourdes et coûteuses campagnes expérimentales ;
- ▷ d'enrichir des modèles macroscopiques (par la résolution de problèmes à l'échelle microscopique) [Couégnat, 2008] pour en améliorer leurs capacités prédictives avec une prise en compte des phénomènes locaux ; et enfin,
- ▷ de manière plus exploratoire, d'optimiser la microstructure d'un composite par des études paramétriques (*e.g.* sur les propriétés d'interface [González et Llorca, 2007], sur la forme et la distribution spatiale des fibres [Herráez *et al.*, 2016] ou encore sur les performances des composites hybrides [Camanho et Arteiro, 2017]) dans le but de définir le matériau le plus adapté pour une application visée.

Notons toutefois que dans la présente étude, il ne s'agira pas de déterminer des enveloppes limites de rupture du matériau puisque les travaux s'intéressent plutôt au comportement non-linéaire et aux premiers endommagements.

Toutes ces démarches s'inscrivent dans la thématique de "virtual testing" des matériaux composites qui a été évoquée en introduction de ce manuscrit. L'apparition de programmes destinés aux industriels tels que la toolbox MATLAB[®] COMM (pour "COMposite MicroMechanics") développée par les équipes de McCarthy et Vaughan [Vaughan et McCarthy, 2011, McCarthy et Vaughan, 2015] ou encore VIPER (pour "Virtual Ply propERTy") des équipes de Llorca, González, et Segurado [González et Llorca, 2007, Llorca *et al.*, 2011, Herráez *et al.*, 2015, Naya *et al.*, 2015, Herráez *et al.*, 2016, Naya *et al.*, 2017] démontre une réelle volonté de démocratiser une démarche multi-échelle polyvalente fondée sur une compréhension des mécanismes et une modélisation à l'échelle des constituants.

4.1.1.B Matériaux, interfaces et représentativité des microstructures

Les résultats sont néanmoins conditionnés par la richesse des modèles considérés pour les propriétés des matériaux, les interfaces et la représentativité de la microstructure étudiée.

La matrice La diversité des modèles récents associés à la matrice des matériaux composites dans la littérature témoigne de l'importance de bien prendre en compte le comportement de celle-ci [Cayzac, 2014, Bai *et al.*, 2015, Camanho et Arteiro, 2017]. Les auteurs s'accordent sur plusieurs aspects (bien que pour la plupart des études, il s'agisse de résines époxy) : la matrice polymère présente un comportement fortement non-linéaire sous divers chargements, une dépendance à la pression hydrostatique, à la vitesse de déformation, à la température et à l'environnement. Puisqu'une sollicitation mécanique simple sur le matériau composite entraîne un état de contraintes multi-axial pour la matrice, les conditions usuelles d'essais uniaxiaux sur la matrice massive sont insuffisants, plusieurs articles dont [Fiedler *et al.*, 2001, Vogler *et al.*, 2013, Werner et Daniel, 2014, Bai *et al.*, 2015] préconisent l'utilisation de diverses géométries d'éprouvettes de traction, compression et cisaillement. Paradoxalement, alors que la pression hydrostatique est considérée comme capitale par les auteurs, aucune éprouvette entaillée n'est proposée et utilisée. Les critères de type Drucker-Prager [Canal *et al.*, 2009, Canal Casado, 2011, Herráez *et al.*, 2015, Naya *et al.*, 2017] ou Mohr-Coulomb [González et Llorca, 2007, Totry *et al.*, 2008a, Totry *et al.*, 2010, Vaughan et McCarthy, 2011, Ashouri Vajari, 2014, McCarthy et Vaughan, 2015] (souvent modifiés comme par exemple pour la dissymétrie traction-compression) sont parmi les plus utilisés mais sont mis en défaut dans [Fiedler *et al.*, 2001, Melro, 2013, Melro *et al.*, 2013] notamment pour la surestimation des propriétés du

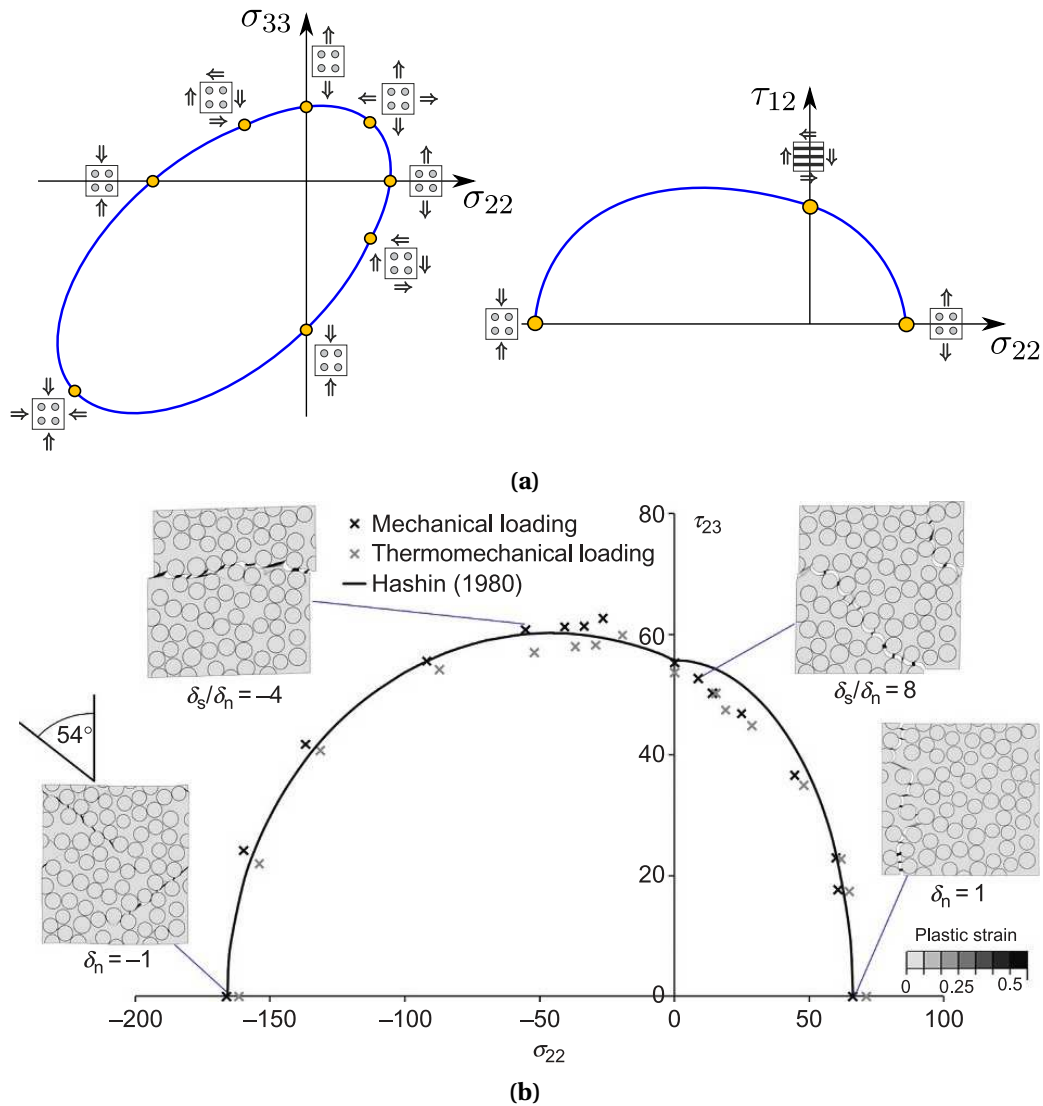


FIGURE 4.1 – (a) Illustration des surfaces de charges accessibles par les calculs de micromécanique (d'après [Vogler et al., 2013]); (b) "Failure envelope" déterminée par calculs micromécaniques pour des chargements mixtes dans le plan des contraintes (σ_{22} , τ_{23}) de traction ou compression et cisaillement transverses (d'après [McCarthy et Vaughan, 2015]).

polymère en compression. Melro *et al.* [Melro, 2013, Melro et al., 2013, Bai et al., 2015] proposent alors l'utilisation d'un modèle élasto-plastique avec un critère parabolique (quadratique, cette surface de charge est représentée dans l'espace des contraintes principales par une parabole dont l'axe principal coïncide avec l'axe hydrostatique) qui a notamment l'avantage de ne pas présenter de point anguleux (contrairement aux surfaces de charge des critères de Drucker-Prager ou Mohr-Coulomb). Enfin, rares sont les modèles qui prennent en compte un endommagement dans la matrice [Melro, 2013, Melro et al., 2013, Cayzac, 2014].

Dans cette étude, les parties expérimentale et numérique des chapitres 1 et 2 ont permis d'établir la pertinence d'un modèle poro-viscoplastique pour les calculs EF du polymère PA11 sous sollicitations mécaniques. Les travaux de Cayzac [Cayzac, 2014] – où un modèle similaire est utilisé pour des calculs de micromécanique sur un composite UD – ont montré l'adéquation entre expérimental et numérique. Ainsi, dans ce qui suit, ce modèle est utilisé pour rendre compte du

comportement non-linéaire de la matrice dans les modélisations micromécaniques.

Enfin, hypothèse forte de la présente étude mais commune à d'autres références de la littérature [Fiedler *et al.*, 2001, Bai *et al.*, 2015, Werner et Daniel, 2014, Cayzac, 2014, Naylor *et al.*, 2017], la matrice au cœur du composite est supposée identique à celle testée sous forme d'éprouvettes massives. De nombreux auteurs se sont intéressés aux interphases (numériquement et expérimentalement), les résultats ne sont pas unanimes. Par exemple, pour ne citer qu'eux, Hardiman *et al.* [Hardiman *et al.*, 2015] ont montré que le module d'Young de la matrice proche des fibres est supérieur à celui du polymère massif alors que Joliff *et al.* [Joliff *et al.*, 2014] démontrent le contraire.

Les fibres Pour la majorité des études où la matrice joue un rôle prépondérant dans les mécanismes de déformation (*e.g.* essais de traction et de compression transverses ou de cisaillement dans le plan transverse à la direction des fibres), le comportement des fibres est considéré linéaire élastique [González et Llorca, 2007, Totry *et al.*, 2008a, Totry *et al.*, 2008c, Totry *et al.*, 2010, Vaughan et McCarthy, 2011, McCarthy et Vaughan, 2015] (isotrope ou isotrope transverse dans le cas des fibres de verre ou de carbone, respectivement). Néanmoins, si les fibres jouent un rôle important, comme en traction ou compression dans la direction de celles-ci, certains auteurs préconise l'utilisation de modèle d'endommagement pour les fibres (en longitudinal) [Melro, 2013, Melro *et al.*, 2013, Camanho et Arreiro, 2017]. Les "failure envelopes" peuvent ainsi être déterminées dans toutes les directions de sollicitation du composite.

Les interfaces fibre-matrice Hobbiebrunken *et al.* [Hobbiebrunken *et al.*, 2006] ont montré que deux phénomènes pouvaient être à l'origine de la rupture du composite UD en sollicitation de traction transverse. D'une part, les décohésions aux interfaces fibre-matrice sont initiées prématurément et des fissures se créent dans le pli, dans ce cas les interfaces sont dites faibles. D'autre part, si les interfaces sont au contraire fortes, des fissures apparaissent dans la matrice, autour des fibres, conséquence des phénomènes de déformations irréversibles de celle-ci. Naturellement, l'arrangement des fibres est responsable, localement, de l'amorçage de l'endommagement dans la matrice et de la progression des fissures [Hobbiebrunken *et al.*, 2008, Hojo *et al.*, 2009, Okabe *et al.*, 2011].

De nombreux auteurs de la littérature utilisent des zones cohésives aux interfaces fibre-matrice [Totry *et al.*, 2008a, Totry *et al.*, 2008c, Vaughan et McCarthy, 2011, Canal Casado, 2011, Melro *et al.*, 2013, Ashouri Vajari, 2014, McCarthy et Vaughan, 2015, Naya *et al.*, 2015, Naya *et al.*, 2017, Naylor *et al.*, 2017], afin de modéliser une décohésion fibre-matrice lorsque les contraintes interfaciales dépassent certains critères (en contraintes normales et/ou tangentielles) et les propagations de fissures par coalescence [González et Llorca, 2007]. Ces valeurs sont néanmoins délicates (voire impossibles) à obtenir expérimentalement et numériquement [Koyanagi *et al.*, 2014, Naya *et al.*, 2015, Ashouri Vajari, 2014] puisque l'environnement direct des fibres a une influence capitale sur les valeurs locales.

En accord avec les travaux de Cayzac [Cayzac, 2014], dans la présente étude, les interfaces sont considérées comme parfaites. La bonne adhésion fibre-matrice a pu être vérifiée expérimentalement.

Microstructure aléatoire et représentativité Tous les travaux s'accordent sur un point : une microstructure aléatoire et représentative est une condition *sine qua non* pour déterminer des grandeurs locales pertinentes. C'est d'autant plus vrai lorsqu'il s'agit de constituants aux comportements non-linéaires, l'initiation des mécanismes de déformation étant directement liée aux grandeurs locales.

4.1.1.C Confrontation calcul/expérimental

Échelle microscopique Les calculs de micromécaniques modélisent les phénomènes locaux de déformation du composite UD, mais encore faut-il pouvoir les observer à cette échelle microscopique pour valider la modélisation.

Dans le but de valider les expériences virtuelles sur la microstructure, plusieurs auteurs ont réalisé des essais mécaniques *in situ* sous MEB afin d'observer et de suivre les premiers stades d'endommagement à l'échelle des constituants. Une méthode de corrélation d'image sur la surface de l'échantillon est ensuite mise en œuvre pour mesurer les champs de déplacement afin de les comparer au modèle numérique. Récemment, Naylor *et al.* [Naylor *et al.*, 2017] ont montré la pertinence de la méthode en effectuant un essai de traction *in situ* sur un composite tissé carbone/époxy. La figure 4.2 illustre la bonne adéquation entre expérimental et calcul numérique. Dans un premier temps, des décohésions sont observées à la circonférence de nombreuses fibres (figures 4.2(a) et (b)) puis ces endommagements se concentrent sur un chemin préférentiel et coalescent pour créer une fissure sur toute la hauteur du toron (figures 4.2(c) et (d)).

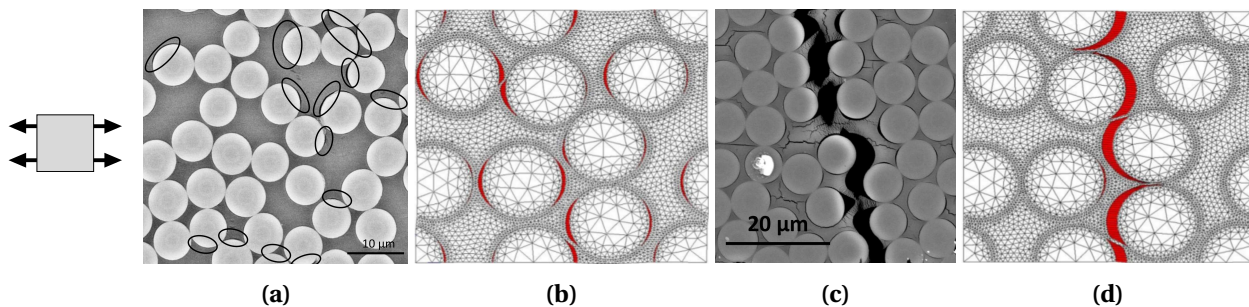


FIGURE 4.2 – (a) Observation microscopique au MEB des décohésions diffuses aux interfaces fibre-matrice et (b) modélisation numérique correspondante (en rouge, la décohésion est obtenue par l'utilisation de zones cohésives). Mêmes illustrations à un stade d'endommagement plus avancé en (c) et (d), il y a coalescence des décohésions sur un chemin préférentiel (d'après [Naylor *et al.*, 2017]).

De manière analogue, Canal *et al.* [Canal Casado, 2011, Canal *et al.*, 2012a] ont réalisé une campagne d'essais *in situ* sous MEB sur un composite verre/époxy et en sollicitation de compression transverse. Ils observent, notamment, que les déformations les plus fortes sont localisées entre deux fibres proches et alignées dans la direction de sollicitation et que la déformation macroscopique imposée est globalement accommodée par les ligaments de matrice entre les fibres. Une optimisation calcul/expérience permet de déterminer les propriétés mécaniques importantes pour la calibration du modèle de comportement associé à la matrice et les contraintes interfaciales seuils de l'interface cohésive). Enfin, les bons résultats permettent de valider le modèle numérique établi qui rend alors compte des mécanismes locaux de déformation et d'endommagement du composite.

Des analyses *post-mortem* sur des échantillons composites sont aussi possibles pour analyser les fissures et déformations représentées par le modèle. Les illustrations en figure 4.3 permettent de mettre en regard des observations expérimentales de traction ou compression uniaxiale avec des résultats de calculs micromécaniques. En chargement de traction (figures 4.3(a) et (d)), des ruptures matricielle se développent entre deux fibres proches puis coalescent pour former une fissure perpendiculaire à la direction de sollicitation. En compression (voir figures 4.3(b), (c) et (e)), des fissures sont visibles à la fin de l'essai sur les microscopies, elles sont inclinées par rapport au

chargement imposé, c'est bien ce que le calcul permet d'obtenir avec les bandes de localisation de la déformation plastique cumulée.

Naturellement, des essais plus exotiques (traction ou compression biaxiales, essais mixtes traction/cisaillement...) sont très délicats voire impossibles à réaliser expérimentalement : le calcul micromécanique assure une grande liberté de sollicitations imposées à la cellule et permet d'en analyser les résultats à l'échelle des constituants. Les chargements exotiques revêtent néanmoins une importance particulière puisqu'ils sont représentatifs de ce que subit le matériau au sein d'une structure. Ici réside toute la richesse et l'intérêt d'une modélisation micromécanique adéquate.

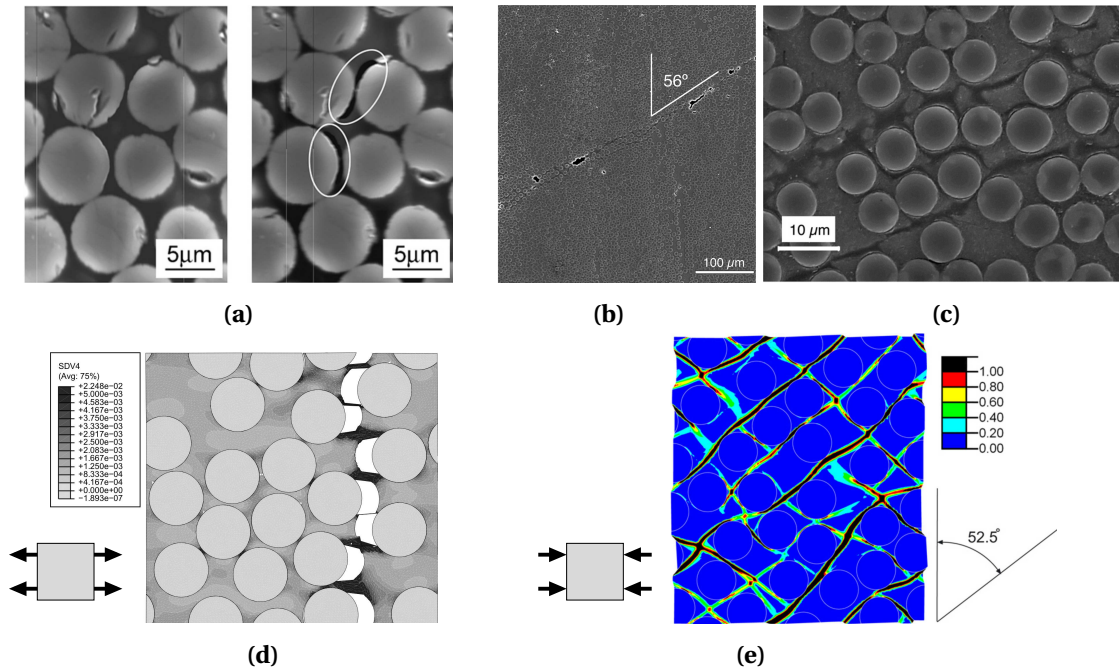


FIGURE 4.3 – Observations microscopiques de la fissuration matricielle de composites carbone-époxy sous sollicitations (a) de traction uniaxiale (direction horizontale) [Hobbiebrunken et al., 2006] et (b),(c) de compression uniaxiale (direction horizontale) [González et LLorca, 2007]; les cartographies des isovaleurs de déformation plastique cumulée permettent de modéliser ces résultats (d) d'après [Melro et al., 2013] et (e) d'après [González et LLorca, 2007].

Échelle de la structure Les essais numériques ou expérimentaux à l'échelle de la microstructure ne constituent qu'une étape vers le calcul de structure en composites. Plusieurs stratégies sont envisageables pour exploiter les résultats riches permis par la micromécanique. Seules certaines méthodes, permettant une remontée d'échelle à partir des calculs de micromécanique (contrairement à une approche *top-down* telle que réalisée par Cayzac [Cayzac, 2014]), sont discutées ici. Le lecteur est invité à lire les publications [Kanouté et al., 2009, Nguyen et al., 2011, Böhm, 2017, González et al., 2017] pour une plus grande diversité de modèles.

Approche par modèle de substitution

Les calculs à l'échelle des constituants sur le matériau composite virtuel permettent de déterminer la réponse mécanique de celui-ci sous tout type de chargement. Il est alors possible d'envisager une approche de type homogénéisation numérique par modèle de substitution [Cardona, 2000, Il'tchev,

2014]. Cette méthode consiste à déterminer et calibrer un modèle phénoménologique qui, pour toute sollicitation mécanique, répondra de la même manière que le volume d'étude (le VER précédemment établi). On substitue au matériau multiphasé un Milieu Homogène Équivalent (ou MHE), moins riche en information.

Le modèle utilisé, appelé LHE pour Loi Homogène Équivalente [Iltchev, 2014], est purement phénoménologique et ses spécificités (anisotropie, critère, écoulement...) sont à déterminer judicieusement vis-à-vis des résultats observés sur un certain nombre d'essais virtuels sur la microstructure. Cette base d'essais virtuels est à définir (contrairement à l'élasticité linéaire où seuls six essais sont nécessaires et suffisants, en régime non-linéaire, il faut enrichir cette base) et la calibration des coefficients est réalisée par une optimisation numérique. Il est ainsi possible de réaliser des calculs de structure réalistes où les états de contraintes et de déformations sont pertinents. Néanmoins, les informations relatives à la microstructure et les champs locaux ne sont plus accessibles à l'échelle des constituants. Une relocalisation s'impose dans ce cas, limitée à un ou plusieurs points critiques de la structure et permet de suivre, au cours du calcul et localement, la santé du matériau. Le champ de déformation ou de contrainte local calculé sur la structure au cours du chargement est appliqué à la microstructure et permet enfin de caractériser les grandeurs microscopiques.

Cette méthode a été appliquée sur des matériaux architecturés [Cardona, 2000, Iltchev, 2014] dont la figure 4.4 illustre le principe et quelques résultats de [Cardona, 2000]. Le calcul sur structure est réalisé avec une géométrie simplifiée et un matériau homogène de substitution (en figure 4.4(b)), une relocalisation permet de déterminer les contraintes locales en bord de trou. Notons que la possibilité de réaliser un calcul complet (illustré en figure 4.4(a) avec la réelle architecture de la structure et le matériau massif) permet de valider la méthode par comparaison des contraintes locales en bord de trou.

En figure 4.5 d'après les travaux de Iltchev [Iltchev, 2014], les calculs EF par milieu de substitution permettent de modéliser les résultats expérimentaux (figures 4.5(b)) les déformations globales de ce sandwich (empilement de tubes circulaires métalliques entre deux peaux métalliques elles aussi) en compression : une mise en tonneau de l'assemblage est observée, les déformations sont concentrées sur un chemin en X et au cœur de l'empilement, les déformations plastiques cumulées sont calculées et maximales dans ces zones. L'homogénéisation numérique appliquée ici est appropriée et améliore considérablement le temps de calcul sur cette structure, les grandeurs locales ne sont cependant pas directement accessibles et nécessiteraient une opération supplémentaire.

Approche "Embedded Cell"

L'approche "embedded cell" (cellule incrustée ou intégrée en français) permet de s'affranchir de l'étape de relocalisation nécessaire avec la méthode par modèle de substitution (pour déterminer les grandeurs microscopiques dans certaines zones critiques de la structure) puisqu'une partie seulement de la microstructure est intégrée et maillée directement dans la structure. Les différents travaux [Canal Casado, 2011, Canal *et al.*, 2012b, Herráez *et al.*, 2015] mettant en œuvre cette méthode montrent des résultats déjà prometteurs. La figure 4.6(a), proposée par Canal *et al.*, illustre le principe sur un essai de flexion trois points sur un barreau entaillé. La microstructure du matériau composite est représentée dans une région où les déformations seront concentrées et la fissure se propagera. Loin de cette fissure, une zone homogénéisée est suffisante et permet d'utiliser moins d'éléments pour la résolution du calcul.

Remarquons qu'un modèle homogène adéquat est néanmoins nécessaire pour cette approche. Canal *et al.* [Canal Casado, 2011, Canal *et al.*, 2012b] considèrent un matériau homogène linéaire élastique isotrope dans les zones grisées (figure 4.6(a)), ce qui pourrait être discutable compte-tenu

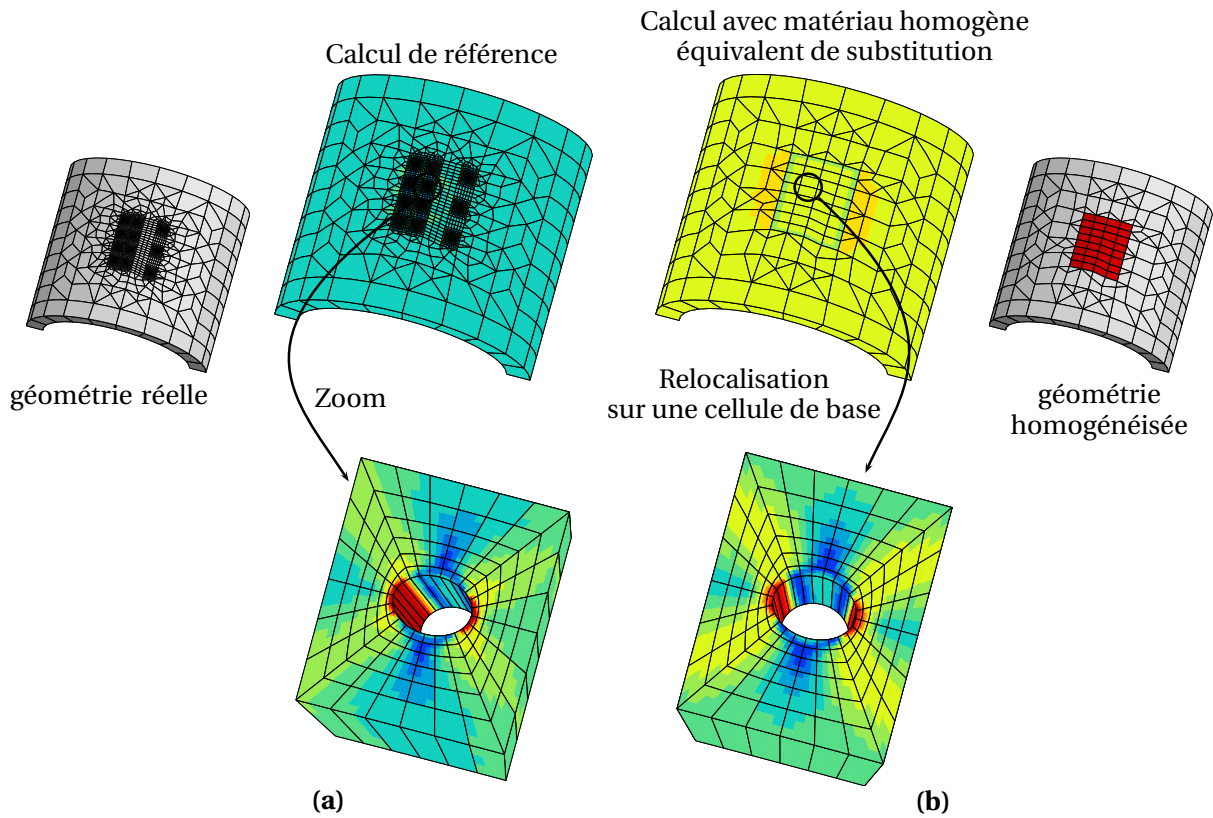


FIGURE 4.4 – Illustration de l'homogénéisation numérique par modèle de substitution et relocalisation (d'après [Cardona, 2000]). (a) Calcul de référence et zoom sur un bord de trou; (b) Calcul avec MHE et relocalisation sur une cellule de base.

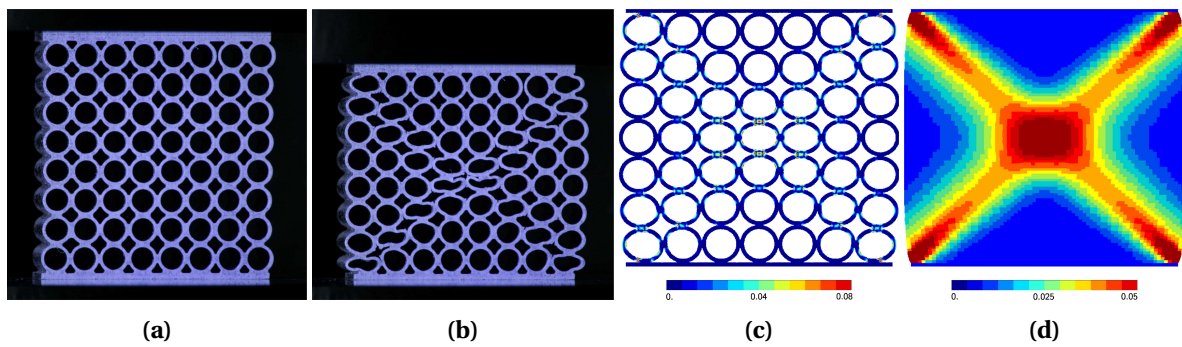


FIGURE 4.5 – Structure sandwich avec empilement de tubes circulaires métalliques en arrangement carré (a) avant déformation et (b) après compression. Résultats des calculs EF : cartographies d'isovaleurs de déformation plastique cumulée (c) pour le calcul de référence sur la structure complète et (d) pour le calcul avec le milieu homogène équivalent (d'après [Iltchev, 2014]).

de l'anisotropie du matériau et surtout de la proximité de ces zones homogènes avec l'entaille. De façon analogue, Herráez *et al.* [Herráez *et al.*, 2015] utilisent un matériau homogène linéaire élastique isotrope transverse, ce qui constitue une meilleure approximation mais demeure à justifier. Les figures 4.6(b) à (d) présentent cependant des résultats en bonne adéquation entre grandeurs macroscopiques (courbe charge appliquée-ouverture d'entaille) et mécanismes locaux de l'ouverture d'une fissure matricielle au cours du chargement. Les calculs sur structure permettent alors

directement le suivi de l'évolution des grandeurs microscopiques locales (dans la zone définie initialement comme zone d'intérêt).

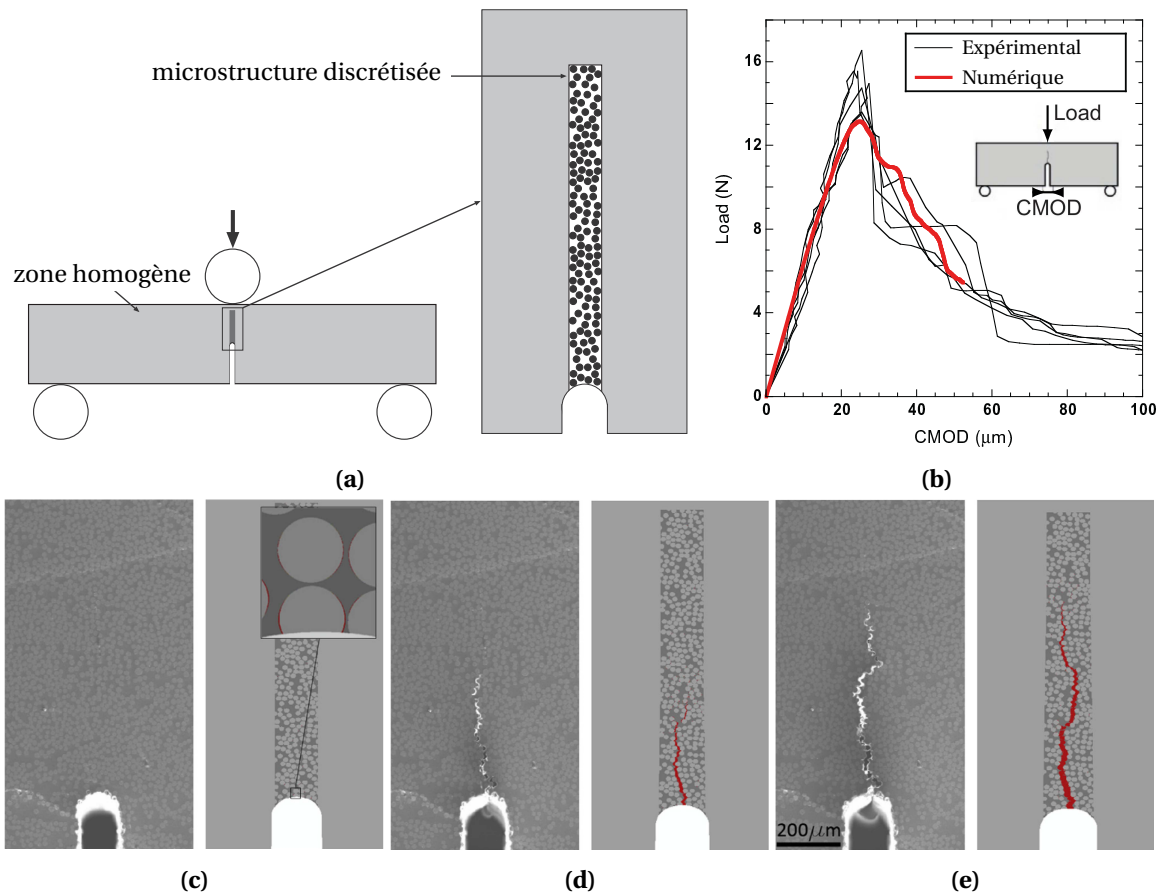


FIGURE 4.6 – (a) Schéma de principe de la méthode “embedded cell”. (b) Courbes expérimentale et numérique (avec différentes microstructures) de la charge appliquée en fonction de l’ouverture d’entaille (CMOD). Comparaison entre observation expérimentale et résultats numériques de l’ouverture d’une fissure en front d’entaille pour un CMOD de (c) 25 µm (d) 45 µm et (e) 53 µm (d’après [Canal et al., 2012b]).

4.1.2 Premiers résultats des calculs micromécaniques en non-linéaire

4.1.2.A Choix et paramètres de calcul

Le matériau de l’étude est un composite unidirectionnel PA11-FV. Les chapitres 1 et 2 ont montré que la matrice, sensible à la pression hydrostatique, peut être prise en compte par un modèle de comportement poro-visco-plastique. Dans la présente étude, le comportement des fibres de verre est considéré comme linéaire élastique et isotrope (ce qui est un choix classique dans la littérature comme discuté au paragraphe 4.1.1.B). Les propriétés des fibres sont reportées au tableau 3.2. L’aspect non-linéaire du comportement de la cellule sous chargement vient du comportement de la matrice et de l’arrangement des fibres.

Choix de la cellule Lorsqu’il s’agit de déterminer les propriétés élastiques du composite via des calculs micromécaniques en champs complets par Éléments Finis, il peut être intéressant de réaliser un grand nombre de calculs sur de petites cellules. En effet, les calculs en élasticité linéaires sont peu

coûteux. Une simple moyenne des propriétés élastiques déterminées permet alors de converger vers les propriétés effectives.

En non-linéaire, c'est un tout autre problème puisque les calculs en chaque point d'intégration sont plus lourds, le maillage doit être assez fin et le nombre de pas de temps important. Il est, de ce fait, plus pertinent de considérer une microstructure morphologiquement représentative avec un nombre de fibres conséquent pour ne faire qu'un jeu de calculs sur une unique cellule. Les résultats du chapitre 3 ont permis de déterminer une cellule de 120 fibres garantissant, pour toutes les grandeurs élastiques calculées, une erreur relative maximale de l'ordre de 10%. Le travail à suivre est entrepris avec cette même cellule.

Cette cellule de 120 fibres est illustrée en figure 4.7 et les comparaisons des descripteurs morphologiques avec le milieu de référence sont données en annexe A et en figure A.3. Cette cellule répond fidèlement à tous les descripteurs morphologiques mis en évidence au chapitre 3 et nécessaires pour garantir une bonne représentativité spatiale (e.g. dispersion des diamètres des fibres, des distances inter-fibres...) vis-à-vis du matériau réel. À noter, comme précédemment, la direction des fibres est la direction 1 et les directions transverses sont notées 2 et 3 (représentées en figure 4.7). L'influence du maillage sur les résultats sera discutée en partie 4.1.3.A, le maillage utilisé dans un premier temps est constitué de 29597 éléments à intégration réduite (*c3d8r* en majorité et quelques éléments *c3d6r*).

Aussi, la cellule idéalisée à arrangement hexagonal (présentée en figure 3.28(b)) est utilisée à plusieurs reprises dans la présente étude afin d'illustrer certains phénomènes et les écarts commis sans prendre en compte le caractère aléatoire d'une microstructure réaliste.

La question de la représentativité des propriétés calculées sur cette cellule de 120 fibres et en régime non-linéaire est abordée – *a posteriori* sur la base des résultats numériques obtenus – en partie 4.2. En particulier, plusieurs réalisations différentes sont effectuées en section 4.2.2 : la cellule choisie est "représentative" du comportement non-linéaire numérique.

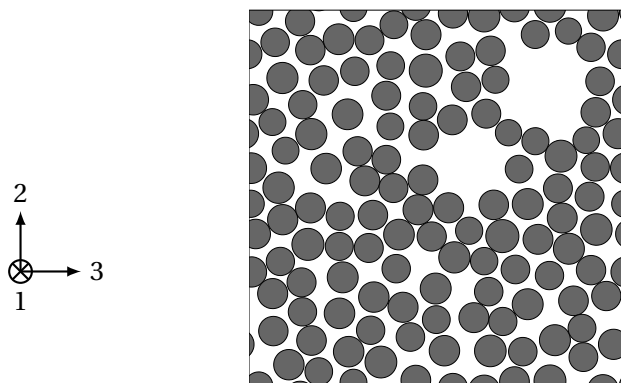


FIGURE 4.7 – Cellule d'étude de 120 fibres considérée dans la suite de cette étude.

Les premiers résultats de calculs micromécaniques sur la cellule sont donnés sur la base des six essais élémentaires de l'élasticité linéaire. Pour rappel, cette base est illustrée en figure 3.27 et est constituée de trois essais de traction uniaxiale dans les directions 1, 2 puis 3 et les cisaillements dans les plans (1,2), (2,3) et (3,1).

Notations et pictogrammes Afin de simplifier les graphiques, plusieurs notations sont adoptées dans ce qui suit. Les essais sont appelés :

- ▷ TU_i pour les essais de traction uniaxiale suivant la direction i ;

- ▷ CUi pour les essais de compression uniaxiale suivant la direction i ; et,
- ▷ $CISij$ pour les essais de cisaillement dans les plans (i,j) ;
- ▷ TH ou CH pour les essais équitriaxiaux (respectivement de traction et compression hydrostatiques).

Pour chaque essai élémentaire, les courbes de la contrainte macroscopique, Σ_{ii} (ou τ_{ij} pour le cisaillement), en fonction de la déformation macroscopique, E_{ij} sont données. Par exemple, pour le cas de la traction transverse aux fibres dans la direction 2 (TU2), il s'agit de la courbe Σ_{22} en fonction de E_{22} (les autres composantes étant nulles ou de valeurs négligeables devant celles suivant la direction 2). Pour le cisaillement dans le plan (1,2), la courbe τ_{12} en fonction E_{12} est représentée.

Aussi, plusieurs pictogrammes sont utilisés pour représenter les essais élémentaires (TU i , CU i ou CIS ij) ou hydrostatiques (TH, CH) et sont donnés en figure 4.8 avec les notations correspondantes.

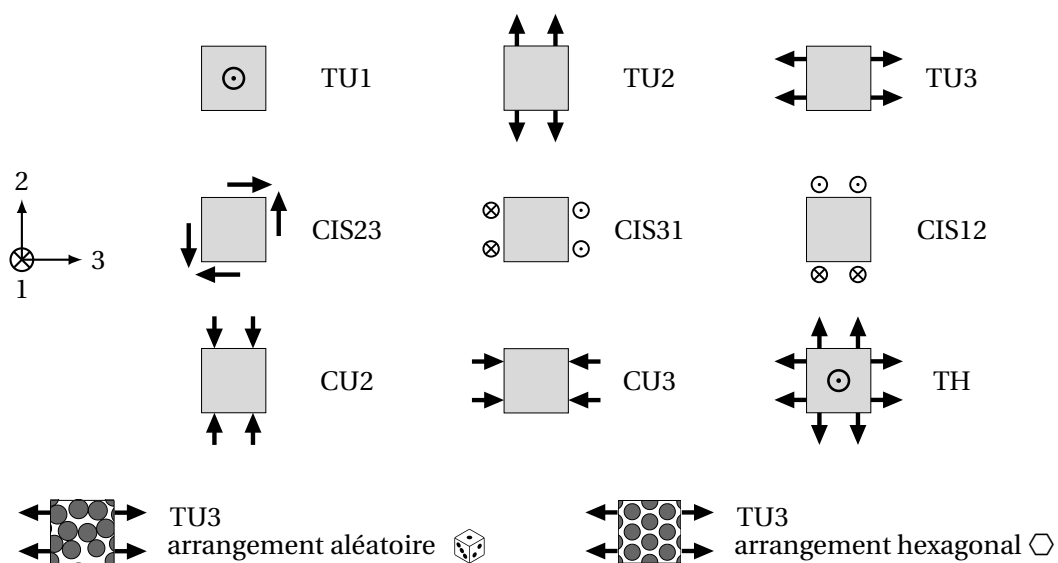


FIGURE 4.8 – Différents pictogrammes utilisés pour illustrer les essais réalisés sur les cellules.

Mise en données et grandeurs calculées La mise en données d'un calcul en non-linéaire ne diffère qu'en quelques points de celle présentée en partie 3.3.3.C. Un fichier de mise en données (.inp) est donné en annexe du manuscrit [Iltchev, 2014]. Certains mots-clés sont stipulés pour que le calcul soit réalisé en grandes déformations. En effet, localement la matrice se déforme fortement (montré au paragraphe 4.1.2.C) ce qui justifie le formalisme utilisé. L'approche en sollicitation de contrainte macroscopique imposée est choisie (quelques résultats en déformation macroscopique imposée sont présentés en partie 4.1.3.B). Le calcul est mené bien au-delà de l'apparition de la non-linéarité (macroscopique du matériau composite) lorsqu'elle se manifeste et souvent jusqu'à non-convergence du calcul. La présente étude s'intéresse surtout au comportement apparent du matériau et à l'apparition des endommagements matriciels (par cavitation) et leur coalescence. La rupture finale n'est pas prise en compte.

Les grandeurs calculées par les méthodes en champs complets sur les cellules sont à la fois locales (microscopiques) et globales (macroscopiques). Les premières sont disponibles en chaque point d'intégration à tous les instants du calcul. Les secondes sont obtenues par un post-processing : il s'agit de moyenner dans tout le volume d'étude les grandeurs judicieuses e.g. $\underline{\sigma}$ et $\underline{\epsilon}$ pour calculer

$\underline{\Sigma}$ et $\underline{\mathbf{E}}$, respectivement. Point important, il faut noter que toutes les grandeurs microscopiques n'ont pas nécessairement d'équivalents à l'échelle macroscopique. Par exemple, il n'est pas vérifié que moyenniser la variable de déformation plastique cumulée dans le volume renseigne sur une quelconque valeur globale ; ce qui pourra poser quelques problèmes pour l'homogénéisation (partie 4.3). Sous ZeBuLoN, la procédure de post-processing consiste à faire un `**process average` des grandeurs de contraintes et de déformations obtenues dans le volume d'étude. Il est alors possible de tracer des courbes de comportement contrainte-déformation de la cellule. Remarquons que dans un premier temps, lorsque les chargements sont uniaxiaux, les grandeurs dans les autres directions que celle de sollicitation sont nulles.

4.1.2.B Résultats sur la base des essais élémentaires de l'élasticité linéaire

Utilisation du modèle de comportement élasto-viscoplastique de la matrice PA11 Le modèle de comportement élasto-viscoplastique extrait de la loi GTN, sans endommagement et avec un critère de von Mises, est considéré. Les coefficients de ce modèle sont donnés dans les tableaux 2.1 et 2.2. Les résultats des courbes contrainte-déformation sont représentés en figure 4.9(a). Les droites en pointillé correspondent aux résultats obtenus lorsque les deux constituants sont linéaires élastiques, les couleurs de ces droites sont en accord avec les chargements considérés. Les courbes TU2 et TU3 sont superposées (ainsi que les courbes CIS12 et CIS31 dans les premiers stades de déformation), les directions 2 et 3 sont équivalentes. Un autre graphe est proposé en figure 4.9(b) où la partie sphérique du tenseur des contraintes est tracée en fonction de celle des déformations pour plusieurs essais.

Le modèle de comportement élasto-viscoplastique (via le critère de von Mises) n'est pas sensible aux chargements hydrostatiques (courbe correspondant à la traction equitriaxiale en figure 4.9(b)) alors que, localement, les fibres créent des concentrations de contraintes qui génèrent ce type d'état de contraintes. Ces résultats ne sont pas satisfaisants, d'où l'utilisation d'un modèle de comportement poro-viscoplastique.

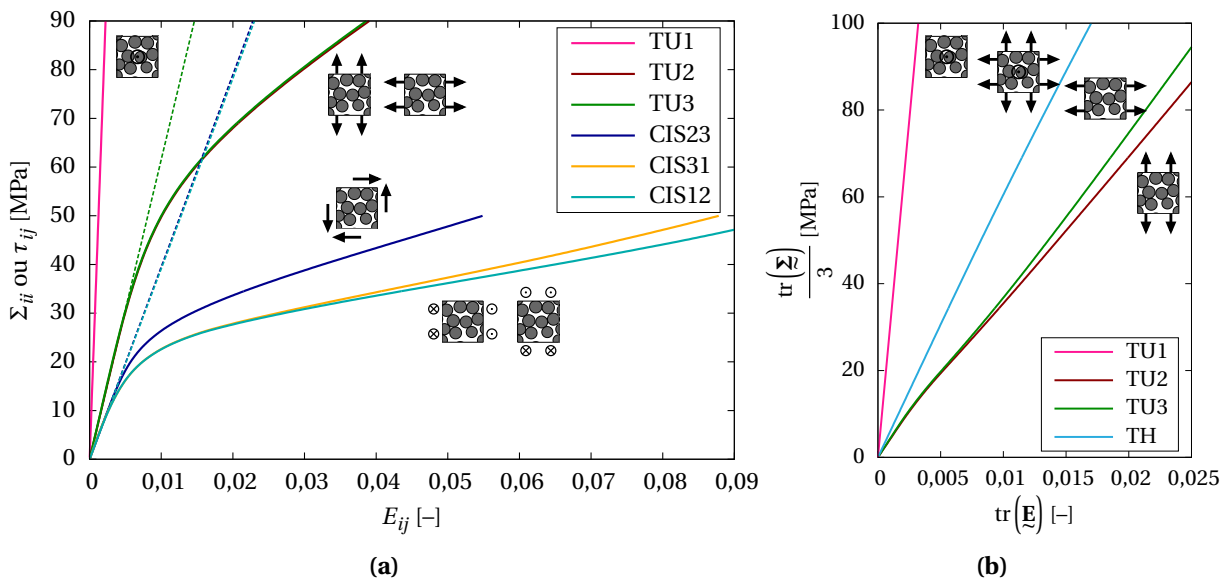


FIGURE 4.9 – (a) Courbes contrainte-déformation des essais élémentaires pour une matrice élasto-viscoplastique (traits pleins). Les traits en pointillés (dont les couleurs rappellent les chargements) illustrent les résultats avec les constituants linéaires élastiques. (b) Courbes de la trace du tenseur des contraintes en fonction du tiers de la trace des déformations pour différents essais.

Utilisation du modèle de comportement poro-viscoplastique de la matrice PA11 Le modèle de comportement identifié et calibré au chapitre 2 est cette fois utilisé pour la matrice au cœur du composite. La figure 4.10(a) regroupe les courbes contrainte-déformation des six essais élémentaires. Plusieurs commentaires peuvent être faits sur ces résultats. L'anisotropie du matériau est forte, tant au niveau des modules des premiers stades du calcul (en régime linéaire élastique) que pour la valeur de la déformation à l'apparition de la non-linéarité ou encore des réponses au-delà de cette inflexion. Les directions 2 et 3 sont censées être équivalentes, ce qui se vérifie bien avec la superposition des courbes TU2 et TU3 ainsi que CIS31 et CIS12, dans les premiers stades de déformation. En revanche, le caractère aléatoire de la microstructure influe sur les déformations et contraintes locales et donc sur les réponses lorsque la déformation est importante. Ce qui se manifeste par des courbes légèrement différentes en régime non-linéaire pour des déformations importantes. La figure 4.10(b) est à comparer avec la figure 4.9 où la sensibilité du modèle poro-viscoplastique à la pression hydrostatique est bien mise en évidence (contrairement au cas élasto-viscoplastique)

Les courbes de la figure 4.10(a) dans le plan transverse (TU2, TU3 et CIS23) diffèrent assez largement de celles de la figure 4.9(a). La matrice est effectivement très sollicitée dans ces cas de figure d'où l'intérêt d'un modèle de comportement adapté. Celui-ci ne modifie pas la valeur de la déformation à l'apparition de la non-linéarité mais la courbe de durcissement est profondément changée. L'endommagement se développe entre les fibres pour les essais où la matrice est sollicitée. Pour les essais TU1, CIS31 et CIS12, où les fibres reprennent tous les efforts, les courbes de réponse contrainte-déformation ne sont que très peu modifiées par l'utilisation du modèle poro-viscoplastique.

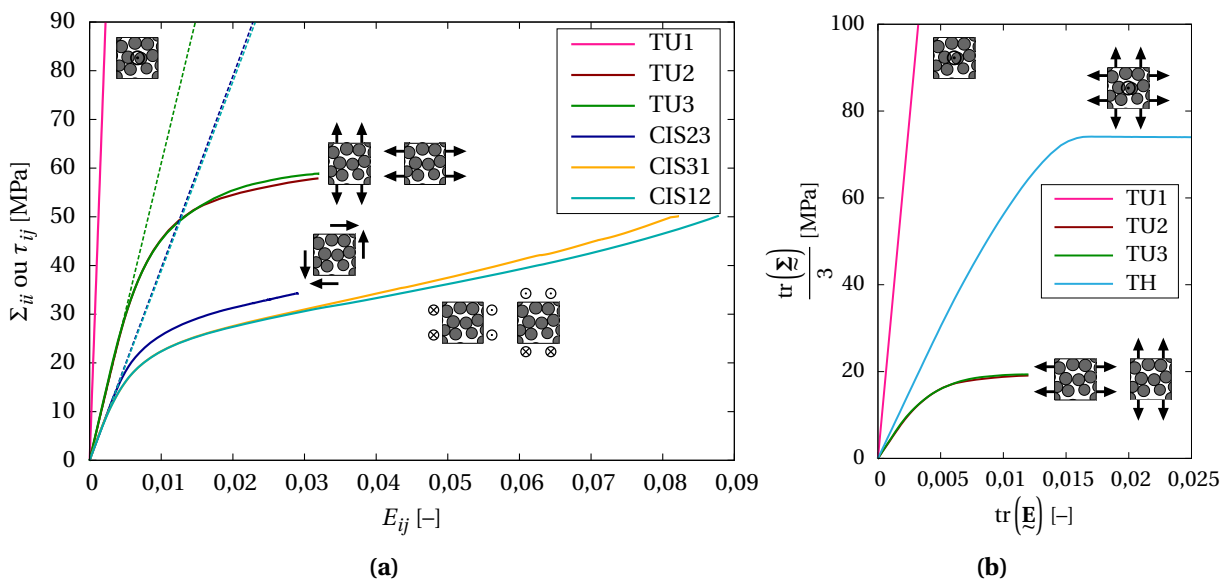


FIGURE 4.10 – (a) Courbes contrainte-déformation des essais élémentaires plan pour une matrice poro-viscoplastique; (b) Courbes de la trace du tenseur des contraintes en fonction du tiers de la trace des déformations pour différents essais.

Utilisation du modèle de comportement poro-viscoplastique de la matrice PA11 sur une cellule à arrangement hexagonal La figure 4.11(a) illustre les courbes macroscopiques obtenues pour les essais élémentaires sur la cellule idéalisée à arrangement hexagonal. Compte-tenu de l'architecture très régulière du matériau, les directions 2 et 3 ne sont pas équivalentes. En effet, les essais de traction transverse dans ces deux directions donnent des courbes contrainte-déformation différentes en

régime non-linéaire avec le modèle utilisé pour la matrice. La distance minimale inter-fibres dans la direction de sollicitation, comme en témoigne la figure 4.11(b) ($d_2 \neq d_3$), en est à l'origine. Les concentrations de contraintes locales dans la matrice amplifiées au fur et à mesure du chargement entraînent des écoulements différents dans les deux directions de traction transverse. Avec un modèle élasto-viscoplastique, ce phénomène n'est pas aussi marqué, les courbes contrainte-déformation des deux essais (suivant les directions 2 et 3) sont superposées.

Ces courbes sont assez différentes de celles présentées précédemment (en figure 4.10) et justifient, une fois de plus, l'importance de considérer une microstructure représentative.

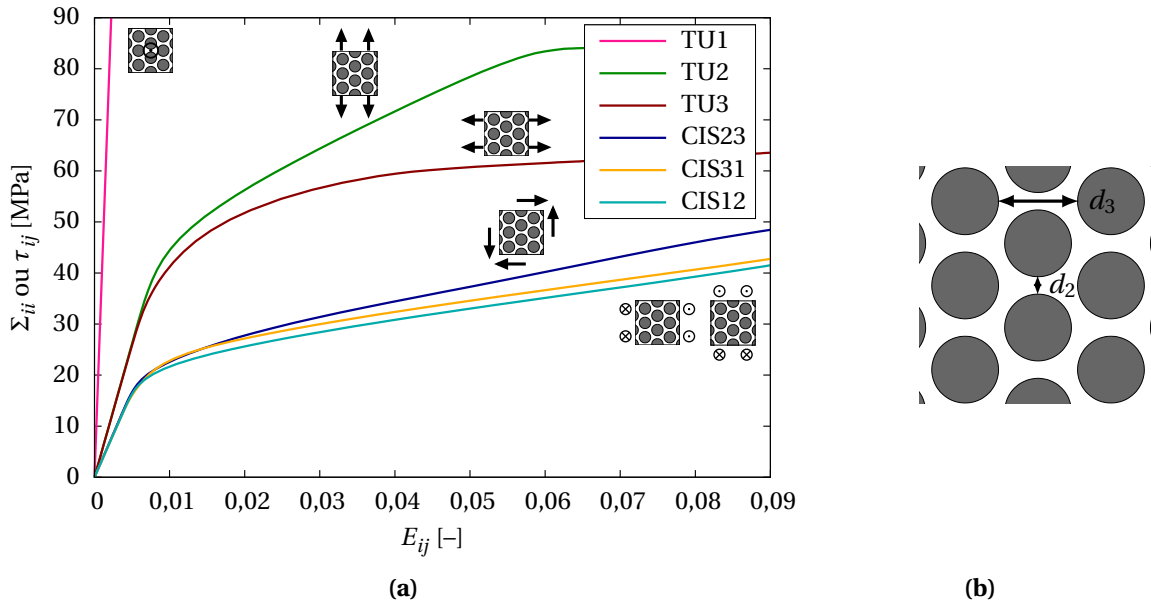


FIGURE 4.11 – (a) Courbes contrainte-déformation des essais élémentaires pour une matrice poro-viscoplastique sur une cellule à arrangement hexagonal; (b) Zoom sur le motif hexagonal et distances interfibres particulières.

4.1.2.C Distribution des grandeurs locales

Outre les résultats globaux, les grandeurs locales sont accessibles avec les calculs en champs complets. Plusieurs exemples sont donnés ci-après.

Calcul de traction transverse La figure 4.12 reprend le résultat de l'essai de traction transverse présenté en figure 4.10 auquel est ajoutée la courbe contrainte-déformation de l'essai de traction transverse réalisé dans la direction 2 sur la cellule idéalisée à motif hexagonal (figure 4.11(a)). Une comparaison avec la cellule idéalisée, qui, pour un même taux volumique présente des distances inter-fibres importantes et régulières, permet de justifier l'utilisation d'une cellule aléatoire et représentative pour les essais de micromécanique.

Plusieurs stades de déformation sont choisis sur ces deux cellules afin de comparer les distributions de grandeurs locales : les états ① à ④, pour la cellule aléatoire, et ① à ④, pour la cellule à arrangement hexagonal, présentent deux à deux des contraintes macroscopiques imposées équivalentes. À ces instants, notés sur le graphe 4.12, les cartographies d'isovaleurs de déformations locales, des plus grandes contraintes principales ou encore des triaxialités sont illustrées aux graphes 4.13 à 4.18 et sont commentées ci-après.

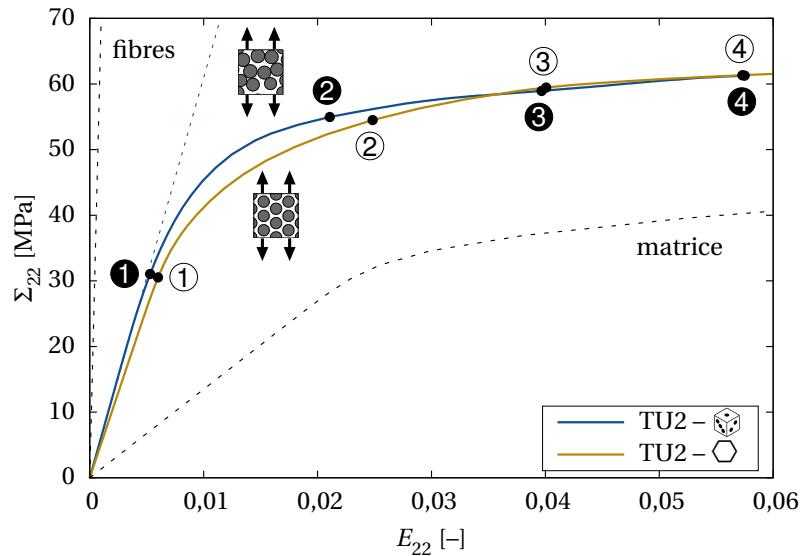


FIGURE 4.12 – Courbes contrainte-déformation de traction uniaxiale sur la cellule aléatoire cube ou à motif hexagonal hex avec le modèle poro-viscoplastique.

Commençons par les isovaleurs de déformations locales. En figures 4.13 et 4.14, les cartographies sont représentées pour les deux cellules considérées. Les déformations ε_{22} maximales sont très différentes lorsque la cellule est régulière ou aléatoire. Pour la cellule à arrangement aléatoire de 120 fibres, les déformations peuvent atteindre 140% localement et en fin de calcul (ce qui justifie le formalisme des grandes déformations utilisé). Il s'agit de zones aux pôles de fibres, proches entre elles et alignées dans la direction de sollicitation. Les zones de déformations importantes coalescent et forment des bandes perpendiculaires à la sollicitation. En revanche, sur la figure 4.14, les déformations calculées pour la cellule à arrangement hexagonal sont plus modérées et culminent à 80% localement en fin de calcul. Les zones les plus fortement déformées sont aussi aux pôles des fibres.

Les plus grandes contraintes principales sont analysées en figures 4.15 et 4.16. Aux différents stades de la déformation, conforme à l'attendu, les plus grandes contraintes principales sont positives (traction) et maximales aux pôles des fibres proches entre elles et alignées dans la direction de sollicitation alors qu'elles sont quasi-nulles (voire négatives, les zones sont en compression) et minimales à l'équateur des fibres proches entre elles et alignées dans la direction perpendiculaire à celle du chargement.

Les distributions des contraintes σ_{p1} sont d'abord resserrées (figure 4.15 ① et 4.16 ①) puis s'étendent au fur et à mesure du chargement. Les grandeurs locales sont bien supérieures aux contraintes macroscopiques imposées, et ce, d'un facteur deux dans le cas de l'arrangement aléatoire.

Les valeurs matricielles locales sont cruciales pour l'amorçage des phénomènes de cavitation qui entraîneront ensuite un endommagement du matériau. Si une cellule à arrangement idéalisé hexagonal est considérée, la figure 4.16 permet de rendre compte, notamment par les distributions des contraintes σ_{p1} , que les valeurs extrémales sont nettement plus faibles que celles observées pour une microstructure représentative. Les grandeurs locales, primordiales, ne sont donc pas accessibles. À tous les stades de déformation considérés, les distributions des contraintes dans la cellule à arrangement hexagonale sont tronquées par rapport à celles illustrées en figure 4.15. Les valeurs extrémales sont sous-estimées par une représentation idéalisée de la microstructure.

Les figures 4.17 et 4.18 rendent compte des triaxialités de contraintes dans la matrice (dans une cellule représentative ou idéalisée). Pour rappel, la triaxialité est donnée par le rapport entre la contrainte moyenne (pression hydrostatique) σ_m et la contrainte équivalente du matériau polymère homogénéisé (notée σ_{eq}). Seules les triaxialités dans la matrice sont représentées sur ces cartographies (dans les fibres, les valeurs sont fixées nulles). Les éléments dont la variable f est supérieure à 0,3 sont supprimés de la visualisation (et apparaissent en blanc), ce qui permet d'apprécier les zones très fortement déformées dans le matériau aux derniers stades de déformation et de simuler une ouverture de micro-fissures.

Les régions à l'équateur des fibres proches et alignées dans la direction perpendiculaire à la sollicitation sont en compression alors que les régions plus aux pôles des fibres sont soumises à de la traction. Ce résultat est observé aussi bien sur les cartographies de la microstructure représentative qu'idéalisée aux figures 4.17 et 4.18.

Quant aux graphes des densités de probabilité sur ces mêmes figures, les constats établis précédemment pour les contraintes σ_{pl} restent valables. Les queues de distribution dans le cas de la microstructure représentative présentent des valeurs extrémales importantes, en compression et en traction, au sein du composite. Contrairement au cas de l'arrangement idéalisé hexagonal où ces distributions semblent tronquées, les valeurs extrémales sont plus resserrées.

Notons qu'il s'agit de chargements macroscopiques de traction uniaxiale (transverse) mais que manifestement beaucoup de zones sont fortement sollicitées et subissent des triaxialités importantes ($\eta > 1$), c'est d'autant plus vrai dans le cas de l'arrangement aléatoire. Ces zones de matrice confinée vont gouverner la germination de l'endommagement du composite.

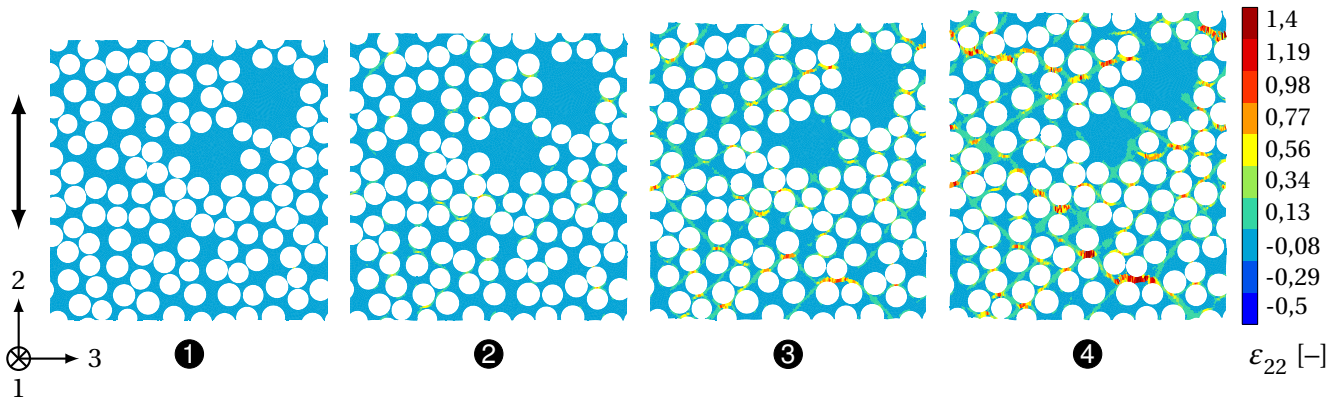


FIGURE 4.13 – Cartographies des isovaleurs de déformations ϵ_{22} dans la matrice de la cellule aléatoire aux stades de déformation ① à ④ donnés en figure 4.12. La flèche représente la direction de chargement.

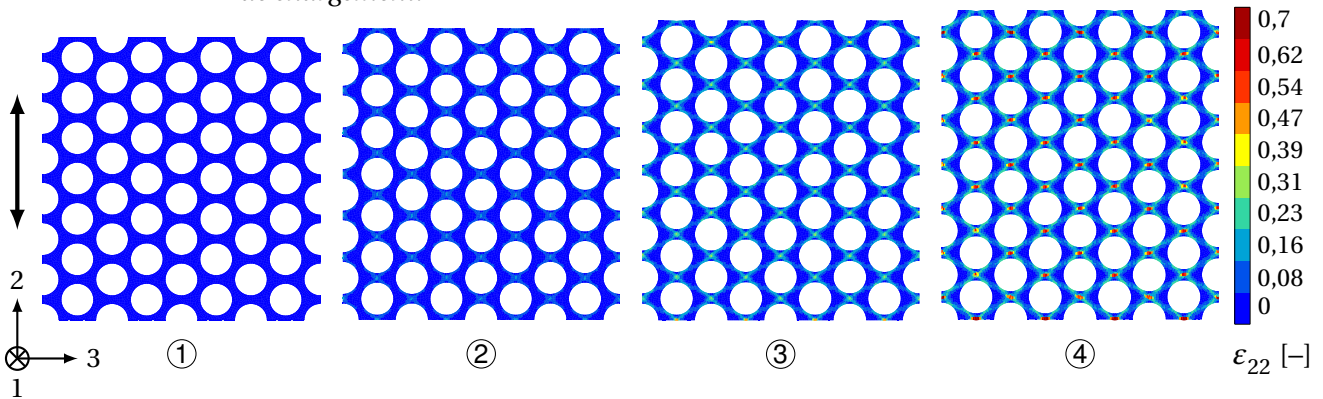


FIGURE 4.14 – Cartographies des isovaleurs de déformations ϵ_{22} dans la matrice de la cellule à arrangement hexagonal aux stades de déformation ① à ④ donnés en figure 4.12. La flèche représente la direction de chargement.

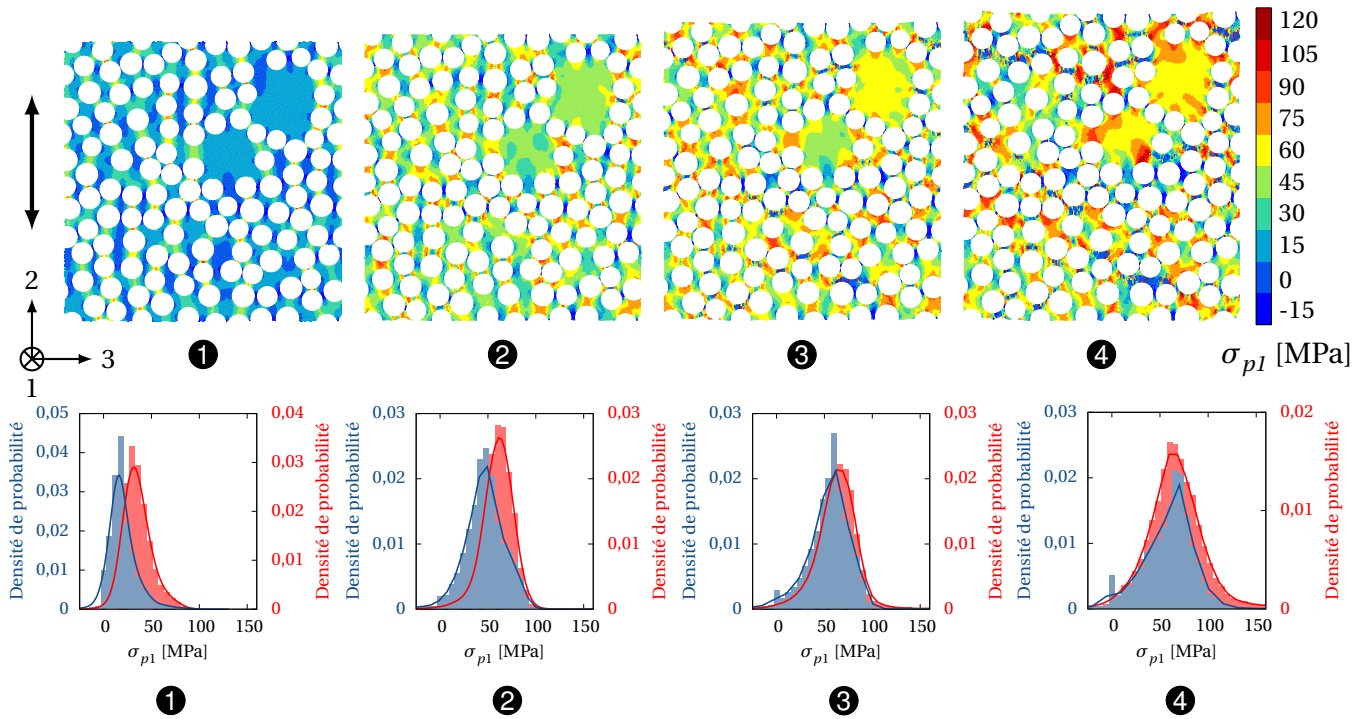


FIGURE 4.15 – 1^{ère} ligne : cartographies des isovaleurs des plus grandes contraintes principales σ_{p1} dans la matrice de la cellule aléatoire aux stades de déformation ① à ④. 2^{de} ligne : histogrammes correspondants des densités de probabilité des σ_{p1} calculées dans la matrice (en bleu) et dans les fibres (en rouge).

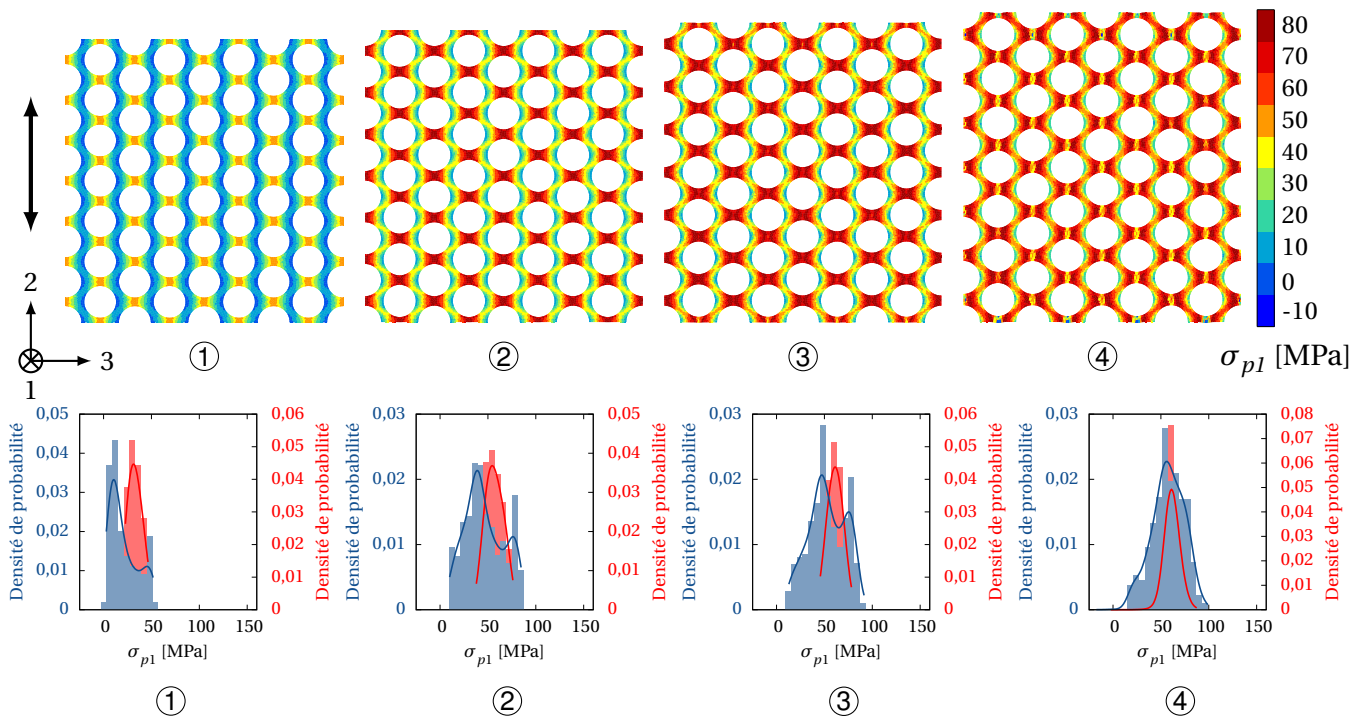


FIGURE 4.16 – 1^{ère} ligne : cartographies des isovaleurs des plus grandes contraintes principales σ_{p1} dans la matrice de la cellule à arrangement hexagonal aux stades de déformation ① à ④. 2^{de} ligne : histogrammes correspondants des densités de probabilité des σ_{p1} calculées dans la matrice (en bleu) et dans les fibres (en rouge).

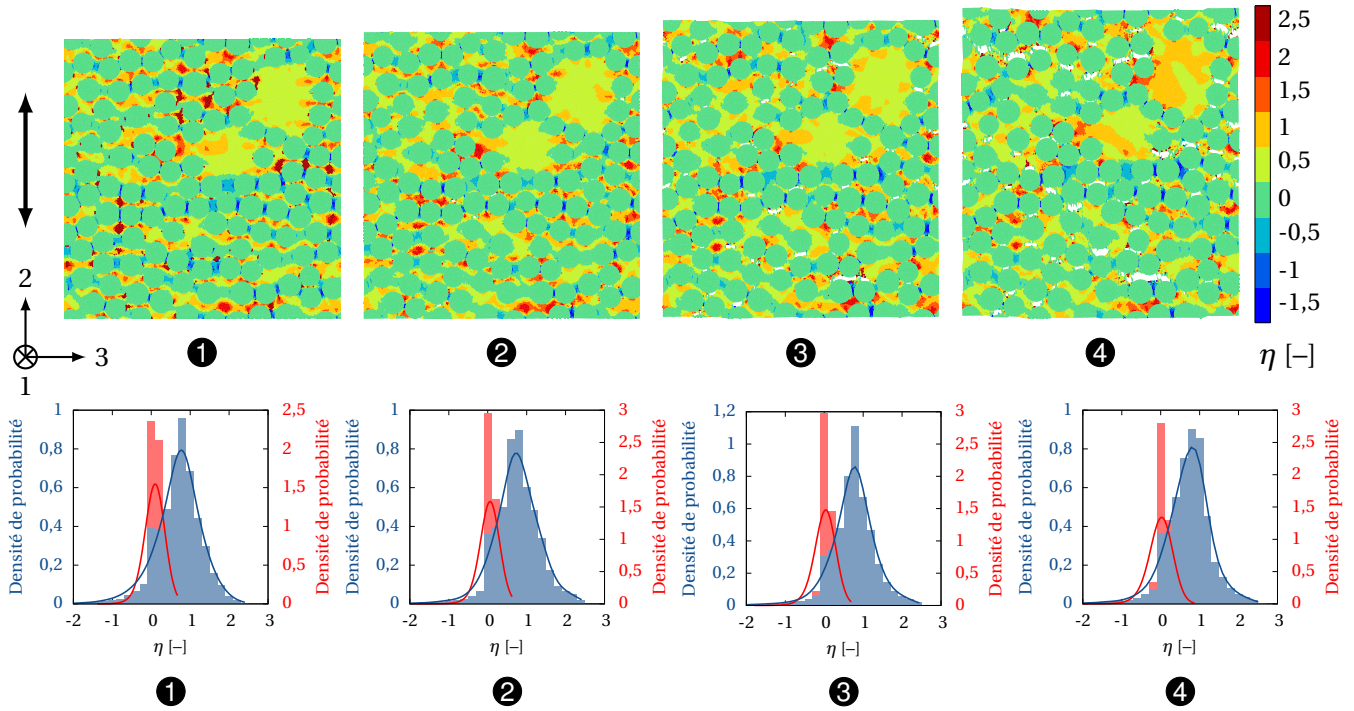


FIGURE 4.17 – 1^{ère} ligne : cartographies des isovaleurs des triaxialités η dans la matrice de la cellule aléatoire aux stades de déformation ① à ④. 2nde ligne : histogrammes correspondants des densités de probabilité des triaxialités η calculées dans la matrice (en bleu) et dans les fibres (en rouge).

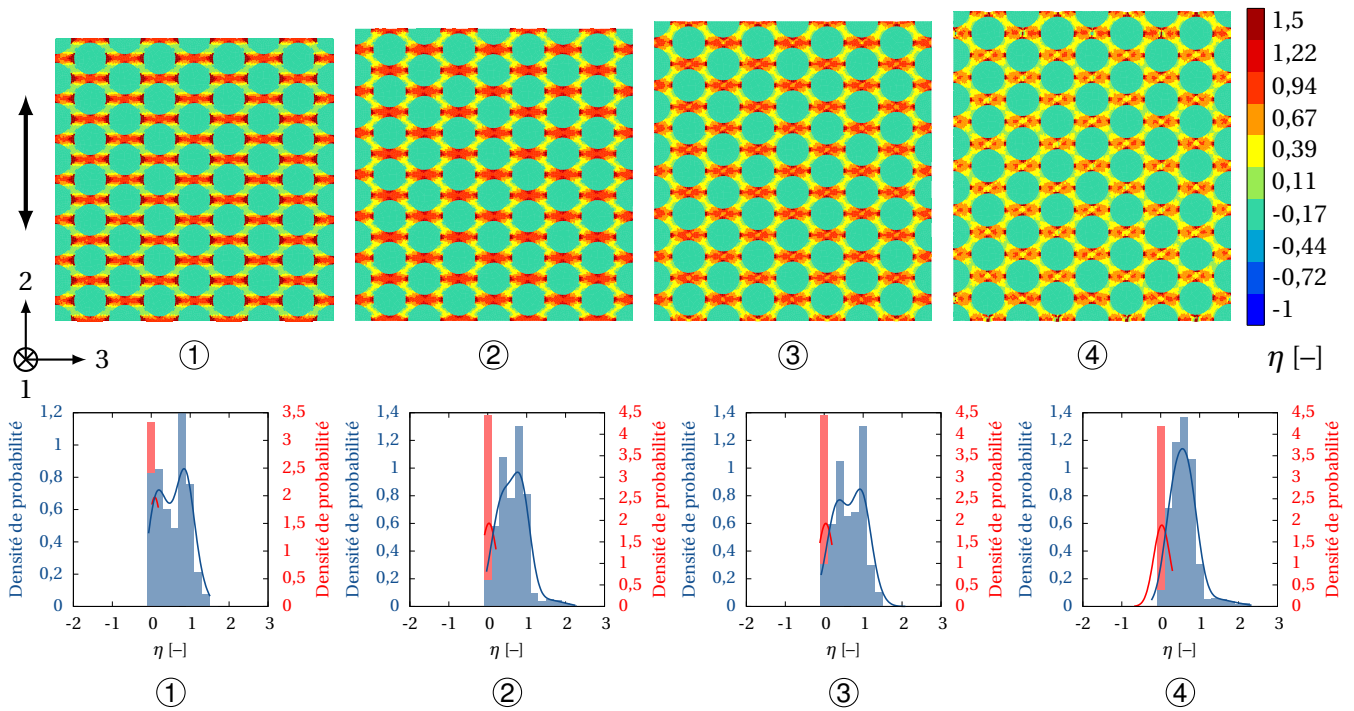


FIGURE 4.18 – 1^{ère} ligne : cartographies des isovaleurs des triaxialités η dans la matrice de la cellule à arrangement hexagonal aux stades de déformation ① à ④. 2nde ligne : histogrammes correspondants des densités de probabilité des triaxialités η calculées dans la matrice (en bleu) et dans les fibres (en rouge).

Contraintes interfaciales Plusieurs auteurs s'intéressent aux contraintes interfaciales dans les composites UD, citons par exemple [Hobbiebrunken *et al.*, 2006, Hojo *et al.*, 2009, Okabe *et al.*, 2011]. Le calcul des grandeurs INS ou ISS (de l'anglais Interfacial Normal Stress ou Interfacial Shear Stress) des contraintes normales ou de cisaillement en circonférence de fibres sont capitales pour comprendre les mécanismes de déformations autour des fibres et éventuellement de la décohésion fibre-matrice. Les calculs micromécaniques permettent notamment de déterminer ces contraintes interfaciales au sein de la microstructure et au cours du chargement. L'environnement immédiat de chaque fibre, leur proximité avec d'autres fibres et l'alignement avec la direction de chargement sont autant de facteurs qui influencent les valeurs de contraintes interfaciales. C'est ce qui est montré ci-après.

Quelques définitions sont nécessaires dans un premier temps. Le vecteur-contrainte $\underline{\mathbf{t}} = \underline{\boldsymbol{\sigma}} \cdot \underline{\mathbf{n}}$ s'appliquant sur une facette de normale $\underline{\mathbf{n}}$ se décompose selon l'expression 4.1, en une partie normale σ_n et une composante tangentielle τ contenue dans le plan de la facette dont la norme τ est appelée contrainte tangentielle (ou de cisaillement ou cission).

$$\underline{\mathbf{t}} = \underline{\boldsymbol{\sigma}} \cdot \underline{\mathbf{n}} = \sigma_n \underline{\mathbf{n}} + \underline{\boldsymbol{\tau}}$$

avec $\sigma_n := \underline{\mathbf{n}} \cdot \underline{\boldsymbol{\sigma}} \cdot \underline{\mathbf{n}}$ (4.1)

$$\tau^2 := \underline{\boldsymbol{\tau}} \cdot \underline{\boldsymbol{\tau}} - \sigma_n^2$$

La décomposition du vecteur-contrainte est représentée par le schéma en figure 4.19.

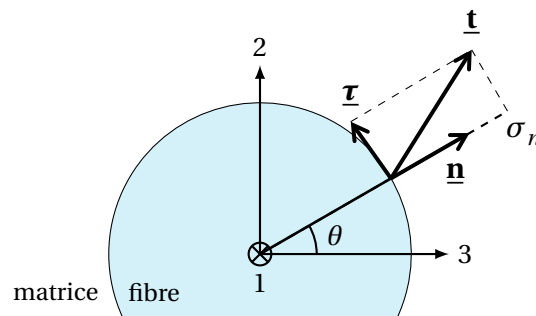


FIGURE 4.19 – Décomposition du vecteur-contrainte (en contraintes normale et tangentielle) pour une position arbitraire sur la surface d'une fibre.

Une fibre est considérée dans chacune des deux microstructures étudiées précédemment et est illustrée en rouge en figure 4.20. Cette dernière est choisie arbitrairement. Les composantes σ_n et τ sont calculées pour cette fibre au cours de l'essai numérique de traction transverse. La figure 4.20 représente ces composantes dans un repère polaire et mettent en lumière l'influence du voisinage des fibres sur les grandeurs calculées aux chargements ❶ ❶ et ❸ ❸ (pour rappel, les courbes contrainte-déformation se trouvent en figure 4.12).

Aux instants ❶ ❶ et ❶ ❶, le chargement macroscopique est de l'ordre de 30 MPa. Alors que dans le cas de la cellule idéalisée à arrangement hexagonal, les composantes normales de traction maximales sont supérieures de 20 MPa à cette valeur macroscopique ; dans l'arrangement aléatoire, la proximité des fibres engendre des contraintes normales bien plus importantes, près de trois fois supérieures à la valeur macroscopique (voir figure 4.20 ❶ ❶). Un alignement de fibres proches les unes des autres et dans la direction de sollicitation forme les conditions pour obtenir les contraintes normales de traction maximales en circonférence des fibres. Le constat est le même au pas de temps ❸ ❸, les contraintes normales de traction sont amplifiées, les maxima des valeurs locales sont le double de la

contrainte macroscopique imposée.

Les composantes normales de compression sont plus marquées à l'équateur de la fibre où les fibres voisines sont très proches et alignées dans la direction perpendiculaire au chargement. L'arrangement hexagonal semble favoriser les contraintes de cisaillement à la circonférence des fibres, les valeurs à chaque instant sont bien plus importantes que celles calculées dans l'arrangement aléatoire. Les lobes (maxima) des contraintes de cisaillement se trouvent pour les orientations proches de celle de la sollicitation et en regard de zones où il n'y a pas de fibre voisine.

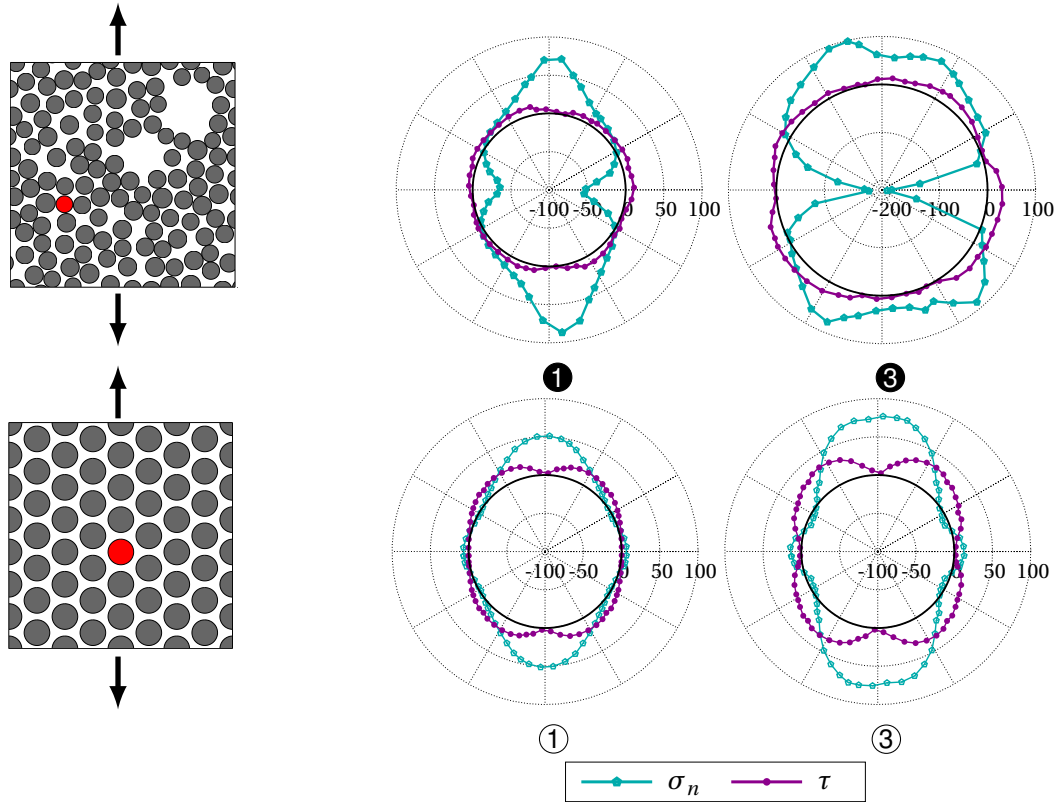


FIGURE 4.20 – Représentation polaire des composantes σ_n et τ sur la circonférence des fibres considérées (et illustrées en rouge dans chacune des microstructures). Le cercle noir illustre la fibre et correspond à la valeur nulle des composantes : lorsque le point se situe dans le cercle (respectivement, en dehors), la valeur est négative (respectivement, positive).

Les mêmes représentations sont proposées en figure 4.22 pour un essai de cisaillement dans le plan transverse aux fibres (2,3) dont la figure 4.21 reprend les courbes contrainte-déformation macroscopiques associées aux deux cellules. De manière analogue que précédemment, les étapes de chargement sont comparées deux à deux et sont notées sur le graphe en figure 4.21. Les courbes contrainte-déformation sont bien distinctes mais des chargements équivalents en contrainte macroscopique imposée sont choisis.

En chargement de cisaillement plan, les contraintes tangentielles sont maximales sur la circonférence de la fibre au contact des premières fibres voisines. Les courbes polaires des contraintes τ de cisaillement autour de la fibre sont assez similaires dans les deux cellules, l'environnement de la fibre affecte peu les distributions des contraintes de cisaillement sur la circonférence de la fibre sous ce type de chargement. Ce résultat a aussi été observé par McCarthy et Vaughan [McCarthy et Vaughan, 2015].

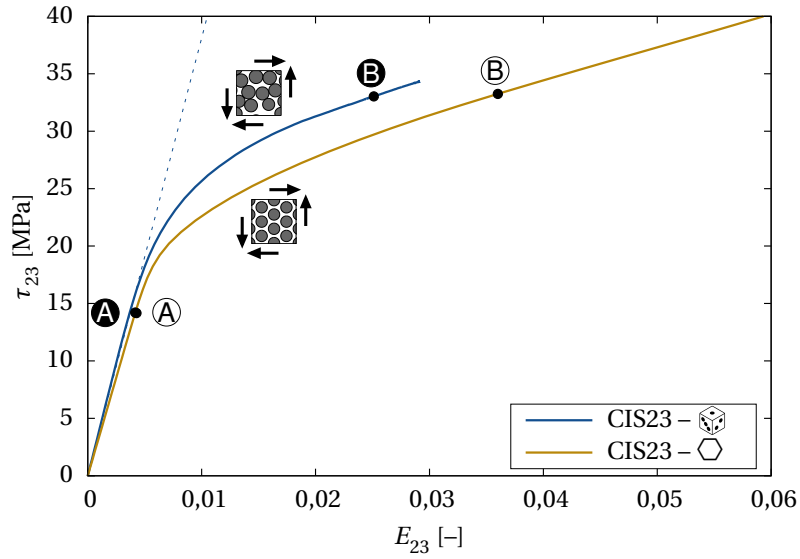


FIGURE 4.21 – Courbes contrainte-déformation de cisaillement plan (2,3) sur la cellule aléatoire ⊠ ou à motif hexagonal ⬡ avec le modèle poro-viscoplastique.

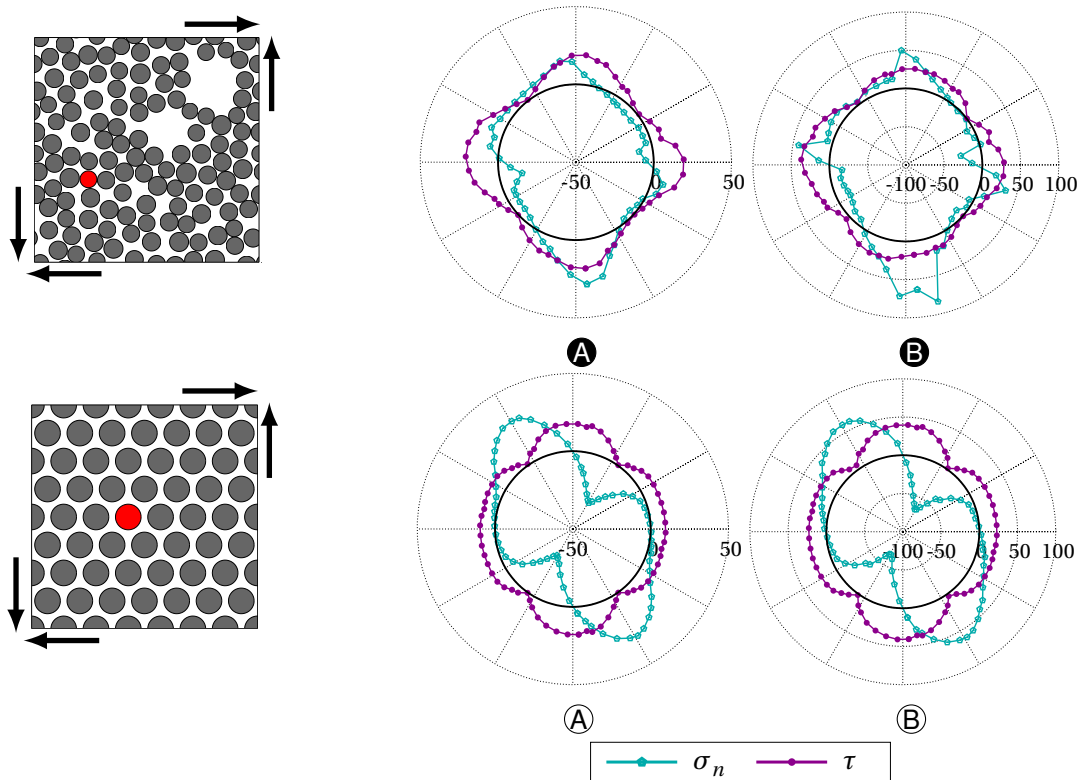


FIGURE 4.22 – Représentation polaire des composantes σ_n et τ sur la circonférence des fibres considérées (et illustrées en rouge dans chacune des microstructures). Le cercle noir illustre la fibre et correspond à la valeur nulle des composantes : lorsque le point se situe dans le cercle (respectivement, en dehors), la valeur est négative (respectivement, positive). Les chargements **A**, **B**, **A** et **B** sont donnés en figure 4.21.

Les contraintes normales et tangentielles extrémales déterminées sur la cellule à arrangement hexagonal en traction transverse ou cisaillement dans le plan transverse aux fibres sous-estiment

celles régnant dans une microstructure où les fibres sont réparties de manière aléatoire et peuvent être plus proches les unes des autres. Les contraintes interfaciales sont dépendantes de l'environnement de chaque fibre et des sollicitations imposées sur la cellule. Les critères des zones cohésives utilisées dans la littérature [Totry *et al.*, 2008a, Totry *et al.*, 2008c, Vaughan et McCarthy, 2011, Canal Casado, 2011, Melro *et al.*, 2013, Ashouri Vajari, 2014, McCarthy et Vaughan, 2015, Naya *et al.*, 2015, Naya *et al.*, 2017, Naylor *et al.*, 2017] sont nécessairement à prendre en compte avec des microstructures réalistes dans une étude statistique.

Plusieurs éléments peuvent être établis d'après les résultats précédents. Si les propriétés élastiques pouvaient être – dans une première approximation – déterminées par une cellule à arrangement hexagonal, ce n'est plus le cas lorsque le caractère non-linéaire de la matrice intervient. Les courbes contrainte-déformation sont très différentes entre ces deux cellules, surtout lorsque la matrice est très sollicitée (chargement dans le plan transverse aux fibres). Contrairement à la cellule à arrangement hexagonal, la cellule aléatoire présente un comportement équivalent dans les directions transverses aux fibres. Les courbes contrainte-déformation se superposent aussi dans le régime non-linéaire, ceci s'explique directement par l'arrangement des fibres : il y a une équiprobabilité de générer des concentrations de contraintes dans les directions transverses. Une cellule idéalisée ne rend pas correctement compte des grandeurs locales : les valeurs extrémales, critiques pour la germination des phénomènes d'endommagement dans le composite, sont largement sous-estimées.

Calcul de compression transverse La figure 4.23 met en évidence la symétrie entre traction et compression du composite modélisé (en terme de limite d'élasticité) alors que la littérature s'accorde usuellement sur une asymétrie importante pour ce type de matériau [Pinho *et al.*, 2012, Vogler *et al.*, 2013, McCarthy et Vaughan, 2015] (voir l'illustration en figure 4.1(a) suivant les axes σ_{22} ou σ_{33}). Le modèle poro-viscoplastique est mis en défaut ici pour ce type de sollicitation. Néanmoins, les cartographies d'isovaleurs de déformation plastique cumulée données en figure 4.24 sont en accord avec la littérature (notamment la figure 4.3). En traction transverse, les bandes de localisation de la déformation plastique cumulée sont perpendiculaires à la direction de la sollicitation imposée et coalescent pour former une fissure. En compression transverse, les bandes de localisation sont inclinées (voir figure 4.24(b)).

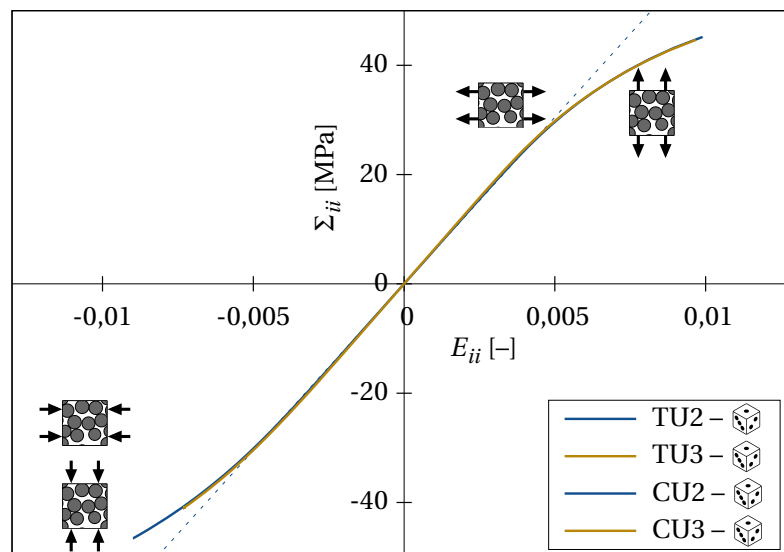


FIGURE 4.23 – Courbes contrainte-déformation d'essais de traction ou compression dans le plan transverse aux fibres (directions 2 ou 3) sur la cellule aléatoire de 120 fibres.

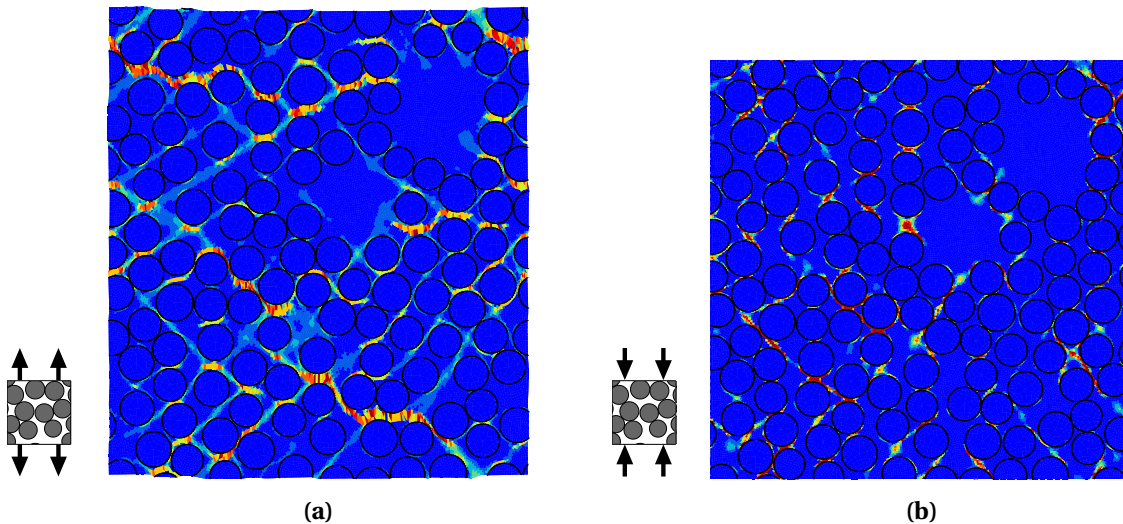


FIGURE 4.24 – Cartographies des isovaleurs de la déformation plastique cumulée en fin de calcul pour un essai (a) de traction transverse et (b) de compression transverse.

4.1.3 Paramètres influents en non-linéaire

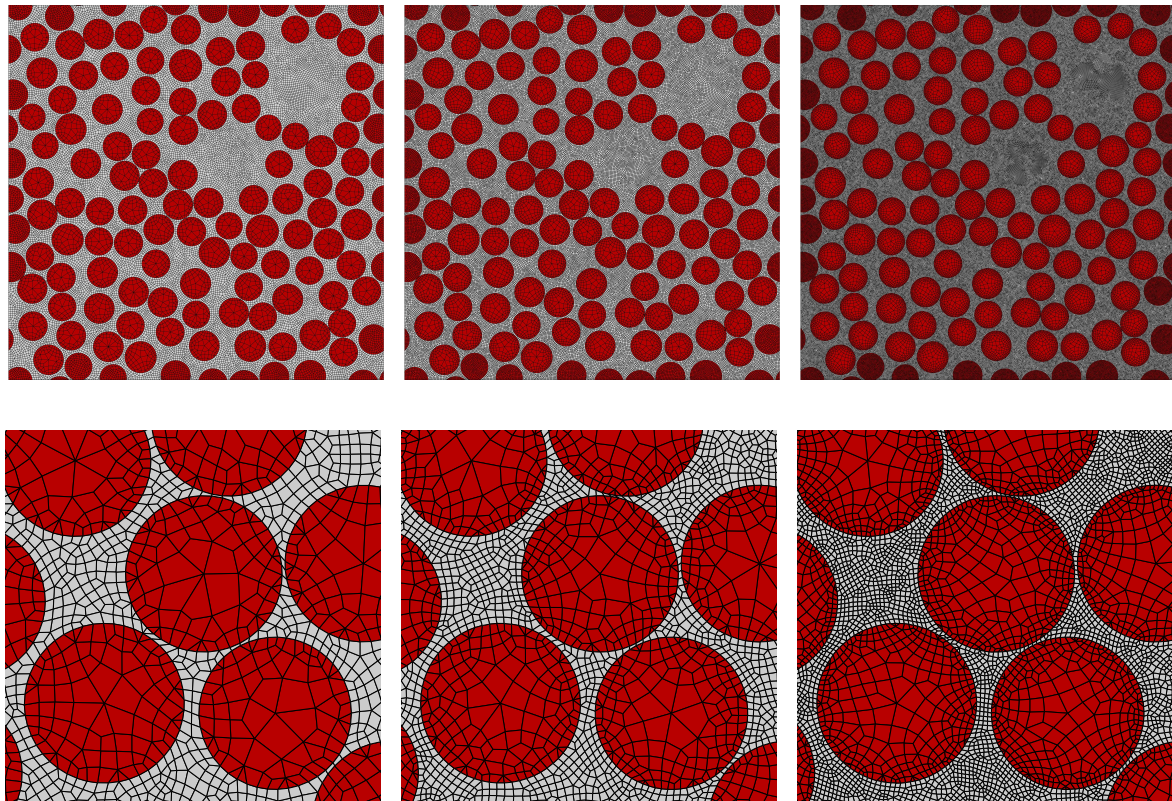
Plusieurs paramètres influents des calculs micromécaniques en non-linéaires sont passés en revue.

4.1.3.A Dépendance au maillage

Plusieurs maillages de la microstructure illustrée en figure 4.7 sont utilisés afin de déterminer l'influence de la taille des éléments sur les grandeurs macroscopiques mais aussi locales. La figure 4.25 représente ces différents maillages, les nombres de nœuds et d'éléments sont donnés en légende. Le maillage dans les fibres est choisi volontairement moins fin afin de diminuer le nombre total d'éléments des microstructures. Aussi, il est important de noter qu'il y a une unique rangée d'éléments dans la matrice confinée, la distance inter-fibres minimale étant imposée lors de la génération de la microstructure.

Les courbes contrainte-déformation des essais élémentaires de traction transverse (TU2) sur les cellules maillées sont illustrées en figure 4.26(a). Les différences exprimées entre les courbes macroscopiques sont assez faibles (de l'ordre de 5 MPa au maximum) mais les grandeurs locales sont d'autant plus amplifiées dans les zones à forts gradients (entre deux fibres très proches) que le maillage est fin. En figure 4.26(b), la surface des éléments ayant atteint un taux de porosité supérieur à 20% est représentée en fonction du chargement imposé et montre que le maillage présentant les plus petits éléments voit cette surface augmenter plus rapidement. L'influence du maillage sur la localisation des grandeurs avec l'utilisation de la loi poro-viscoplastique de la matrice a été montrée au chapitre 2 et a pour conséquence, dans le cas de maillages plus fins, une augmentation plus rapide de la surface des éléments dont la fraction volumique de vide atteint un certain seuil.

Dans ce qui suit, sauf mention contraire, le maillage considéré est celui présenté en figure 4.25(a), le moins riche en éléments. Par ce choix, les calculs sont moins coûteux (ce qui est intéressant puisque nombre de calculs sont réalisés par la suite), le comportement non-linéaire de la cellule est bien modélisé et évite les trop fortes localisations des grandeurs microscopiques (problématiques pour la convergence du calcul).



(a) – 58000 nœuds
29597 éléments

(b) – 117210 nœuds
59161 éléments

(c) – 271934 nœuds
136449 éléments

FIGURE 4.25 – Différents maillages de la cellule aléatoire donnée en figure 4.7, les détails des maillages sont donnés sous les illustrations.

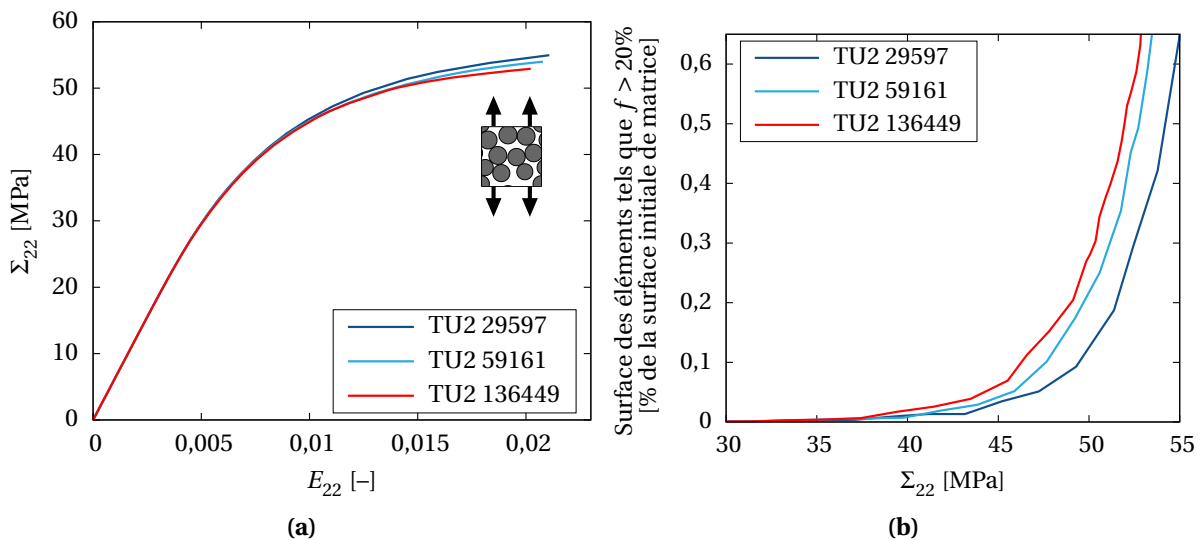


FIGURE 4.26 – (a) Courbes contrainte-déformation des essais élémentaires de traction transverse, TU2, pour les différents maillages (nommés par leur nombre d'éléments); (b) Surface des éléments dont la variable interne f atteint 20% en fonction de la contrainte appliquée.

4.1.3.B Influence de la vitesse de chargement

La matrice, via le modèle de comportement, est sensible à la vitesse de chargement. Ceci est donc vrai aussi pour la cellule du composite.

Le maillage en figure 4.25(b) est considéré et plusieurs vitesses de chargement sont imposées en contrainte macroscopique ou déformation macroscopique, les résultats sont présentés en figure 4.27 et 4.28, respectivement.

En sollicitation de contrainte macroscopique imposée Plus la vitesse de chargement est importante, plus la contrainte calculée, en régime non-linéaire, est forte pour une même déformation. Notons que puisque l'incrément est en contrainte, celle-ci ne peut qu'augmenter. La courbe contrainte-déformation semble atteindre une asymptote, seul un comportement durcissant peut être mis en évidence.

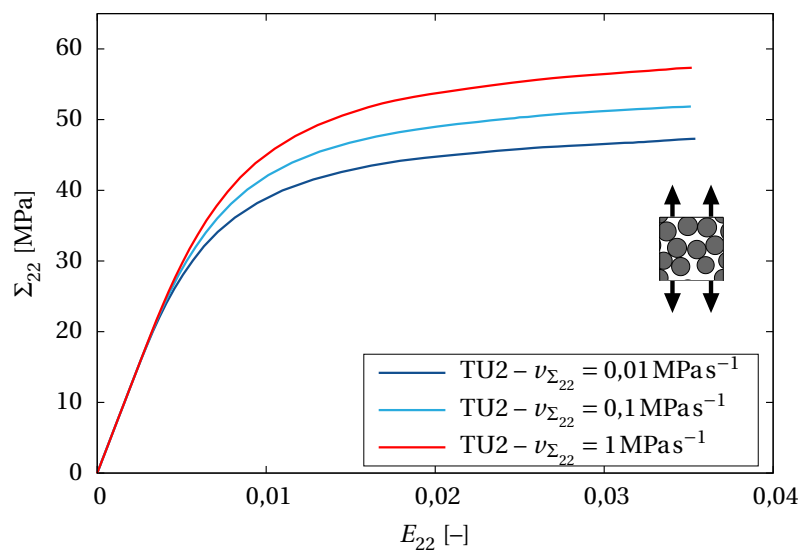


FIGURE 4.27 – Courbes contrainte-déformation des essais élémentaires de traction transverse (direction 2) pour les différentes vitesses de chargement en contrainte macroscopique imposée.

En sollicitation de déformation macroscopique imposée Dans ce cas aussi, plus la vitesse de chargement est importante et plus la contrainte est forte pour une même déformation. En revanche, les courbes présentées en figure 4.28 sont différentes des précédentes illustrées en figure 4.27. Contrairement au cas de la contrainte macroscopique imposée, la sollicitation de déformation macroscopique imposée permet la visualisation des comportements faiblement adoucissants. Le modèle de la matrice est responsable de cet adoucissement du matériau composite.

Dans la présente étude, sauf mention contraire, la sollicitation en contrainte macroscopique est choisie. Elle permet notamment le tracé des surfaces de charge (présentées en partie 4.3.2.B) par un choix d'un trajet radial de chargement dans le plan des contraintes principales ([Bornert *et al.*, 2001a], chapitre 3). La vitesse considérée est fixée à 1 MPas^{-1} .

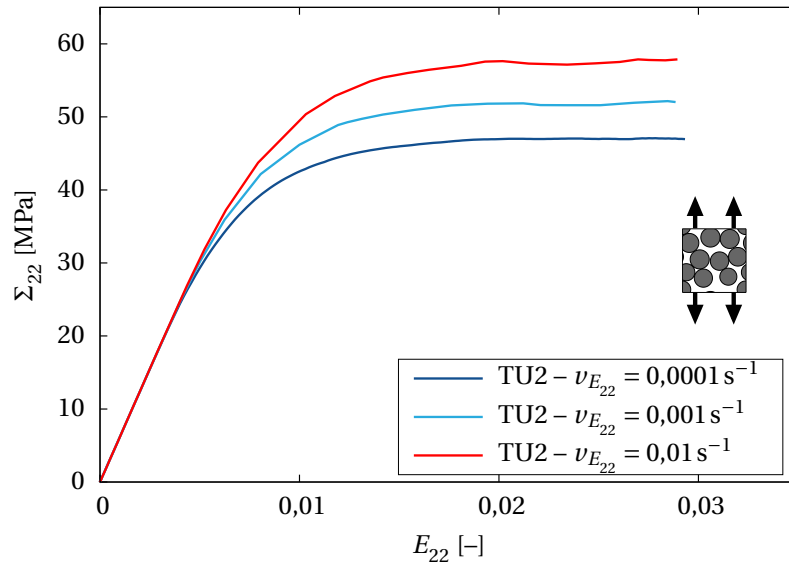


FIGURE 4.28 – Courbes contrainte-déformation des essais élémentaires de traction transverse (direction 2) pour les différentes vitesses de chargement en déformation macroscopique imposée.

4.2 Représentativité du VER en non-linéaire

4.2.1 Évolution de la représentativité d'une grandeur calculée au cours du chargement

La cellule d'étude, considérée jusqu'à présent, a permis de réaliser un certain nombre de calculs illustrés en partie 4.1.2. Plusieurs questions se posent. Quels auraient été les résultats si le choix s'était porté sur une autre cellule? Pour une cellule choisie, il est possible de calculer l'estimation sur les propriétés élastiques (voir chapitre 3), quid de cette représentativité quand le comportement non-linéaire de la matrice rentre en jeu? Le VER considéré en élasticité linéaire est-il toujours représentatif au delà du régime élastique? Faut-il considérer des réalisations supplémentaires pour garantir la même estimation que celle déterminée en élasticité linéaire?

Une méthode est proposée afin de déterminer la représentativité de la propriété mesurée au cours du chargement.

Peu d'auteurs se sont intéressés à la représentativité des grandeurs mesurées sur un VER (une cellule unique) en régime non-linéaire. La relation entre VER en élasticité et en régime non-linéaire est une question encore ouverte. Alors que Gitman *et al.* [Gitman, 2006, Gitman *et al.*, 2007] estime que le VER n'existe pas toujours, notamment dans le cas de matériaux aux comportements adoucissants, la méthode de la portée intégrale est appliquée ici afin de statuer sur cette existence et de quantifier, si possible, l'erreur relative commise sur les propriétés effectives. À notre connaissance, seuls deux travaux utilisent la portée intégrale en régime non-linéaire. D'une part, Madi *et al.* [Madi *et al.*, 2006], définissent une propriété apparente en viscoplasticité (obtenue par une moyenne de grandeurs locales), évaluée à différents niveaux de chargement et déterminent l'évolution de la représentativité de cette propriété par la méthode de la portée intégrale. Le principal résultat est le suivant : le VER semble être plus petit en régime non-linéaire qu'en élasticité. D'autre part, les travaux de Pelissou *et al.* [Pelissou *et al.*, 2009] concluent que le VER en non-linéaire doit être, en dimensions, 8 à 10 fois supérieur à celui utilisé pour le cas linéaire. Ces deux auteurs obtiennent des résultats qui semblent contradictoires : la représentativité des grandeurs mesurées sur un VER semble dépendre fortement du matériau considéré (constituants, morphologie du renfort...).

La méthode associée à la portée intégrale est valide en non-linéaire dès lors que les propriétés effectives sont obtenues par la moyenne d'un champ. Remarquons que dans le cas d'un volume à interfaces imparfaites (discontinuité du vecteur-contrainte \underline{t} à la circonférence des fibres), la méthode n'est plus applicable. Pour la présente étude, où les interfaces sont parfaites, le calcul permet d'écrire à tout instant les relations 4.2 ou 4.3.

$$\underline{\Sigma} = \langle \underline{\sigma} \rangle = \underline{\mathbf{C}}_{\approx E}^{\text{app}} : \underline{\mathbf{E}} \quad (4.2)$$

$$\underline{\mathbf{E}} = \langle \underline{\epsilon} \rangle = \underline{\mathbf{S}}_{\approx \Sigma}^{\text{app}} : \underline{\Sigma} \quad (4.3)$$

Les champs microscopiques résultats sont analysés pour la propriété Z , les variances $D_{Z,\Sigma}^2(S)$ (ou $D_{Z,E}^2(S)$) sont données en fonction des sous-domaines S . De manière analogue à l'utilisation de la portée intégrale en élasticité linéaire, en non-linéaire, plusieurs stades de chargements sont considérés.

Par exemple, pour étudier la représentativité de la propriété $S_{2222,\Sigma}^{\text{app}}$ de la matrice de souplesse en traction transverse, un calcul de traction (chargement suivant 2 uniquement) est simulé. Les variances $D_{\epsilon_{22}}^2$ sont étudiées à plusieurs instants du chargement. Le lien entre les dimensions du VER en élasticité et en régime non-linéaire est alors déterminé.

Dans un premier temps, les calculs sont réalisés sur la cellule présentée en figure 4.7. Les résultats d'essai de traction transverse et de cisaillement dans le plan transverse sont donnés, pour rappel, en figure 4.10.

4.2.1.A Essai de traction transverse

L'essai de traction transverse suivant la direction 2 est considéré. La figure 4.29(b) représente les courbes de la variance de la valeur moyenne de ϵ_{22} en fonction de la surface S pour différents pas de chargement au cours du calcul. Les différents pas de chargement analysés sont illustrés en figure 4.29(a). Il serait possible de calculer les erreurs relatives associées à chaque pas de temps – de la même manière que dans le cas d'un chargement en élasticité linéaire – mais un autre processus d'analyse est proposé ici.

Les courbes présentées en 4.29(b) permettent de garantir l'existence d'un VER (elles sont semblables à celles observées en régime linéaire élastique). Ces courbes sont presque identiques mais se décalent suivant l'axe des ordonnées, les valeurs augmentent avec le chargement imposé. L'objectif est donc de pouvoir les superposer sur une unique courbe par une méthode de *data collapse*. Les droites de corrélation peuvent être déterminées sur les queues de courbes (et sont représentées sur le même graphe 4.29(b)), un unique coefficient directeur est choisi : seule l'ordonnée à l'origine diffère en fonction du chargement en contrainte imposée. L'équation 3.14 se vérifie pour chaque incrément, où γ est une constante (unique pour tous les chargements) et l'ordonnée à l'origine donne accès aux valeurs de $D_{\epsilon_{22}}^2 A_3^\gamma$ relatives aux incréments.

Ces valeurs de l'ordonnée à l'origine des droites de corrélation sont représentées en figure 4.29(c) en fonction de la déformation macroscopique E_{22} calculée et celles-ci s'alignent sur une droite. L'équation de la droite en figure 4.29(c) est donnée sur le graphe ainsi que le coefficient de détermination R^2 . Notons a le coefficient directeur de la droite et b l'ordonnée à l'origine, tels que :

$$\log_{10} \left(D_{\epsilon_{22}}^2 A_3^\gamma \right) = a \times \log_{10} (E_{22}) + b \quad (4.4)$$

Il est alors possible d'évaluer l'erreur relative en fonction de la seule déformation macroscopique E_{22} .

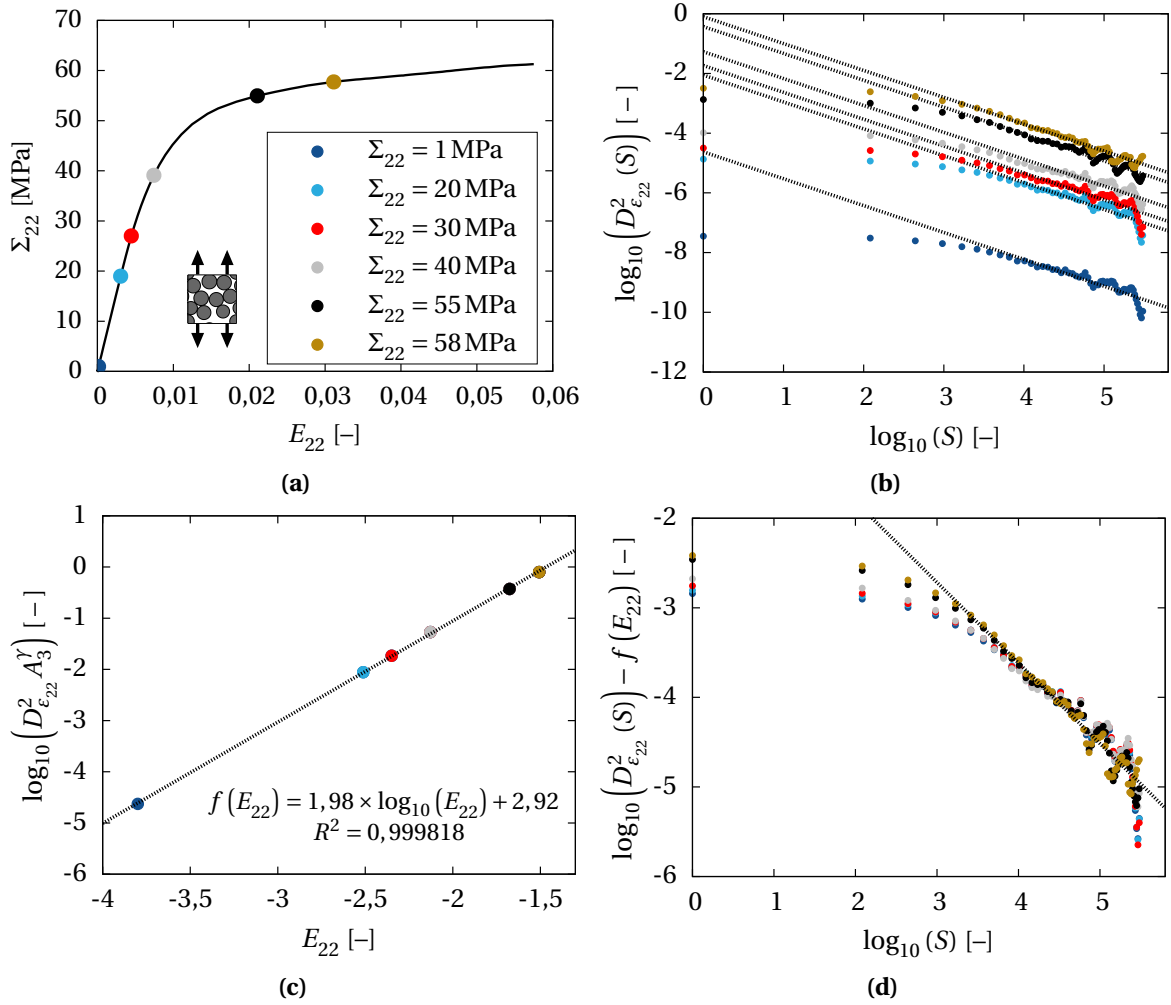


FIGURE 4.29 – (a) Courbe contrainte-déformation de l’essai de traction transverse sur la cellule; (b) Variance de la valeur moyenne de ϵ_{22} en fonction de la surface S aux différents pas de chargement; (c) Ordonnées à l’origine des droites de régression linéaire précédentes en fonction de la déformation E_{22} ; (d) Superposition (data collapse) de toutes les courbes de variance de la valeur moyenne de ϵ_{22} en fonction de la surface S à différents pas de chargement d’après le calcul de la fonction $f(E_{22})$.

En effet, reprenons l’expression de ϵ_{rela} à l’équation 3.16 pour ce calcul :

$$\epsilon_{rela} = \sqrt{\frac{4D_{\epsilon_{22}}^2 A_3^\gamma}{\langle \epsilon_{22} \rangle^2 n S \gamma}} \quad (4.5)$$

où les résultats des précédentes relations donnent :

- $D_Z^2 A_3^\gamma = 10^{a \times \log_{10}(E_{22}) + b} = E_{22}^a 10^b$
- γ est déterminé (coefficient directeur des droite de corrélation en figures 4.29(b) et (d))
- $\langle \epsilon_{22} \rangle = E_{22}$
- S est fixé par le calcul (surface de la cellule) et $n = 1$ (une réalisation).

Finalement,

$$\epsilon_{\text{rela}} = \sqrt{\frac{4E_{22}^a 10^b}{E_{22}^2 S^{\gamma}}} = 2\sqrt{\frac{10^b}{S^{\gamma}} E_{22}^{(a-2)/2}} \quad (4.6)$$

Ainsi, le coefficient a est déterminant : s'il est supérieur à 2, l'erreur relative augmentera avec le chargement appliqué, en revanche, si a est inférieur à 2, l'erreur relative diminuera au cours du calcul. Pour cet essai de traction uniaxiale transverse dans la direction 2, le graphe en figure 4.30 illustre l'évolution de l'erreur relative en fonction de la déformation macroscopique.

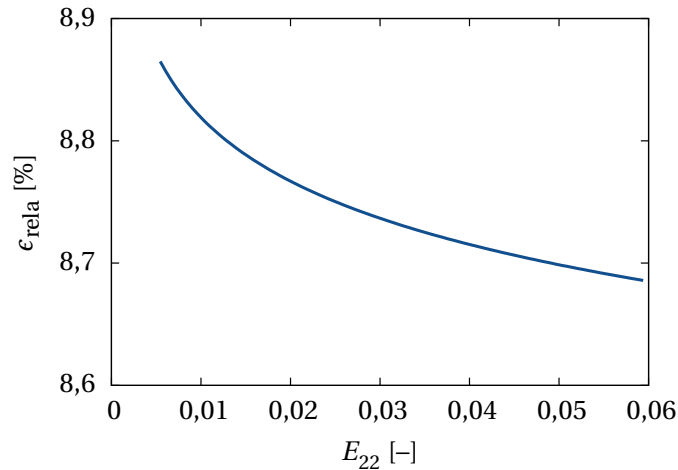


FIGURE 4.30 – Erreur relative ϵ_{rela} du coefficient $S_{2222,\Sigma}^{\text{app}}$ en fonction de la déformation macroscopique calculée E_{22} pour l'essai de traction transverse dans la direction 2.

L'erreur relative est très faiblement décroissante. Le coefficient a étant proche de 2 (pour rappel, $a = 1,98$, voir figure 4.29(c)), l'erreur relative diminue seulement de quelques dixièmes de pourcents. La représentativité de l'essai, au cours du chargement, n'est pas perdue dans le présent cas avec le comportement non linéaire de la matrice. L'erreur relative calculée en élasticité linéaire sur le coefficient $S_{2222,\Sigma}^{\text{app}}$ est au moins assurée en régime non-linéaire. Néanmoins, l'erreur relative ne sera pas toujours décroissante : preuve en est avec l'essai de cisaillement dans le plan transverse aux fibres (2,3).

4.2.1.B Essai de cisaillement plan

Reprenons les mêmes graphes que précédemment mais cette fois pour l'essai de cisaillement dans le plan (2,3). Les résultats sont présentés en figure 4.31. Il existe bien une relation linéaire entre $D_{\epsilon_{23}}^2 A_3^{\gamma}$ et la déformation macroscopique E_{23} . Néanmoins, le coefficient directeur de cette droite est manifestement supérieur à 2 (voir figure 4.31(c)).

Alors, l'erreur relative (d'après une relation à 4.6) augmente au cours du calcul. C'est ce que représente le graphe en figure 4.32. Pour ce calcul de cisaillement plan, l'erreur relative commise sur le coefficient $S_{2323,\Sigma}^{\text{app}}$ croît plus rapidement et augmente de quelques pourcents au cours du régime non-linéaire.

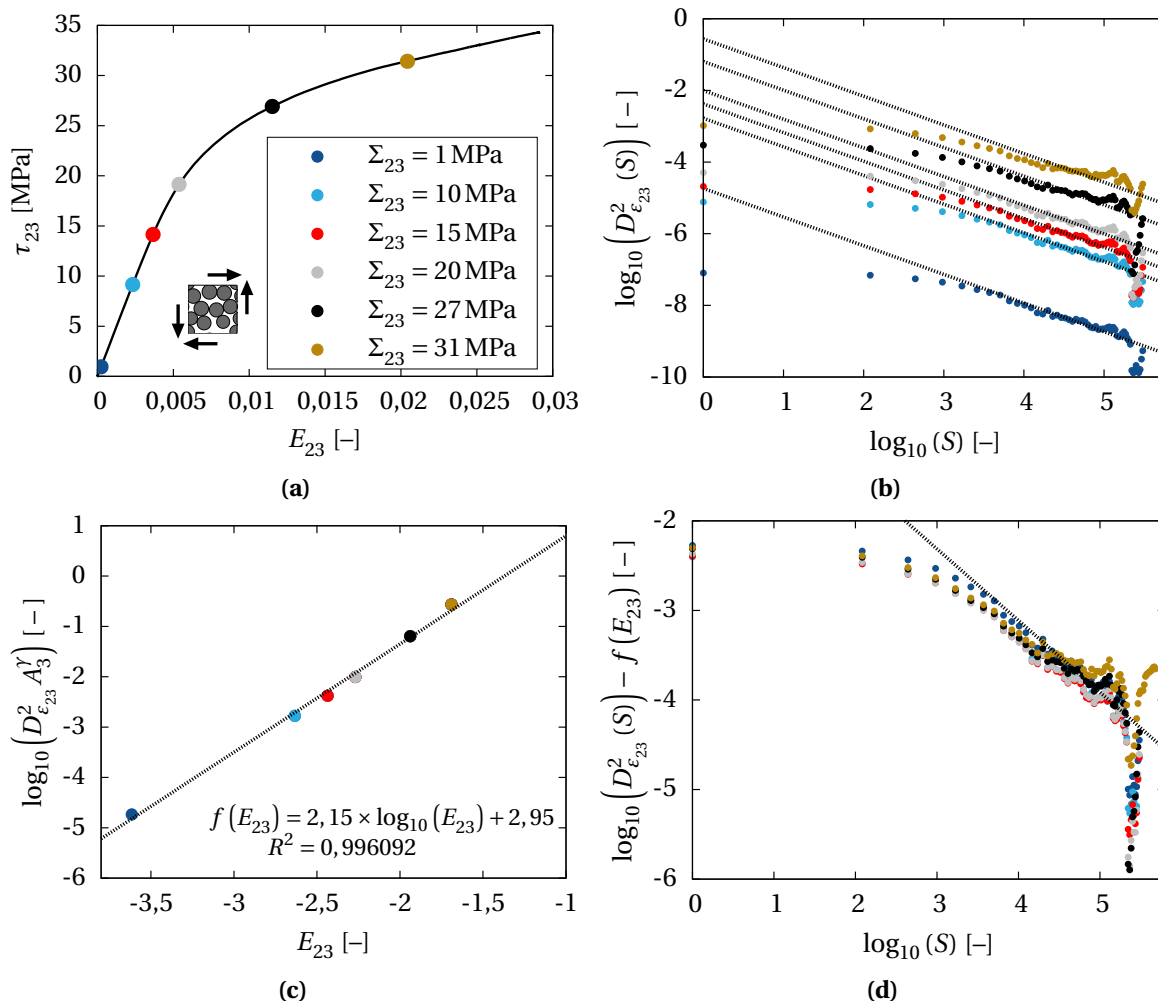


FIGURE 4.31 – (a) Courbe contrainte-déformation de l'essai de cisaillement plan (2,3) sur la cellule; (b) Variance de la valeur moyenne de ε_{23} en fonction de la surface S à différents pas de chargement; (c) Ordonnées à l'origine des droites de régression linéaire précédentes en fonction de la déformation E_{23} ; (d) Superposition (data collapse) de toutes les courbes de variance de la valeur moyenne de ε_{23} en fonction de la surface S à différents pas de chargement d'après le calcul de la fonction $f(E_{23})$.

4.2.1.C Généralisation et utilisation de la méthode

Les mêmes calculs (TU2, TU3 et CIS23) ont été réalisés sur une cellule composée de 300 fibres (représentative selon les descripteurs morphologiques) et ont confirmé ces résultats :

- ▷ l'existence du VER est acquise en non-linéaire dans la présente étude ;
- ▷ une relation linéaire lie le logarithme de $D_Z^2 A_3^y$ à la déformation imposée ;
- ▷ l'erreur relative sur les coefficients $S_{2222,\Sigma}^{\text{app}}$ et $S_{3333,\Sigma}^{\text{app}}$ décroît, même faiblement, et l'erreur relative calculée en élasticité linéaire est au moins supérieure à celle déterminée en régime non-linéaire ;
- ▷ par extension, un chargement de pression hydrostatique entraînera la même conclusion, à savoir, une erreur relative calculée en élasticité linéaire au moins supérieure à celle déterminée en régime non-linéaire (puisque l'erreur relative sur $S_{1111,\Sigma}^{\text{app}}$ est quasi-nulle) ;

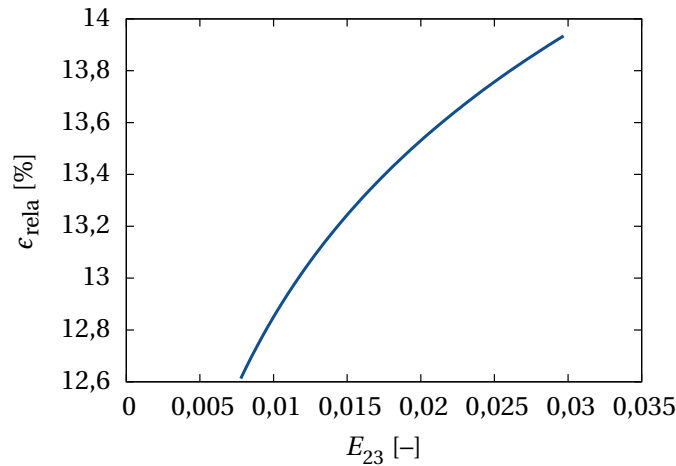


FIGURE 4.32 – Erreur relative ϵ_{rela} du coefficient $S_{2323,\Sigma}^{app}$ en fonction de la déformation macroscopique calculée E_{23} pour l'essai de cisaillement dans le plan (2,3).

▷ l'erreur relative sur le coefficient $S_{2323,\Sigma}^{app}$, quant à elle, croît au cours du chargement.

Plusieurs points sont à noter, il est possible de définir une expression de l'erreur relative commise sur un coefficient de $S_{ijij,\Sigma}^{app}$ en fonction de la déformation macroscopique E_{ijij} calculée pour tous les essais élémentaires présentés. Aussi, cette erreur relative ne présente pas la même évolution pour tous les essais élémentaires. L'évolution de la représentativité d'une propriété lui est spécifique et dépend, rappelons-le, du matériau d'étude.

Un VER (un volume pourvu d'un certain nombre de fibres et une erreur relative définie pour une grandeur donnée e.g. $S_{2222,\Sigma}^{app}$) peut être déterminé en élasticité linéaire mais dire qu'il sera toujours, en non-linéaire, "aussi représentatif" sera à justifier par une méthode (comme celle précédemment mise en place ou éventuellement une autre à définir).

4.2.2 Comparaison de plusieurs cellules aléatoire et cellule retenue

Dans un souci de déterminer une courbe maîtresse pour l'homogénéisation numérique à venir, plusieurs cellules ont été considérées (elles sont représentées en figure 4.33(a) à (f)). Les six essais élémentaires de l'homogénéisation en élasticité linéaire sont réalisés sur ces cellules, les résultats sont illustrés en figure 4.33(g) à (i) (les essais de traction dans le sens des fibres ne sont pas présentés).

Les courbes contrainte-déformation associées à la cellule (a), qui n'est autre que celle utilisée jusqu'alors (figure 4.7), se situent bien au cœur du fuseau de courbes des différentes cellules. Pour étudier le régime non-linéaire et déterminer les courbes maîtresses de l'homogénéisation numérique, le présent travail se focalisera sur cette unique cellule par la suite.

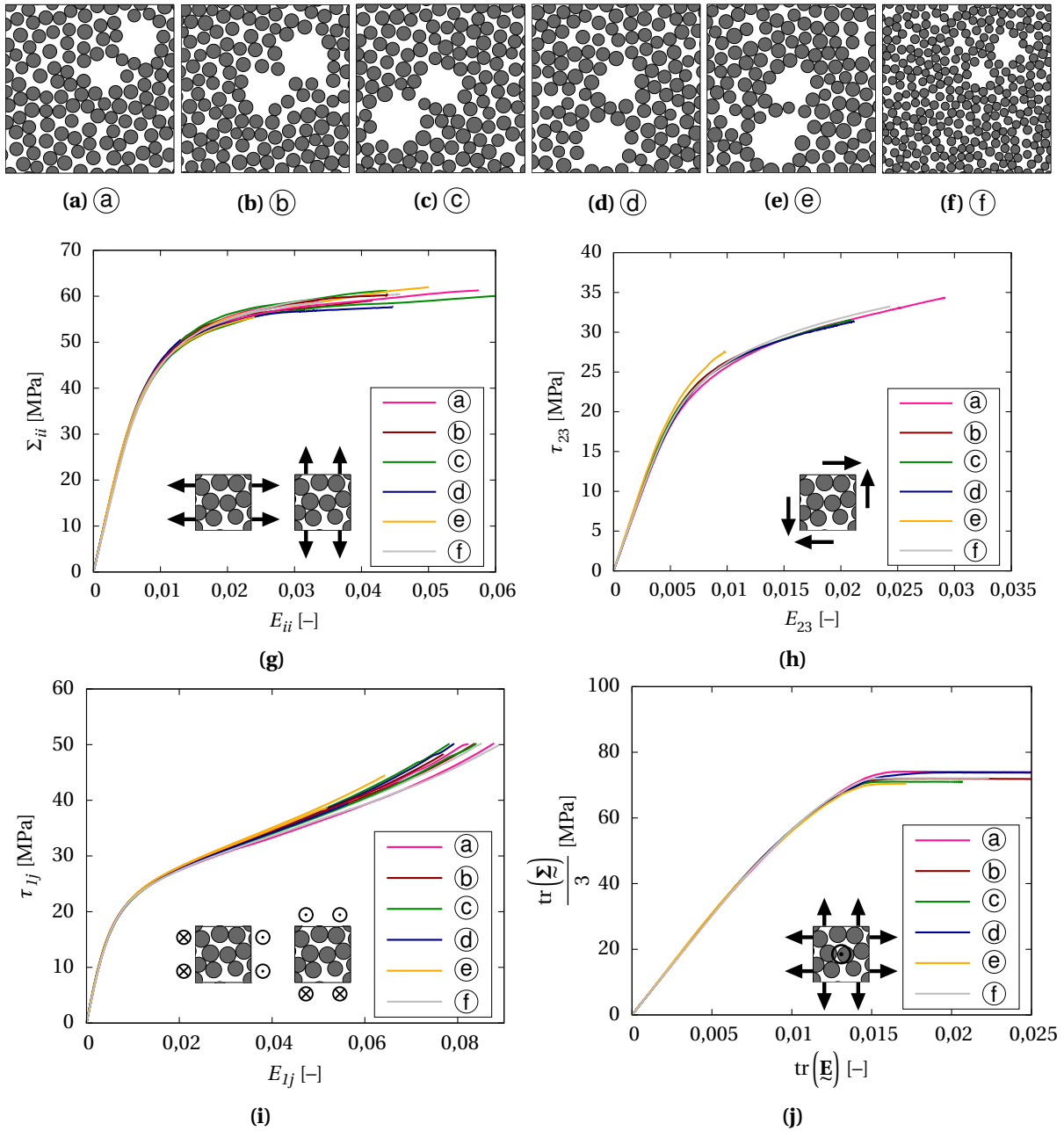


FIGURE 4.33 – Différentes cellules virtuelles constituées de 120 ((a) à (e)) ou 300 fibres (f) équivalentes vis-à-vis des descripteurs et en accord avec le milieu réel d'étude; Courbes résultats des essais élémentaires (à l'exception des essais dans le sens des fibres) sur ces cellules avec (g) les résultats de tractions transverses aux fibres, (h) cisaillements dans le plan transverse, (i) cisaillements hors-plan et (j) tractions hydrostatiques.

4.3 Homogénéisation numérique du matériau d'étude

La stratégie de l'homogénéisation numérique a été évoquée dans la partie bibliographique du chapitre 3 (3.1.1.C) et discutée plus en détail au paragraphe 4.1.1.C de ce chapitre.

Le but ultime est de pouvoir réaliser un calcul de structure et il est – pour l'heure – inconcevable de prendre directement en compte la microstructure de celle-ci. Le principe consiste donc à déterminer une loi de comportement homogène équivalente, appelé LHE, qui répondra de la même manière que le volume d'étude (le VER précédemment établi) pour des sollicitations identiques. L'approche proposée est inspirée des travaux de Cardona [Cardona, 2000], appelé modèle de substitution, le modèle utilisé est purement phénoménologique et les spécificités de celui-ci (anisotropie, critère...) sont autant de paramètres à définir.

4.3.1 Choix d'une Loi Homogène Équivalente

4.3.1.A Méthode utilisée

Alors que, par exemple, une méthode de type TFA d'après Dvorak [Dvorak, 1992] permet d'obtenir une loi homogénéisée explicite et directe à partir des calculs sur la microstructure, une approche phénoménologique et plus pragmatique est préférée dans la présente étude. En effet, un vaste panel de lois phénoménologiques disponibles, permet de modéliser de nombreux types de comportements. Leur implémentation est déjà acquise sous ZeBuLoN et la résolution de calculs de structure s'avère efficace par ces méthodes. La loi phénoménologique calibrée choisie est alors appelée modèle de substitution [Cardona, 2000, Iltchev, 2014].

Il est important de noter que les calculs en champs complets sur la cellule aléatoire et ceux réalisés sur la LHE sont complètement indépendants. Les premiers constituent la référence du comportement mécanique recherché : toutes les sollicitations sont envisageables sur la cellule et les grandeurs macroscopiques apparentes (obtenues par moyenne) sont accessibles. Cette démarche est réalisée au préalable et permet de former une base d'identification du modèle homogène équivalent aussi riche que nécessaire. La Loi Homogène Équivalente est alors choisie et calibrée pour modéliser au mieux les réponses mécaniques précédemment obtenues.

La prise en compte des différentes phases du matériau (élasticité, régime non-linéaire) est recherchée et il s'agit donc de pouvoir représenter par une loi phénoménologique, le comportement macroscopique (Σ_{ij} en fonction de E_{ij}) du matériau composite sous tout type de chargement. Ce modèle de comportement (dont toutes les caractéristiques sont à définir) est déterminé sur un élément de volume (un point d'intégration) et la réponse est comparée aux courbes macroscopiques références (associées aux calculs sur cellule). La calibration des paramètres du modèle consiste en une optimisation numérique de ceux-ci pour que réponse du modèle de substitution et réponse sur la cellule soient le plus proches possible. La base d'identification du modèle (essais virtuels élémentaires ou exotiques) est aussi à élaborer et est discutée dans ce qui suit.

4.3.1.B Caractéristiques de la LHE

La LHE doit être choisie *a posteriori* en analysant les résultats d'essais numériques (en champs complets) sur le VER. Quelques premiers essais (sur la base de ceux requis pour l'homogénéisation en élasticité linéaire, vus en partie 4.1.2.B) permettent de définir les exigences capitales pour définir une LHE pertinente (anisotropie, critère...). Les essais – virtuels – élémentaires voire exotiques qu'il est possible de réaliser sur la cellule peuvent être en nombre très important. Ils enrichissent la connaissance du matériau d'étude en termes de réponse mécanique macroscopique et définissent

les caractéristiques nécessaires du matériau homogène. Compte-tenu des premiers essais, la LHE doit donc présenter les éléments suivants :

- ▷ un comportement anisotrope : le matériau d'étude est manifestement anisotrope transverse (ou quasi-isotrope transverse) ;
- ▷ un comportement linéaire élastique isotrope transverse ;
- ▷ un critère de plasticité et un comportement plastique anisotropes : suivant les différentes directions de chargement telles que 1 (sens des fibres) ou 2 et 3 (transverses), le seuil de l'apparition de la non-linéarité n'est pas identique ainsi que les réponses au-delà du régime élastique ;
- ▷ le critère doit être fermé : le matériau est sensible aux pressions hydrostatiques ;
- ▷ une dépendance à la vitesse du chargement (résultats obtenus en partie 4.1.3.B) ;
- ▷ une loi en petites déformations suffit : bien que localement il puisse y avoir de grandes déformations, macroscopiquement, le matériau se déforme peu.

Toutes ces exigences doivent être réunies. Les études sur les mousses métalliques [Badiche *et al.*, 2000] ou matériaux cellulaires architecturés [Dirrenberger, 2012, Iltchev, 2014] sont riches en informations et utilisent la même approche. Les travaux de Iltchev [Iltchev, 2014, Iltchev *et al.*, 2015], traitant d'empilements de tubes métalliques en arrangement carré ou hexagonal, ont motivé le choix de la LHE. Le cadre de la mécanique des matériaux poreux est alors considéré avec l'utilisation d'une loi de comportement phénoménologique.

4.3.1.C Loi de comportement et formulation du critère de plasticité

Une loi de comportement en plasticité et dans un cadre général (de type matériaux standard généralisés) requiert les définitions : d'une décomposition de la déformation, d'un critère de plasticité (par fonction de charge Φ), d'une loi d'écoulement et d'une loi d'écrouissage. Pour la LHE, le formalisme des grandeurs en lettres capitales ($\underline{\Sigma}, \underline{\mathbf{E}}, \dots$) est conservé, il s'agit en effet de représenter les grandeurs macroscopiques (globales) homologues de celles observées sur les calculs micromécaniques du VER.

Décomposition de la déformation $\underline{\mathbf{E}}$ est la déformation macroscopique, somme de la déformation élastique et viscoplastique, donnée par la relation 4.7 (décomposition additive de la déformation totale).

$$\underline{\mathbf{E}} = \underline{\mathbf{E}}^e + \underline{\mathbf{E}}^{vp} \quad (4.7)$$

Loi d'écoulement La partie plastique obéit à une loi d'écoulement associée au critère anisotrope présenté ci-après, avec :

$$\dot{\underline{\mathbf{E}}}^{vp} = \dot{\lambda} \frac{\partial \Phi}{\partial \underline{\Sigma}} \quad (4.8)$$

où $\dot{\lambda} = \dot{p}$, multiplicateur plastique, p déformation plastique cumulée et Φ , potentiel plastique tel que $\Phi(\underline{\Sigma}, p) = \Sigma_{eq} - R(p)$.

La vitesse de déformation plastique est donnée par une loi de Norton (expression 2.28) dont les coefficients $K, n, \dot{\epsilon}_0$ sont déterminés spécifiquement pour la LHE (et ne sont pas nécessairement identiques à ceux établis pour la matrice seule) dans ce qui suit.

Critère anisotrope Le critère de plasticité elliptique proposé par Green [Green, 1972], modifié (pour introduire le caractère anisotrope du matériau) par Badiche *et al.* [Badiche *et al.*, 2000] et utilisé par Iltchev [Iltchev, 2014, Iltchev *et al.*, 2015] est choisi dans ce qui suit. Alors, Σ_{eq} est de la forme :

$$\Sigma_{eq}^2 = 3C\Sigma_e^2 + F\Sigma_m^2 \quad (4.9)$$

où Σ_m est la contrainte équivalente hydrostatique (sphérique) et Σ_e est la contrainte équivalente de cisaillement (déviatorique), définies par les relations 4.10 et 4.11, respectivement. C et F sont des constantes scalaires qui permettent de pondérer les influences relatives, respectivement, des parties déviatorique et sphérique de la contrainte sur le seuil.

$$\Sigma_m = c_1\Sigma_{11} + c_2\Sigma_{22} + c_3\Sigma_{33} \quad (4.10)$$

Σ_m est la trace modifiée de $\underline{\underline{\Sigma}}$ avec c_1 , c_2 et c_3 , trois coefficients scalaires qui permettent de prendre en compte l'anisotropie de la partie sphérique.

$$\Sigma_e = \sqrt{\frac{3}{2}\underline{\underline{\Sigma}}^d : \underline{\underline{\mathbf{H}}} : \underline{\underline{\Sigma}}^d} \quad (4.11)$$

$\underline{\underline{\Sigma}}^d$ est la partie déviatorique du tenseur des contraintes et $\underline{\underline{\mathbf{H}}}$ est le tenseur de Hill diagonal du quatrième ordre permettant de piloter l'anisotropie.

Loi d'écrouissage Une loi d'écrouissage est ajoutée et choisie de la même forme que celle de la matrice (à savoir, un seuil initial, un écrouissage isotrope et un rhéo-durcissement). La loi est donnée par l'expression 2.29, où les coefficients R_0 , Q , b , A et B sont déterminés pour cette LHE (de même ici, ils ne sont pas nécessairement identiques à ceux déterminés pour la matrice seule).

Par ces choix, le comportement inélastique du matériau (fictif) homogène équivalent est modélisé par un critère de plasticité de type Green [Green, 1972] avec une contrainte équivalente définie notamment par un tenseur de Hill.

4.3.2 Paramètres et méthode d'identification du modèle

4.3.2.A Nécessité d'enrichir la base d'identification

Les paramètres à déterminer sont au nombre de 27 :

- 9 coefficients élastiques de l'anisotropie ($\mathcal{Y}_{1111}, \mathcal{Y}_{2222}, \mathcal{Y}_{3333}, \mathcal{Y}_{1122}, \mathcal{Y}_{2233}, \mathcal{Y}_{3311}, \mathcal{Y}_{1212}, \mathcal{Y}_{2323}, \mathcal{Y}_{3131}$) ;
- 5 pour la loi d'écrouissage (R_0, Q, b, A et B) ;
- 2 pour la loi de Norton (K et n avec $\dot{\epsilon}_0 = 1 \text{ s}^{-1}$) ;
- 2 constantes scalaires de pondération des parties déviatorique et sphérique de Σ_{eq} (C et F) ;
- 3 constantes scalaires de la partie sphérique de Σ_{eq} (c_1, c_2 et c_3) ;
- 6 constantes scalaires du tenseur de Hill diagonal $\underline{\underline{\mathbf{H}}}$ ($h_{1111}, h_{2222}, h_{3333}, h_{1212}, h_{2323}$ et h_{3131}).

Parmi ces paramètres, les 9 coefficients élastiques (réduits à 6 pour l'anisotropie transverse) sont déjà directement acquis par l'homogénéisation en élasticité linéaire. En réalité, Le scalaire c_1 est fixé nul (un essai de traction hydrostatique n'entraîne pas de déformation irréversible dans la direction 1, la courbe Σ_{11} en fonction de E_{11} est une droite), les relations $c_2 = c_3$, $h_{2222} = h_{3333}$ et $h_{1212} = h_{3131}$ sont imposées (les directions 2 et 3 sont *a priori* équivalentes). Il ne reste plus que 14 coefficients à déterminer.

Les six essais élémentaires nécessaires et suffisants en élasticité linéaire ne constituent plus une base suffisante pour circonscrire le problème et pour être capable *in fine* de répondre fidèlement, en termes de comportement effectif, à tout type de sollicitation et dans toutes les directions du matériau. Ainsi, de nombreux essais sont réalisés dans l'espace des contraintes. Le nombre minimum d'essais virtuels constituant la base d'identification de la LHE est néanmoins inconnu. Il s'agira de multiplier les essais et leur nature pour s'assurer de la bonne calibration.

4.3.2.B Dépouillement des chargements multi-axiaux

Pour rappel, le matériau homogène équivalent doit répondre fidèlement – pour des sollicitations identiques – aux réponses du matériau de l'étude (obtenues par un calcul en champs complets). Les grandeurs macroscopiques $\underline{\mathbf{E}}$ et $\underline{\boldsymbol{\Sigma}}$ s'obtiennent par moyenne volumique de leurs homologues microscopiques, respectivement $\underline{\boldsymbol{\varepsilon}}$ et $\underline{\boldsymbol{\sigma}}$. Ce n'est pas le cas des autres grandeurs (telle que la porosité, la déformation plastique cumulée, etc.). Naturellement, lorsque la sollicitation est uniaxiale, la courbe contrainte-déformation dans la direction de l'essai virtuel est facilement observable (seule une composante de $\underline{\mathbf{E}}$ et $\underline{\boldsymbol{\Sigma}}$ est non négligeable) et donne accès aux informations nécessaires.

Néanmoins, une réelle difficulté émane du dépouillement des essais multi-axiaux. En effet, alors que leur réalisation est assez simple à mettre en place et à exécuter (aussi bien dans le cas de la cellule périodique que du MHE), une question se pose : comment comparer les deux calculs censés répondre à la même sollicitation lorsque cette dernière est biaxiale voire triaxiale ? Usuellement, une contrainte équivalente et une déformation équivalente sont définis mais les déterminer dans le cas du calcul en champs complet ou de la LHE apparaissent comme une vraie difficulté.

Chargements bi-axiaux L'anisotropie et les couplages du matériau doivent être mis en évidence par des essais (virtuels) multi-axiaux. Des calculs bi-axiaux ou tri-axiaux ont été réalisés sur la microstructure.

Dans le plan des contraintes (Σ_a, Σ_b) , des chemins de chargements en contraintes sont définis pour un angle θ (dans $[0; 2\pi]$), ces sollicitations bi-axiales (non proportionnelles) sont telles que :

$$\begin{cases} \Sigma_a = \Sigma_0 \cos(\theta) \\ \Sigma_b = \Sigma_0 \sin(\theta) \end{cases} \quad (4.12)$$

La figure 4.34 illustre ces trajets de chargement dans le cas bi-axial.

Comparaison des résultats composante par composante La solution la plus simple se révèle être de comparer composante par composante les résultats numériques. Par exemple, une sollicitation dans le plan transverse (2,3) présente deux courbes remarquables : Σ_2 en fonction de E_2 et Σ_3 en fonction de E_3 . Cette méthode est laborieuse mais s'assure de la pertinence des résultats entre champs complets et LHE. Bien que la définition de la LHE établisse une contrainte équivalente (relation 4.9), il n'est en effet pas évident d'en donner la quantité homologue au VER par le calcul en champs complets, ni les déformations équivalentes dans les deux cas.

Les courbes contrainte-déformation sont donc analysées composante par composante et l'optimisation est réalisée sur celles-ci.

Surfaces d'isovaleurs de déformation plastique cumulée et de densité de travail plastique Il est cependant possible de comparer les résultats des calculs en champs complets et de la LHE en analysant les surfaces d'isovaleurs de déformation plastique cumulée et de densité de travail plastique. Commençons par définir une variable d'écrouissage, notée p et appelée déformation plastique cumulée. p est nulle lorsque le matériau est sollicité dans son domaine élastique et évolue

une fois le régime non linéaire (plastique, irréversible) atteint. p mesure la longueur du trajet de déformation et est indépendante de celui-ci.

Apparaît alors l'avantage de solliciter numériquement la cellule en contrainte : dans les plans des contraintes suivant les axes 1, 2 et 3, il sera possible de tracer les surfaces initiales de plasticité (à partir de calculs multi-axiaux). La partie irréversible de la déformation provient de l'architecture du matériau (association de deux constituants) ainsi que de la non linéarité de la matrice qui s'exprime au cours de la déformation par la localisation des contraintes et déformations. La décomposition de la déformation peut s'exprimer de la sorte :

$$\underline{\underline{\mathbf{E}}}_{vp} = \underline{\underline{\mathbf{E}}} - \underline{\underline{\mathbf{C}}}^{-1} : \underline{\underline{\Sigma}} \quad (4.13)$$

Les calculs en champs complets (et avec la LHE) donnent accès aux vecteurs colonnes de \mathbf{E} et Σ . Au chapitre 3, la matrice de rigidité du matériau $[C]$ a été établie. La quantité $\underline{\underline{\mathbf{E}}}_{vp}$, des déformations (irréversibles) viscoplastiques, peut être ainsi évaluée par la relation 4.13. La déformation viscoplastique cumulée se définit par l'équation 4.14.

$$p = \int_0^t \sqrt{\frac{2}{3} \underline{\underline{\dot{\mathbf{E}}}}_{vp} : \underline{\underline{\dot{\mathbf{E}}}}_{vp}} dt \quad (4.14)$$

où, par le calcul EF, la grandeur $\underline{\underline{\dot{\mathbf{E}}}}_{vp}$ s'évalue pour chaque incrément. Les résultats donnent aussi accès à la densité de travail plastique, s'exprimant comme suit :

$$W_p = \int_0^t \underline{\underline{\Sigma}} : \underline{\underline{\dot{\mathbf{E}}}}_{vp} dt \quad (4.15)$$

Par cette méthode, les surfaces d'isovaleurs de déformation viscoplastique cumulée et/ou de densité de travail viscoplastique peuvent être comparées entre VER et MHE pour différentes valeurs seuils (e.g. $p = p_1, p_2, \dots$). Un exemple d'illustration de ces surfaces d'isovaleurs de déformation plastique cumulée est donnée en figure 4.34. C'est la stratégie mise en place dans les travaux de *Il'tchev et al.* [*Il'tchev, 2014, Il'tchev et al., 2015*] pour assurer une bonne calibration du modèle de substitution dans l'espace des contraintes.

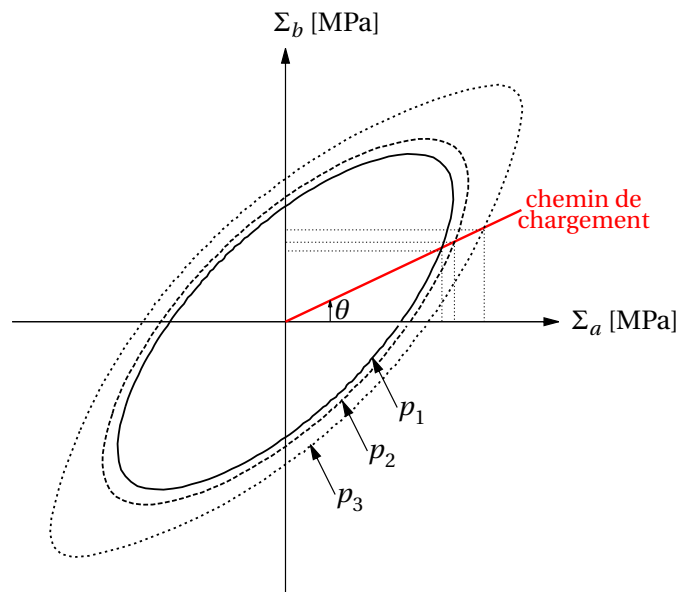


FIGURE 4.34 – Illustration de la construction des surfaces de charge à partir de chemins de chargement dans le plan des contraintes (Σ_a, Σ_b) (d'après [*Il'tchev, 2014*]).

4.3.2.C Résultats de l'élasticité linéaire

Le chapitre 3 a permis de déterminer les paramètres élastiques associés au matériau d'étude. De la matrice de souplesse donnée en relation 3.26, l'obtention des grandeurs d'élasticité anisotrope (**elasticity orthotropic) est immédiate. Le tableau 4.1 récapitule les paramètres élastiques du modèle. La figure 4.35 illustre la correspondance, en régime élastique, entre calculs en champs complets et sur un élément de volume avec la LHE. Seuls les six essais élémentaires (de l'homogénéisation en élasticité linéaire) sont réalisés. Les 6 coefficients de l'isotropie transverse en élasticité linéaire sont bien définis et ne nécessitent que des calculs de vérification.

TABLEAU 4.1 – Paramètres élastiques de la LHE.

Paramètre	Valeur	Paramètre	Valeur	Paramètre	Valeur
ν_{1111}	42 331	ν_{2222}	8242	ν_{3333}	8242
ν_{1122}	3530	ν_{2233}	4167	ν_{3311}	3530
ν_{1212}	2010	ν_{2323}	1980	ν_{3131}	2010

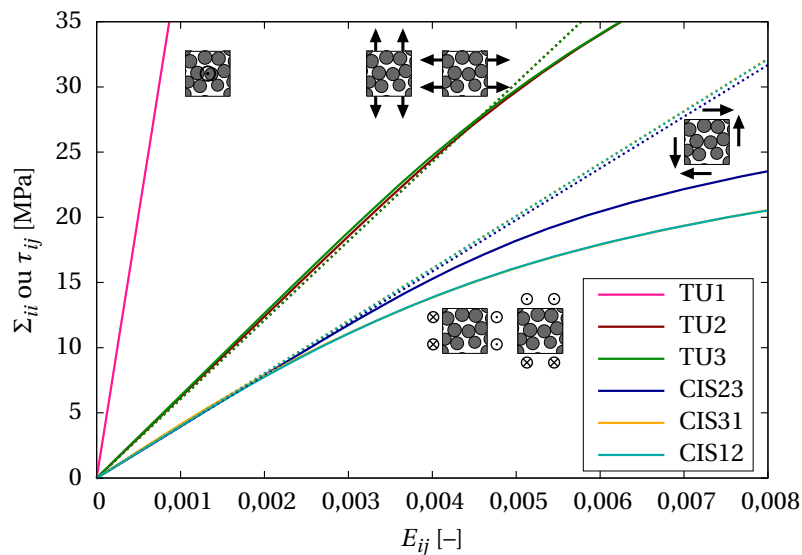


FIGURE 4.35 – Comparaison entre calculs en champs complets et LHE. En traits pleins, les résultats des calculs en champs complets et en pointillé les courbes associées à la LHE (linéaire élastique).

4.3.3 Identification des paramètres de la LHE

Dans ce qui suit, les résultats de calcul en champs complets obtenus sur cellule aléatoire sont donnés en traits pleins alors que les courbes déterminées via la LHE sur un point d'intégration sont représentés par des traits en pointillé.

4.3.3.A Paramètres relatifs à la non-linéarité et premiers résultats

Méthode d'optimisation Les paramètres étant interdépendants, il n'y a pas une unique méthode pour optimiser leurs valeurs. Néanmoins, certains cas de chargements particuliers permettent de

mettre en lumière l'influence d'un ou plusieurs de ces paramètres. Une méthode d'optimisation manuelle guidée par l'expérience a donc été utilisée afin de déterminer des plages admissibles pour les coefficients. Après les avoir établies, un algorithme Nelder-Mead [Nelder et Mead, 1965] est utilisé via l'outil d'optimisation de Z-set pour affiner les résultats. Les figures suivantes ont pour objectif d'illustrer la bonne calibration du modèle.

TABLEAU 4.2 – Paramètres de la LHE relatifs au critère de Green modifié.

Paramètre	Valeur
C	1
F	2,2
c_1	0
$c_2 = c_3$	0,52
h_{1111}	15
$h_{2222} = h_{3333}$	0,52
$h_{1212} = h_{3131}$	0,41
h_{2323}	0,46

TABLEAU 4.3 – Paramètres de la LHE relatifs à l'écroutissage et à la loi de Norton.

Paramètre [Unité]	Valeur
R_0 [MPa]	45
Q [MPa]	60
b [-]	25
A [MPa]	80
B [-]	30
n [-]	10
K [MPa]	120

Base des six essais élémentaires Les premiers résultats en régime non-linéaire sont illustrés en figure 4.36. La forte anisotropie du matériau composite est respectée : suivant la direction 1, longitudinale aux fibres, la courbe contrainte-déformation est presque linéaire ; suivant les directions 2 et 3, les courbes contrainte-déformation sont fortement non-linéaires, le durcissement du matériau se manifeste pour des contraintes de l'ordre de 30 MPa. Les courbes associées aux cisaillements dans le plan transverse aux fibres (CIS23) ou hors-plan (CIS12 et CIS31) sont en bon accord bien qu'il y ait plus d'écart entre référence en champs complets et LHE que dans le cas des essais de traction uniaxiale.

Essais supplémentaires La base d'identification est enrichie par d'autres essais virtuels. Les figures 4.37 et 4.38 reprennent les résultats de plusieurs types d'essais destinés à calibrer les paramètres du

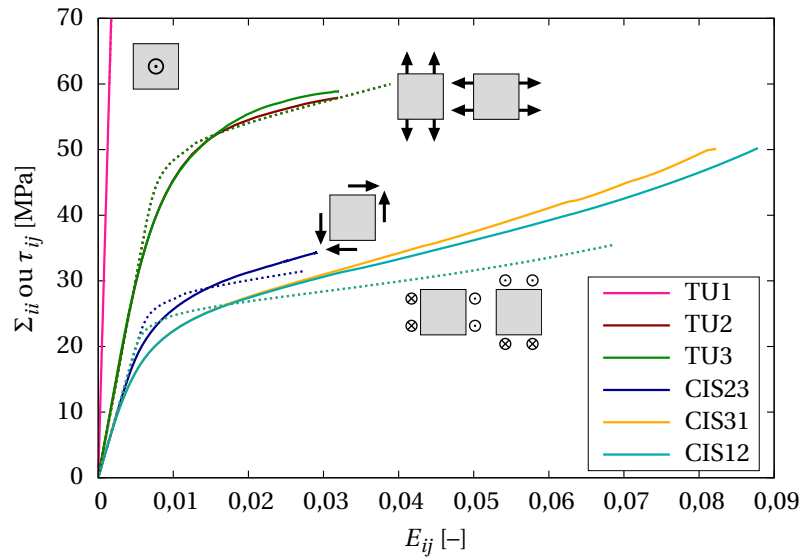


FIGURE 4.36 – Comparaison entre calculs en champs complets et LHE. En traits pleins, les résultats des calculs en champs complets et en pointillé les courbes associées à la LHE.

modèle de substitution.

Des essais purement sphériques sont réalisés (traction et compression hydrostatiques en figure 4.37(a)) et permettent, notamment, de déterminer le rapport des coefficients C et F de la LHE. Le choix de $h_{2222} = h_{3333}$ est justifié par le graphe en figure 4.37(b) d'essais de traction bi-axiale dans le plan des contraintes $(\Sigma_{22}, \Sigma_{33})$. Les paramètres de la viscoplasticité sont judicieux, les courbes d'écrouissage sont sensibles à la vitesse de sollicitation. La contrainte est plus importante, pour une déformation identique, lorsque la vitesse de chargement est forte (voir figure 4.37(c)).

Le modèle de substitution est en bon accord avec le calcul en champs complets, les deux courbes en figure 4.38(a) présentent une non-linéarité pour $\Sigma_{22} = -30$ MPa. Dans le plan des contraintes (Σ_{22}, τ_{23}) , les chargements mixtes en traction ou compression et cisaillement transverses permettent de valider la calibration du modèle, les résultats de la LHE concordent avec ceux obtenus en champs complets sur la cellule (voir figure 4.38(b)). Enfin, la figure 4.38(c) permet de vérifier qu'en déformation macroscopique imposée sur le volume élémentaire avec la LHE, les courbes contrainte-déformation sont comparables à celles obtenues sur la cellule aléatoire.

Ces deux dernières figures 4.37 et 4.38 montrent les réponses mécaniques similaires entre la référence en champs complets sur une cellule aléatoire et la réponse d'un milieu homogène de substitution sur un élément de volume EF, et ce, sur un certain nombre d'essais plus ou moins triviaux : de uniaxiaux à multi-axiaux, avec des vitesses de chargement différentes ou encore des sollicitations mixtes (proportionnelles ou non) de traction et cisaillement transverse.

4.3.3.B Comparaison des surfaces de charge et de densité de travail plastique

Les calculs sur un volume élémentaire avec la LHE permettent de tracer les surfaces de charges (différents niveaux de viscoplasticité cumulée p) ou de densité de travail viscoplastique W_p dans différents plans de contraintes. La méthode a été précédemment évoquée au paragraphe 4.3.2.B. De même, pour quelques calculs en champs complets, les grandeurs homologues de p ou W_p sont accessibles et permettent une comparaison visuelle. Les résultats sont présentés aux figures 4.39, 4.40

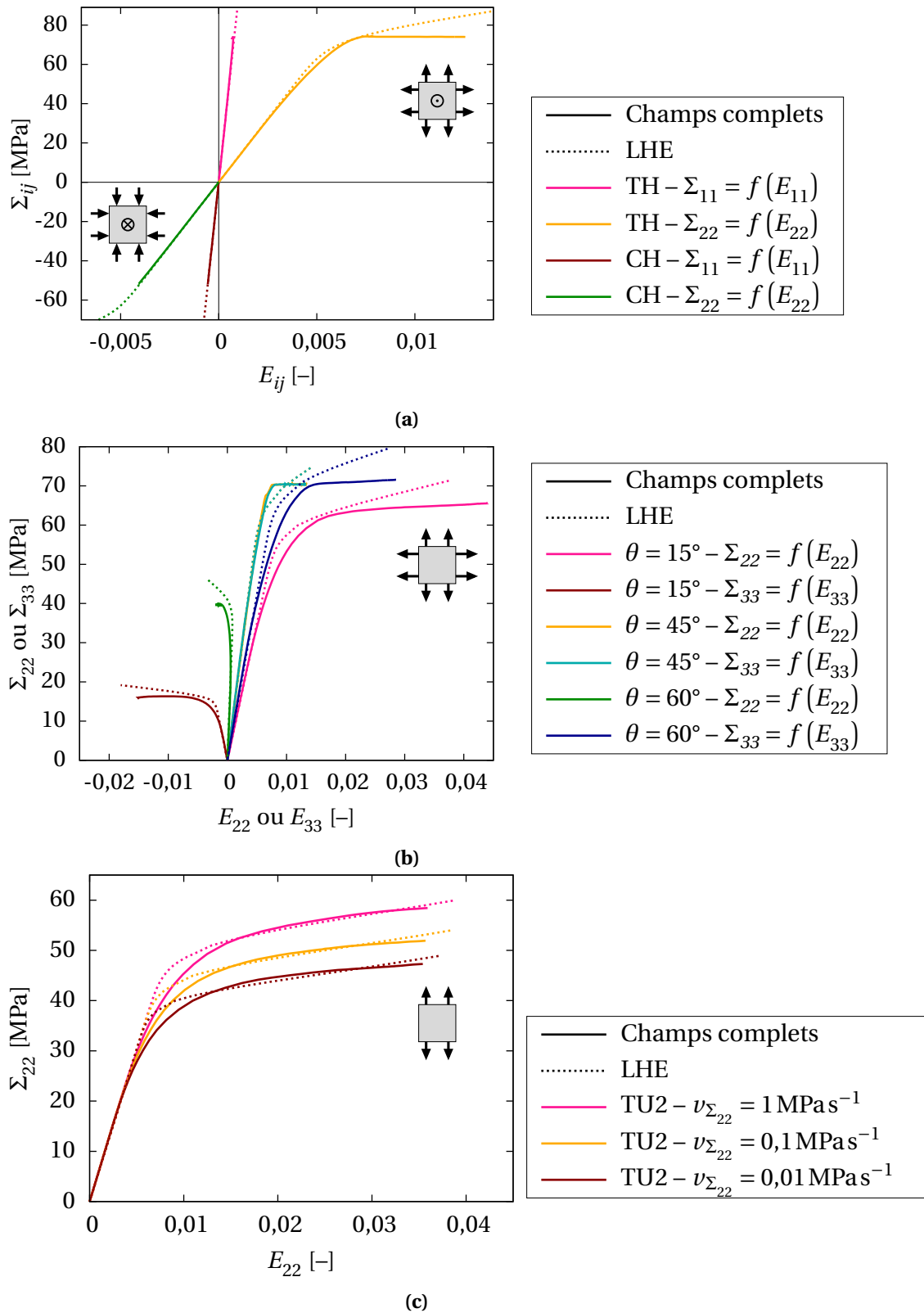


FIGURE 4.37 – Comparaison entre calculs en champs complets (traits pleins) et LHE (pointillé). (a) Traction et compression hydrostatiques (TH et CH); (b) Calculs de traction bi-axiale dans le plan des contraintes (Σ_{22}, Σ_{33}) et (c) Traction uniaxiale suivant la direction 2 à différentes vitesses.

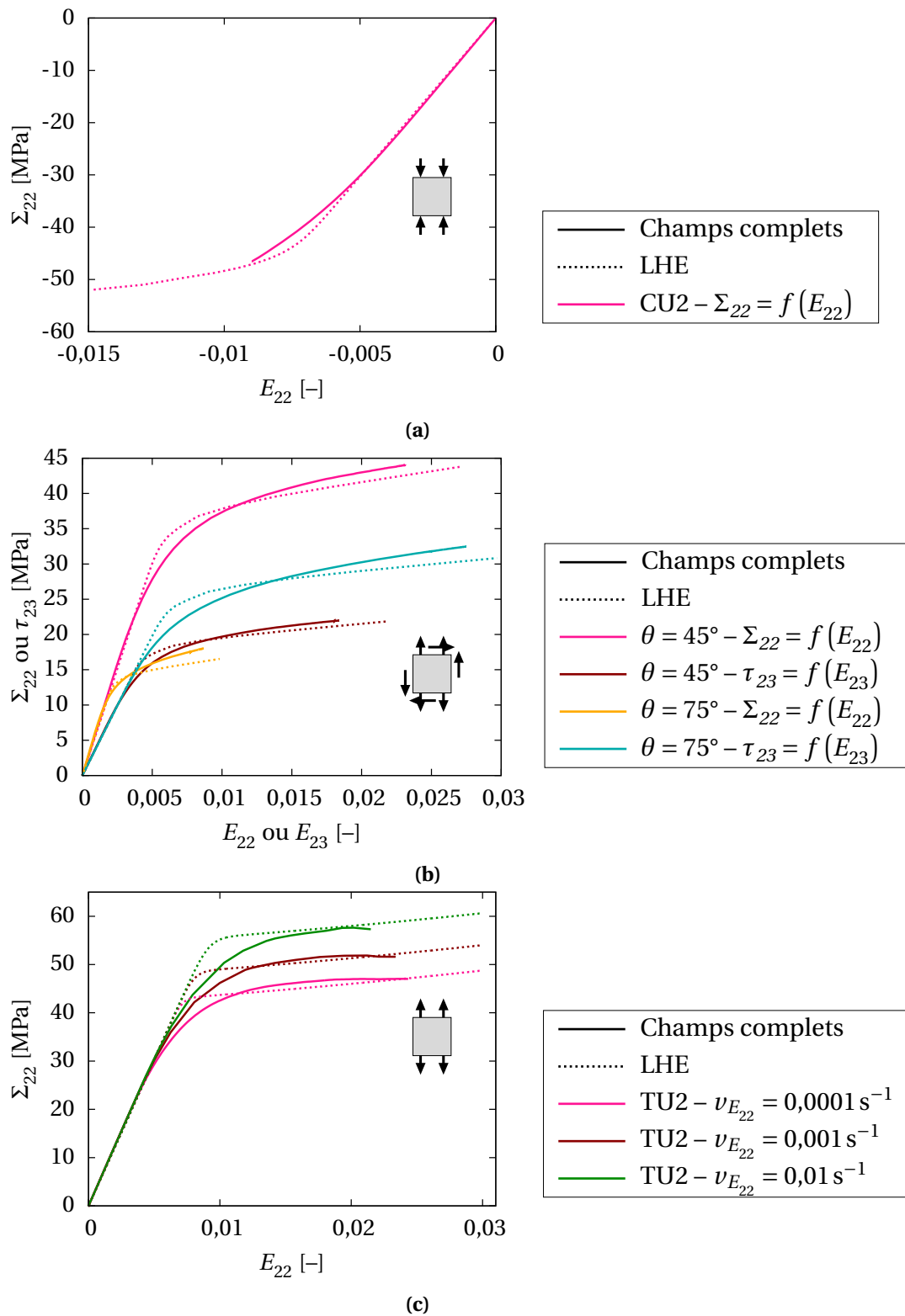


FIGURE 4.38 – Comparaison entre calculs en champs complets (traits pleins) et LHE (pointillé). (a) Compression uniaxiale transverse (CU2); (b) Calculs de chargements mixtes traction et cisaillement transverses (plan des contraintes (Σ_{22}, τ_{23})); (c) Chargements de traction uniaxiale transverse (TU2) pour différentes vitesses de déformation macroscopique imposée.

et 4.41.

Surfaces de charge et de densité de travail viscoplastique dans le plan des contraintes (Σ_{22}, Σ_{33})

Les symboles carrés, résultats de calculs EF de micromécanique sur la cellule sont en accord avec les surfaces tracées et pour ces valeurs de p . Dans le plan des contraintes transverses (Σ_{22}, Σ_{33}), conforme à l'attendu, les surfaces sont symétriques par rapport à la première bissectrice du plan (les directions 2 et 3 sont équivalentes). Les surfaces de charge montrent une symétrie traction/compression pour la LHE.

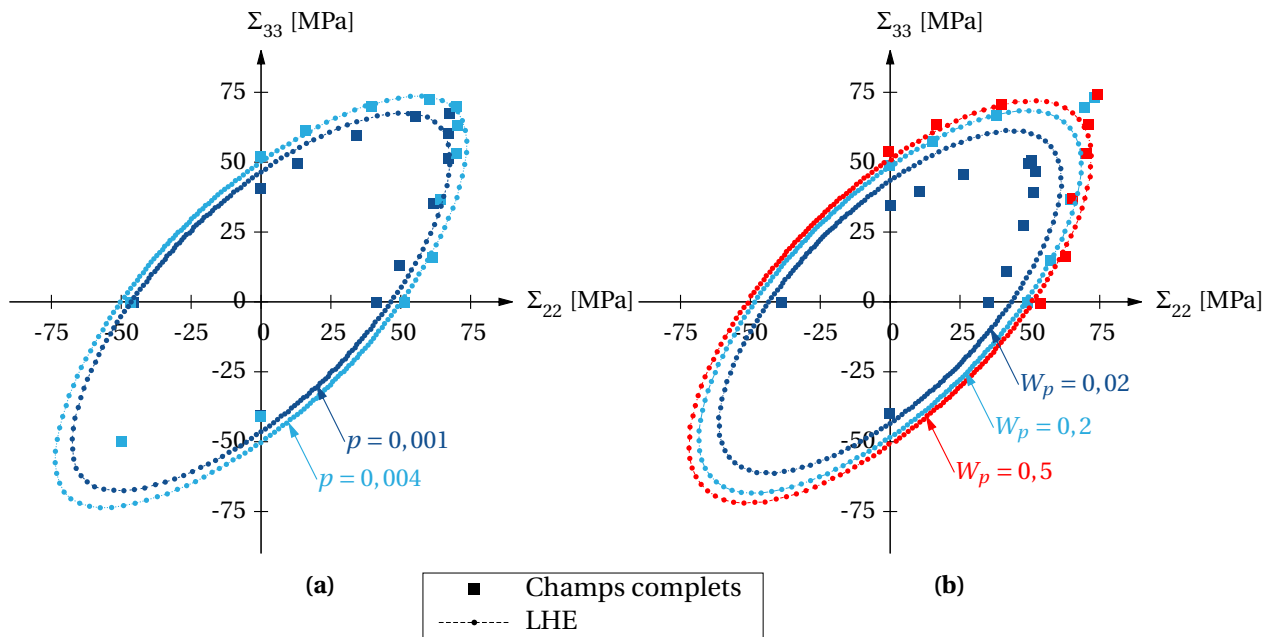


FIGURE 4.39 – (a) Surfaces de charge pour différentes valeurs de p et (b) surfaces de densité de travail viscoplastique W_p dans le plan des contraintes (Σ_{22}, Σ_{33}).

Surfaces de charge et de densité de travail viscoplastique dans le plan des contraintes (Σ_{11}, Σ_{22})

Un chargement suivant la direction 1 longitudinale aux fibres présente un comportement linéaire, les surfaces de charges sont donc très allongées dans la direction 1. Ce résultat est visible en figure 4.40 pour les surfaces tracées. Aussi, la symétrie traction/compression pour les contraintes Σ_{22} (ou Σ_{33}) est obtenue avec la LHE. Les résultats de calculs en champs complets sont en adéquation avec les surfaces de charge et de densité de travail viscoplastique.

Surfaces de charge et de densité de travail viscoplastique dans le plan des contraintes (Σ_{22}, τ_{23})

La pertinence de la LHE est vérifiée sur des chargements mixtes en traction ou compression et cisaillement transverse. Les résultats sont illustrés en figure 4.41. La non-linéarité apparaît prématurément en cisaillement par rapport à un chargement de traction ou compression transverse d'où une surface plus allongée suivant l'axe Σ_{22} ou Σ_{33} . Les points de calcul en champs complets sont en bon accord avec le milieu de substitution.

La figure 4.1(b) donne un exemple de surface de rupture (et non plus une surface de charge) d'un matériau composite UD dans le plan des contraintes (Σ_{22}, τ_{23}). La contrainte à rupture est différente en traction ou compression suivant la direction transverse 2.

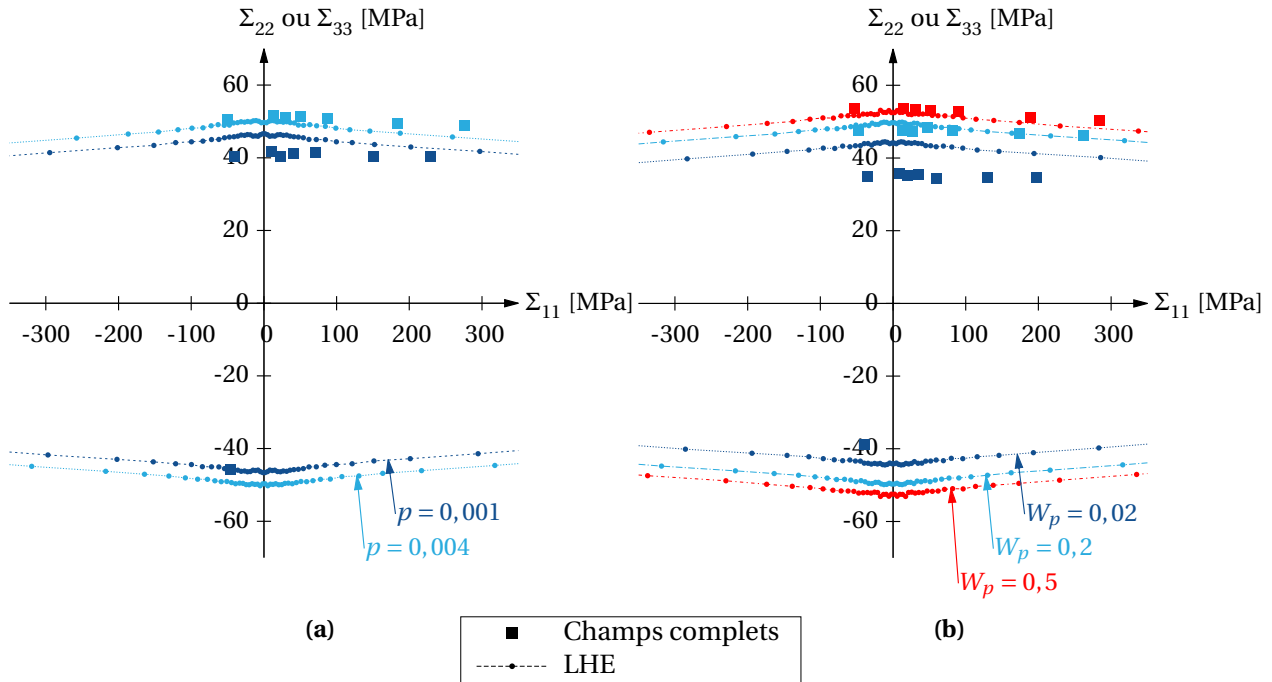


FIGURE 4.40 – (a) Surfaces de charge pour différentes valeurs de p et (b) surfaces de densité de travail viscoplastique W_p dans le plan des contraintes $(\Sigma_{11}, \Sigma_{22})$.

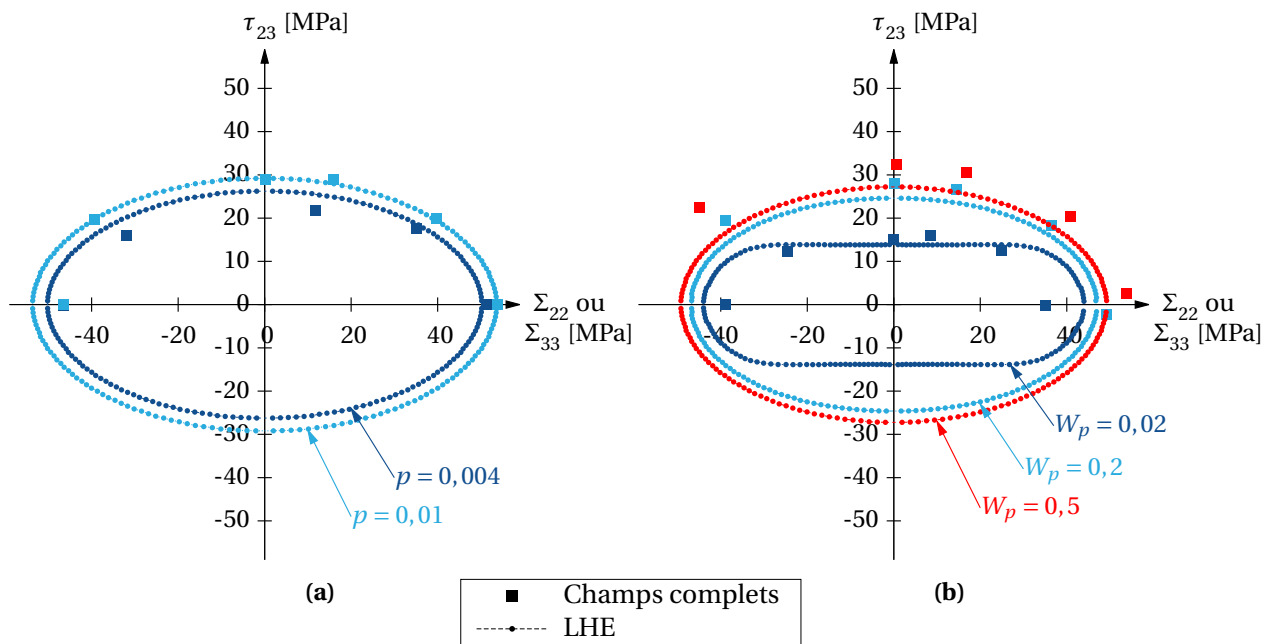


FIGURE 4.41 – (a) Surfaces de charge pour différentes valeurs de p et (b) surfaces de densité de travail viscoplastique W_p dans le plan des contraintes (Σ_{22}, τ_{23}) .

4.3.3.C Bilan de la LHE et domaine d'utilisation en vue du calcul de structure

La LHE ainsi définie et calibrée semble pertinente afin de rendre compte des comportements observés sur les calculs de micromécanique. Le régime non-linéaire est modélisé en accord avec les résultats sur la cellule aléatoire choisie, les courbes contrainte-déformation suivant de nombreuses

directions de chargement ont permis de paramétrer le modèle et de valider son utilisation. Ce modèle homogène – phénoménologique – est robuste et les calculs sur un point d'intégration sont très rapides. Les calculs de structure avec ce modèle sont ainsi envisageables.

Ce modèle est valide *a minima* dans la base d'essais (virtuels) qui a permis son identification. Il peut présenter un certain écart pour les forts niveaux de déformation (figures 4.37 et 4.38). Pour suivre l'évolution des grandeurs locales et la santé matière, une relocalisation sur la cellule est nécessaire. Le principe de relocalisation est présenté en partie 4.4.1.C.

4.4 Application aux calculs de structure

Le modèle phénoménologique précédent est exploité pour réaliser des calculs de structure. Pour rappel, ceux-ci seraient irréalisables en discrétisant la vraie microstructure du matériau, d'où la méthode proposée. Deux cas sont traités : un premier exemple de compression transverse sur un jonc circulaire de composite UD puis un second d'une éprouvette rectangulaire stratifiée en traction monotone quasi-statique.

4.4.1 Essai de compression diamétrale

L'essai de compression diamétrale, dit aussi essai brésilien (cet adjectif provient de la nationalité du chercheur qui présenta en premier ce type d'essai), sur un composite UD pultrudé sous forme de jonc de section cylindrique a été exploité de manière approfondie par Cayzac [Cayzac, 2014]. Les fibres sont alignées dans la direction du jonc. La cinétique de déformation jusqu'à rupture a été établie, notamment par l'apport d'observations en tomographie aux rayons X. Ce même essai est repris ici et examiné avec la démarche numérique présentée précédemment.

Le matériau des travaux de Cayzac est constitué d'une matrice thermoplastique PA6 renforcée par des fibres de verre (nommé PA6-FV) présentant un taux volumique de fibre moyen de 65%. Ainsi, toutes comparaisons avec le matériau de la présente étude, PA11-FV, ne pourront être que qualitatives.

4.4.1.A Géométrie de l'éprouvette et mise en données

Géométrie de l'éprouvette L'éprouvette est un barreau cylindrique (jonc), mis en compression entre deux plans. Le cœur du barreau est alors soumis à un chargement mixte de compression (dans la direction de sollicitation) et de traction (dans la direction perpendiculaire). Le jonc mesure 8 mm de diamètre et 10 mm de long. La figure 4.42 représente le maillage utilisé. Les symétries sont utilisées (suivant les trois directions de l'espace) et permettent de ne considérer qu'un huitième du barreau et du plateau de compression. Le repère de l'essai est partagé avec celui utilisé pour le calcul sur les cellules, la direction 1 est celle des fibres, 2 et 3 sont les directions transverses.

Conditions aux limites Les différentes conditions de symétries donnent lieu aux déplacements contraints ($U_i=0$) explicités sur la figure 4.42. Les nœuds situés sur la face supérieure du plateau de compression sont soumis à une vitesse de déplacement imposé de 1 mm min^{-1} afin de simuler le déplacement de la traverse. Une loi de contact (méthode de pénalité) est introduite entre le barreau et le plateau de compression.

Le repère du matériau composite est en accord avec le repère principal du maillage, la direction des fibres suit la direction 1. La LHE est associée au barreau. Quant au matériau du plateau de compression, les propriétés élastiques d'un acier lui sont attribuées ($E = 210 \text{ GPa}$ et $\nu = 0,3$).

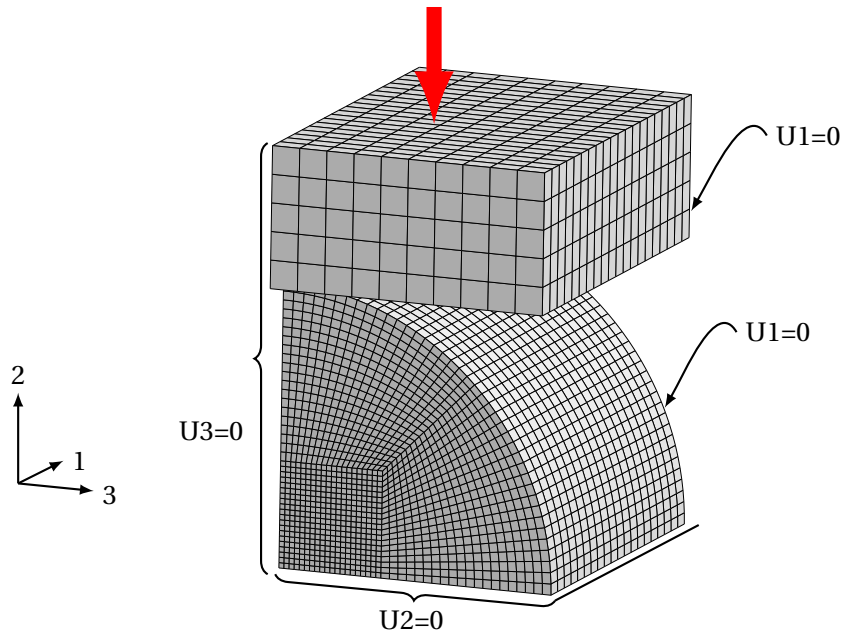


FIGURE 4.42 – Essai brésilien : maillage du huitième de l'éprouvette cylindrique et du plateau de compression.

4.4.1.B Résultats et points critiques considérés

La figure 4.43 représente les résultats numériques de la force appliquée au plateau de compression en fonction du déplacement imposé. Remarquons, par comparaison entre trait plein et pointillé, l'apport de la non-linéarité de la LHE vis-à-vis du comportement linéaire élastique isotrope transverse uniquement, toutes choses étant égales par ailleurs pour la modélisation. C'est un résultat qui serait à comparer avec des résultats expérimentaux afin de savoir si le comportement du matériau homogène est bien modélisé.

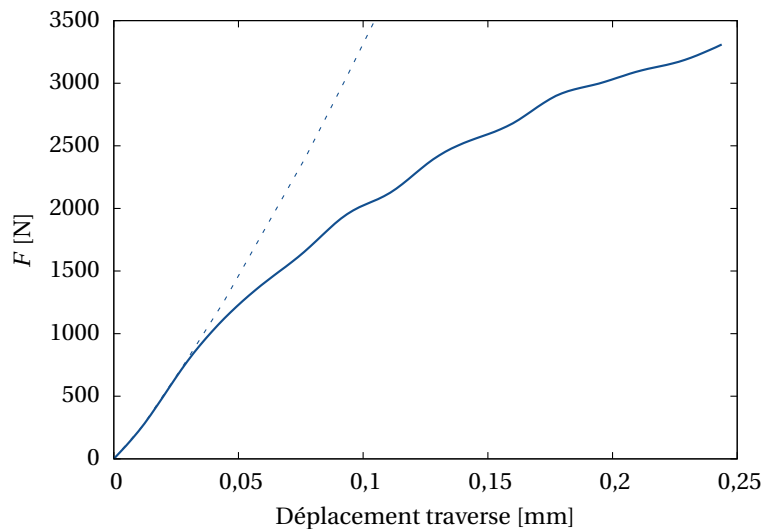


FIGURE 4.43 – Courbes de la force (F) en fonction du déplacement imposé par la traverse (en trait plein, avec la LHE et en pointillé, avec un comportement linéaire élastique isotrope transverse uniquement).

Le calcul de compression diamétrale avec le modèle de substitution confirme que la zone la plus sollicitée se situe au cœur et à mi-longueur du barreau (en témoignent les cartographies des isovaleurs de contraintes données en figure 4.44(b) à (d)). Les premiers endommagements sont donc localisés en premier lieu dans cette zone. Un élément de cette région, matérialisée en figure 4.44(a), est sélectionné pour poursuivre l'étude avec la relocalisation.

Le chargement en contrainte déterminé au cours du temps sur l'élément en question est illustré en figure 4.45. Les différentes contraintes de cisaillement (τ_{12} , τ_{23} et τ_{31}) sont négligeables devant les contraintes σ_{11} , σ_{22} et σ_{33} . Au cœur du barreau, l'état de contrainte est conforme à l'attendu. Il s'agit d'une sollicitation multiaxiale de compression dans la direction 2, direction du chargement, avec simultanément, une traction dans la direction 3, perpendiculaire au chargement imposé. Notons que les contraintes suivant 1, axe du barreau et direction des fibres du composite, sont quasi-nulles.

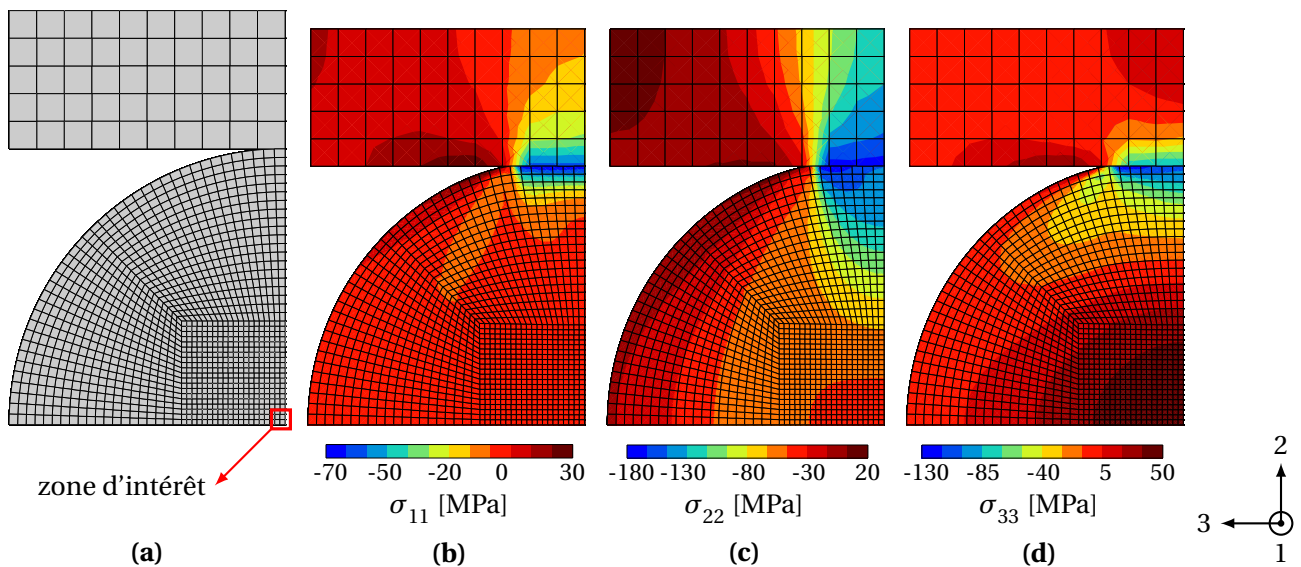


FIGURE 4.44 – (a) Maillage de la structure à l'état initial, la zone d'intérêt pour la relocalisation est mise en évidence; de (b) à (d) cartographies des isovaleurs de contraintes σ_{11} , σ_{22} et σ_{33} , respectivement, dans le plan (2,3) au centre du barreau et pour un déplacement traverse de 0,22 mm.

4.4.1.C Relocalisation

Le chargement obtenu en figure 4.45 sur un élément de volume homogène est représentatif de celui subi par le matériau localement au cœur du barreau. Les six composantes du tenseur de contrainte sont appliquées simultanément sur la cellule aléatoire sélectionnée (pour rappel, donnée en figure 4.7).

Cette méthode permet de déterminer, en particulier dans la zone d'intérêt qui est la plus critique pour la santé matière, les états de contraintes locaux (à l'échelle des constituants) et les variables internes, comme par exemple le taux de fraction volumique de vide calculé.

Les cartographies d'isovaleurs de fraction volumique de vide présentées en figure 4.46 permettent de remonter aux zones de la microstructure endommagées au cours de l'essai de compression diamétrale, dans la région au cœur du barreau. De manière bien visible, les zones à l'équateur des fibres proches entre elles sont des sites privilégiés de croissances de cavités. Les éléments dont la fraction volumique de vide excède 20% ne sont pas représentés sur la figure 4.46. Ces régions blanches sur la figure permettent d'observer ces zones d'endommagement du composite. La coalescence de

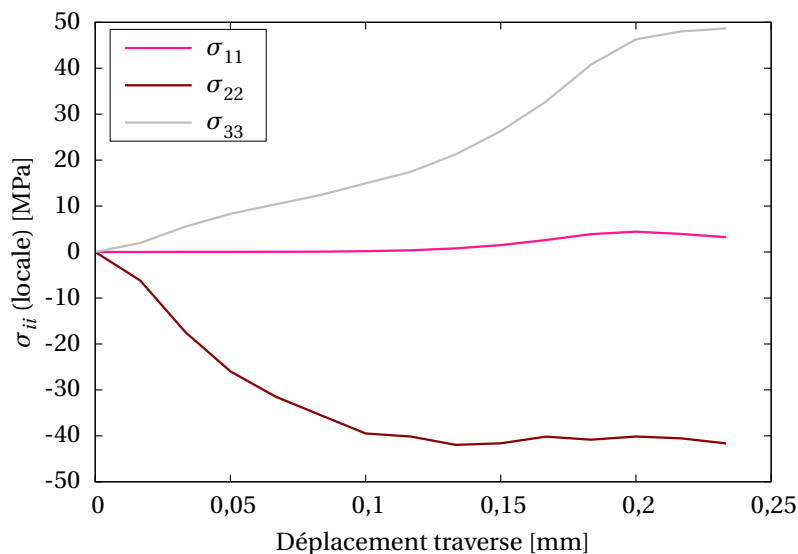


FIGURE 4.45 – Courbes des différentes contraintes calculées au cœur du barreau.

ces régions crée ainsi des macro-fissures. Cayzac [Cayzac, 2014] montre, par tomographie aux rayons X *post-mortem* sur des éprouvettes d'essais interrompus, que ces fissures apparaissent au cœur du barreau à mi-longueur et qu'elles sont parallèles à l'axe de chargement. La figure 4.47 illustre ce résultat.

Ce qui est obtenu par la relocalisation (voir figure 4.46(d)) est conforme aux observations expérimentales sus-citées : la fissure qui se développe est parallèle à l'axe de chargement.

La surface des éléments (de matrice) dont la fraction volumique de vide excède 20% est tracée au cours de l'essai en figure 4.48. Les différents instants pour lesquels les cartographies sont représentées en figure 4.46 sont indiqués sur la figure 4.48. De (a) à (b), les fractions volumiques de vide augmentent localement et quelques éléments atteignent la valeur de 20%. À partir de l'instant (b), la surface des éléments dont la fraction volumique atteint 20% augmente brutalement de façon exponentielle. Les zones endommagées et l'augmentation de leur nombre sont bien marquées et perceptibles dans les cartographies illustrées en figure 4.46.

Afin de proposer une comparaison qualitative, la figure 4.49 extraite des travaux de Cayzac est donnée. La fissure macroscopique apparaît et progresse rapidement dans ce qui a été nommé la *Phase 2*. Les résultats numériques de la présente étude montrent une évolution semblable de ces zones endommagées dans la partie concave de la courbe globale force-déplacement traverse. La progression de cette fissure mène à la ruine de l'éprouvette. Notons enfin qu'il ne s'agit pas du même matériau (pour rappel, dans les travaux de Cayzac, il s'agit de matrice PA6) mais les deux polymères thermoplastiques renforcés par des fibres de verre sont supposés présenter des mécanismes de déformation similaires.

Une campagne expérimentale suivie par tomographie aux rayons X permettrait de valider les mécanismes de déformations donnés numériquement et de proposer une prise en compte de la vitesse de propagation des fissures.

4.4.2 Éprouvettes composites stratifiés

Après une application de la transition d'échelle sur un UD, des calculs sur des éprouvettes de composites stratifiés sont envisagés dans ce qui suit.

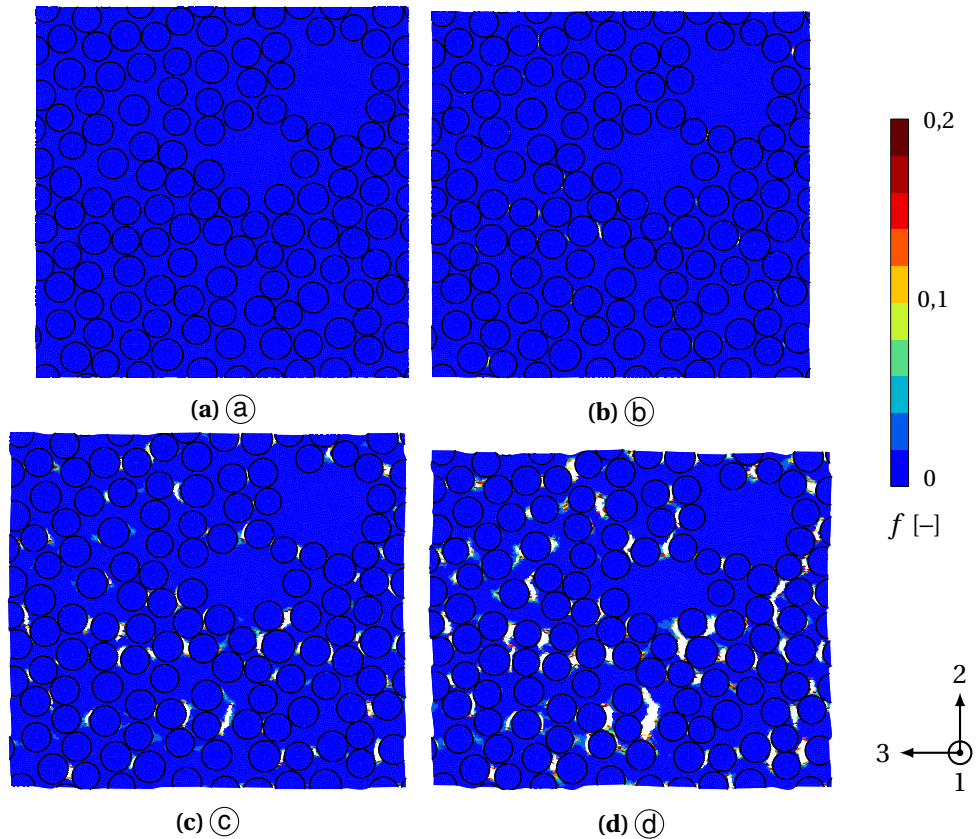


FIGURE 4.46 – Cartographies des isovaleurs de fraction volumique de vide (f) dans la zone d'intérêt au cours de la compression diamétrale : pour les déplacements traverse de (a) 0,05 (b) 0,15 (c) 0,2 et (d) 0,23 mm. Les éléments dont la variable interne f est supérieure à 20% ne sont pas représentés.

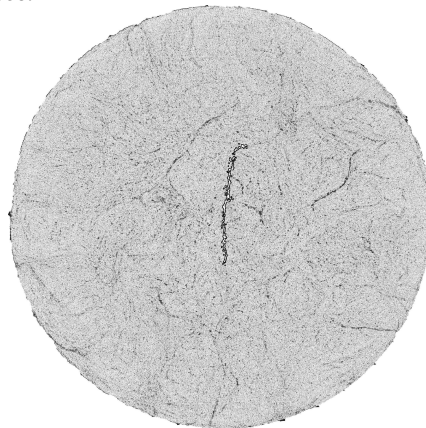


FIGURE 4.47 – Observation en tomographie aux rayons X au cœur du barreau d'une macro fissure, apparue au pic de force de l'essai en fin de phase 2 (d'après [Cayzac, 2014]).

4.4.2.A Géométrie de l'éprouvette, empilement des plis et mise en données du calcul

Géométrie de l'éprouvette Les éprouvettes modélisées suivent la norme ISO 14129 [ISO14129, 2012] relative aux chargements de cisaillement plan sur composites. Il s'agit d'éprouvettes rectangulaires de 250 mm de long, de 25 mm de large et de 2 mm d'épaisseur. Les talons ne sont pas représentés.

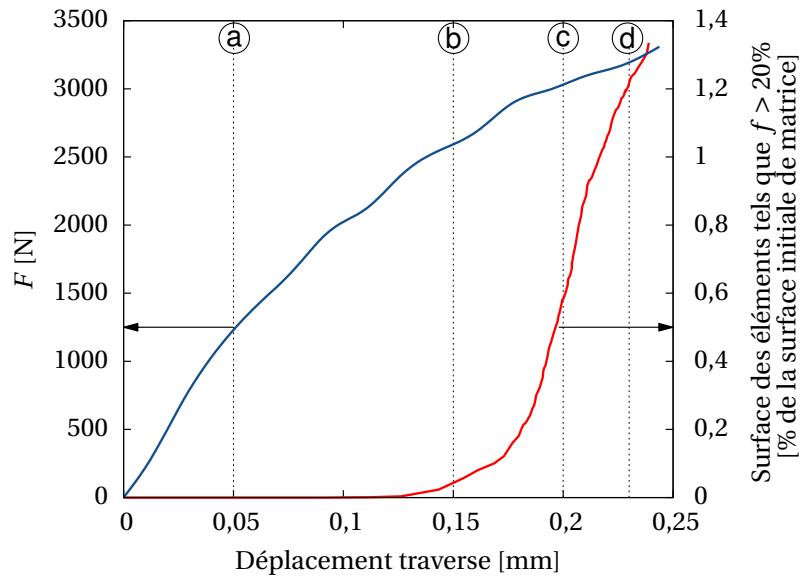


FIGURE 4.48 – Courbes de la force (F) et de la surface des éléments dont la fraction volumique de vide atteint 20% en fonction du déplacement imposé par la traverse. Les instants annotés (a) à (d) correspondent aux cartographies en figure 4.46.

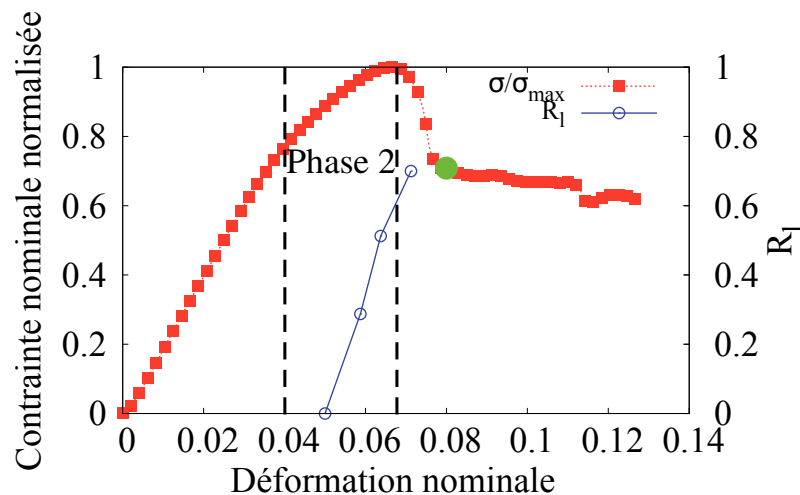


FIGURE 4.49 – Courbes de la conainte nominale normalisée et de la propagation de fissure normalisée (R_I) en fonction de la déformation nominale d'un barreau de PA6-FV en compression diamétrale (d'après [Cayzac, 2014]).

Choix d'empilements des plis et désignation Plusieurs empilements sont considérés dans ce qui suit. La désignation commune des stratifiés est détaillée dans l'ouvrage [Berthelot, 2012], et est rappelée succinctement ici afin de nommer les éprouvettes.

Un stratifié désigné, par exemple, par $[0_2/90_3/45/-45]_S$ est constitué de 14 plis avec, de l'extérieur au plan de symétrie de celui-ci, 2 plis à 0° , 3 plis à 90° , 1 pli à 45° et 1 pli à -45° . Pour définir toute l'épaisseur du composite, cette séquence est reproduite en sens inverse par symétrie (justifiant le "S" de la désignation) miroir.

Dans un premier temps, un stratifié de 8 plis à $\pm 45^\circ$ est considéré, soit $[-45/45/-45/45]_S$. Aussi, d'autres éprouvettes de même épaisseur (2 mm) sont modélisées : $[0_4]_S$, $[90_4]_S$ ou encore $[0/90/0/90]_S$. Les plis considérés sont d'une épaisseur unitaire de 0,25 mm, l'épaisseur totale est bien

de 2 mm.

Maillage La figure 4.50 illustre le maillage utilisé et les conditions aux limites explicitées ci-après. La figure 4.51 met en évidence les différents plis considérés dans l'épaisseur du maillage. Notons que les éléments prismatiques au cœur de l'éprouvette sont nécessaires pour définir certains repères matériau (voir paragraphe 4.4.2.A). Notons que le repère de l'éprouvette est ici noté $(1', 2', 3')$ pour éviter toute confusion, il est différent du repère précédemment utilisé pour la microstructure. La direction $1'$, en fonction des différents plis, n'est pas nécessairement celle des fibres.

Les conditions de symétrie sont à prendre avec précaution compte-tenu de l'anisotropie de la loi de comportement utilisée pour le matériau. L'intégralité de la surface de l'éprouvette (longueur \times largeur) doit donc être considérée; seule la symétrie dans l'épaisseur est permise (direction 3 sur la figure 4.50). Ce choix permet la validité de la modélisation pour toutes les orientations de plis.

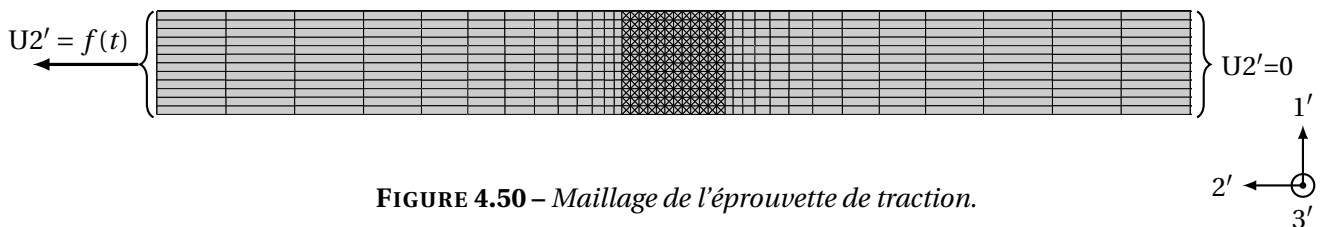


FIGURE 4.50 – Maillage de l'éprouvette de traction.

Conditions aux limites Les conditions aux limites sont illustrées en partie sur la figure 4.50. D'un côté de l'éprouvette, les déplacements suivant la direction $2'$ des nœuds sont imposés nuls. De plus, sur un point de cette face, les autres déplacements ($U1'$ et $U3'$) sont aussi fixés à 0, empêchant tout déplacement de corps rigide. De l'autre côté, les déplacements de tous les nœuds de la face sont imposés avec une vitesse de 2 mm min^{-1} . Enfin, pour obtenir une symétrie suivant l'épaisseur, les nœuds d'une face dans le plan $(1', 2')$ sont contraints tels que : $U3' = 0$ (les déplacements suivant $3'$ sont nuls).

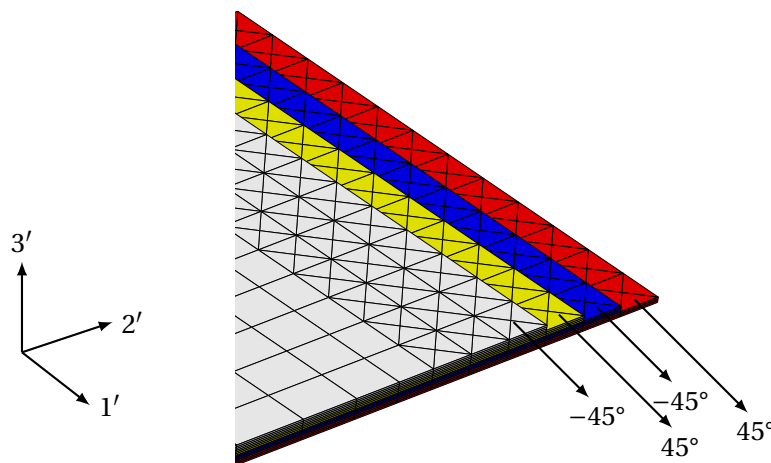


FIGURE 4.51 – Illustration des différents groupes d'éléments (couleurs) pour modéliser les plis du stratifié $[-45/45/-45/45]_S$.

Orientations et suivi des repères matériaux Un seul matériau est utilisé (via la loi de comportement) dans la modélisation mais différents repères sont associés aux groupes d'éléments.

La routine `***local_frame_update` [Roirand, 2017] permet un suivi du repère matériau selon une ligne de nœuds (`liset`), qui évolue alors au cours du chargement. Cette prise en compte de la réactualisation du repère est importante pour la modélisation de l'essai de cisaillement plan (plis à $\pm 45^\circ$). En effet, au cours du chargement, les fibres vont se réaligner légèrement dans la direction de la sollicitation et vont entraîner un durcissement plus important sur la courbe contrainte-déformation. Un réalignement de plusieurs degrés par rapport au repère initial est constaté lors du calcul, d'où une rigidité plus grande observée.

Les `lisets` définies dans le plan ($1', 2'$) sont à $\pm 45^\circ$ pour le stratifié $[-45/45/-45/45]_S$ et expliquent la nécessité d'avoir des éléments prismatiques. Pour les stratifiés $[0_4]_S$, $[90_4]_S$ et $[0/90/0/90]_S$, les lignes de nœuds sont définies suivant les directions $1'$ et $2'$ (naturellement, pour ces derniers, l'actualisation des repères n'est pas utile puisqu'ils restent suivant ces directions).

4.4.2.B Résultats

Courbes macroscopiques Les résultats sont présentés en figure 4.52. La contrainte nominale est définie comme étant le rapport entre la force appliquée et la section initiale de l'éprouvette. Les déformations longitudinale et transverse sont calculées sur la zone utile de l'éprouvette (plus finement maillée), de la même façon qu'elles seraient mesurées expérimentalement par l'utilisation d'extensomètres à couteaux. Les déformations longitudinales associées aux stratifiés $[90_4]_S$ et $[-45/45/-45/45]_S$ sont comparables mais les déformations transverses sont bien différentes. En effet, pour l'empilement $[90_4]_S$, l'effet poisson est très faible compte-tenu de la rigidité des plis dans cette direction, alors que le stratifié $[-45/45/-45/45]_S$ permet une contraction transverse importante. Comme à l'attendu, les stratifiés $[0/90/0/90]_S$ et $[0_4]_S$ sont bien plus raides et l'apparition de la non-linéarité de l'empilement s'obtient pour des valeurs de contrainte importante.

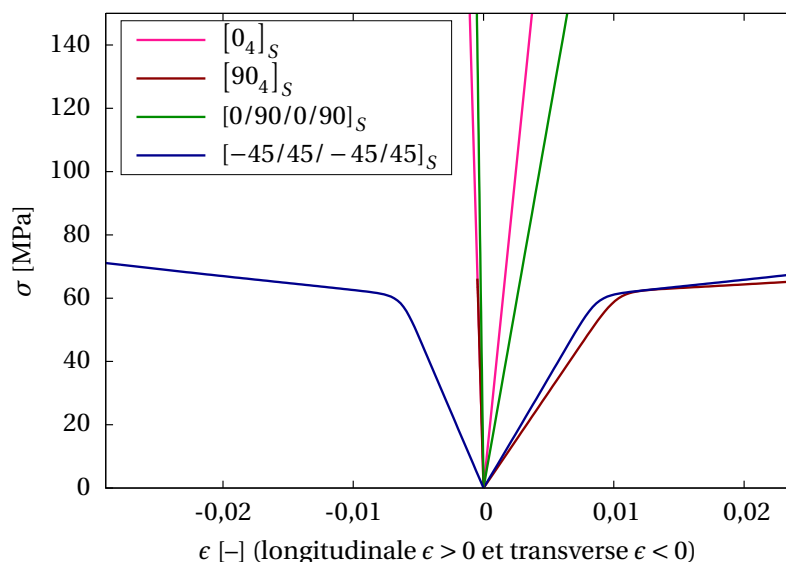


FIGURE 4.52 – Courbes de la contrainte nominale $\left(\frac{F}{S_0}\right)$ en fonction des déformations $\left(\frac{\Delta l}{l_0}\right)$ longitudinale et transverse sur éprouvettes rectangulaires en fonction du stratifié considéré.

Ces calculs permettent d'obtenir des résultats sur des structures composites mais aucune valeur locale (à l'échelle de la microstructure) n'est directement accessible. Comme précédemment dans le cas de l'essai brésilien, les grandeurs locales sont accessibles via une relocalisation. Il faut néanmoins

déterminer à partir du calcul macroscopique, l'état de contrainte que subit le matériau au cœur de l'éprouvette.

Contraintes observées en zone utile Dans la zone utile de l'éprouvette, les états de contrainte sont homogènes. La figure 4.53 illustre pour l'éprouvette $[-45/45/-45/45]_S$, les contraintes dans les plis 45° et -45° . Les autres contraintes calculées, à savoir, $\sigma_{1'1'}$, $\sigma_{3'3'}$, $\tau_{2'3'}$ et $\tau_{3'1'}$, sont quasi-nulles et ne sont pas représentées sur le graphique. Ainsi, d'après la figure 4.53, le chargement subi par un élément de volume homogène dans la zone utile est un chargement mixte constitué d'une composante en traction suivant la direction de chargement ($2'$) et d'une composante de cisaillement positive (respectivement, négative) pour le pli à 45° (respectivement, -45°). La pression hydrostatique ou contrainte moyenne est alors localement égale à $\frac{\sigma_{2'2'}}{3}$.

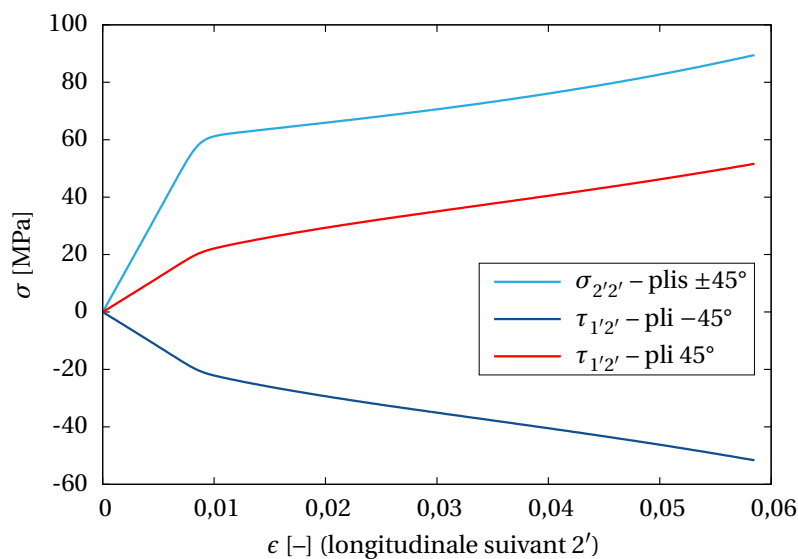


FIGURE 4.53 – Contraintes au cœur de la zone utile de l'éprouvette pour les plis à 45° et -45° en fonction de la déformation longitudinale ϵ .

4.4.2.C Relocalisation

Le chargement déterminé précédemment, représentatif de celui observé en zone utile de l'éprouvette, est appliqué à la cellule aléatoire. Seul le pli à 45° est considéré dans ce qui suit (les résultats apportés seront aussi valables pour le pli à -45°). Avant tout chose, le maillage de la cellule est correctement orienté pour être en accord avec le repère du chargement vis-à-vis de la direction principale des fibres : une rotation de 45° dans le plan (1,2) est appliquée. Les contraintes représentées en figure 4.53 sont soumises à la cellule.

La figure 4.54 illustre les cartographies d'isovaleurs de fraction volumique de vide dans un pli orienté à 45° . Pour une déformation longitudinale de 0,0075, en figure 4.54(a), la fraction volumique de vide f reste égale à la valeur initiale dans toute la cellule. La courbe macroscopique en figure 4.52 montre en effet que l'éprouvette semble être dans un stade de déformation élastique. En revanche, pour les cartographies en figures 4.54(b) et (c), où manifestement il s'agit du régime non-linéaire de la courbe macroscopique, les déformations sont plus importantes et font apparaître des zones endommagées où la fraction volumique de vide augmente. Les régions en question sont situées aux pôles des fibres entre deux fibres proches et témoignent de déformations locales conséquentes.

La figure 4.55 justifie le développement de f localement par la présence de taux de triaxialité élevés aux pôles des fibres. C'est le chargement en $\sigma_{2'2'}$ qui contribue à l'augmentation de ce taux volumique de vide. La valeur de triaxialité de la zone critique est de 0,33 (donné par les contraintes $\sigma_{2'2'}$ et où le terme de cisaillement $\tau_{1'2'}$ n'intervient pas).

La relocalisation permet d'appréhender les mécanismes locaux de déformation dans le cas d'une structure et d'un chargement particulier, il est aussi possible de déterminer les contraintes ou déformations à partir desquelles apparaissent les phénomènes irréversibles.

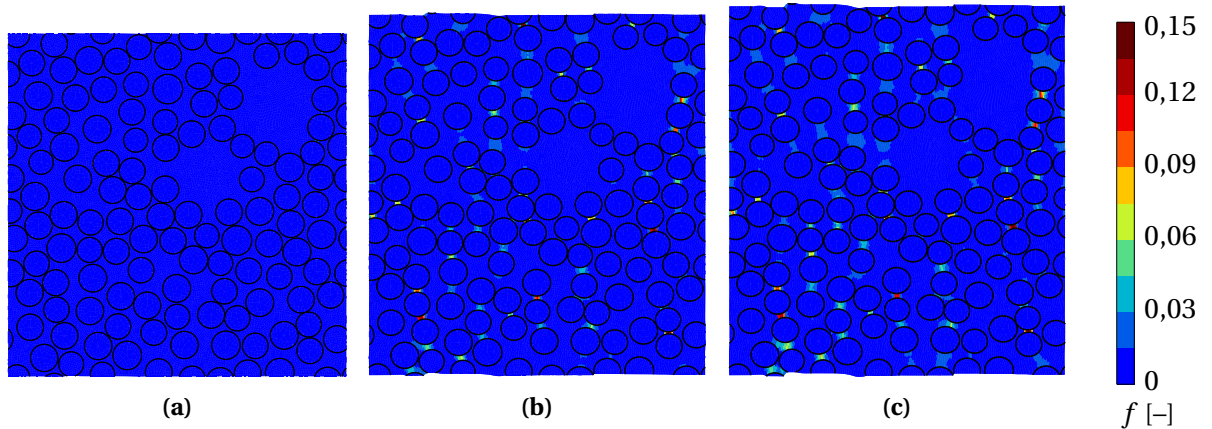


FIGURE 4.54 – Cartographies des isovaleurs de fraction volumique de vide (f) dans la zone d'intérêt au cours de l'essai de cisaillement plan sur une éprouvette stratifiée à $\pm 45^\circ$: pour des déformations longitudinale de (a) 0,0075 (b) 0,03 (c) 0,055.

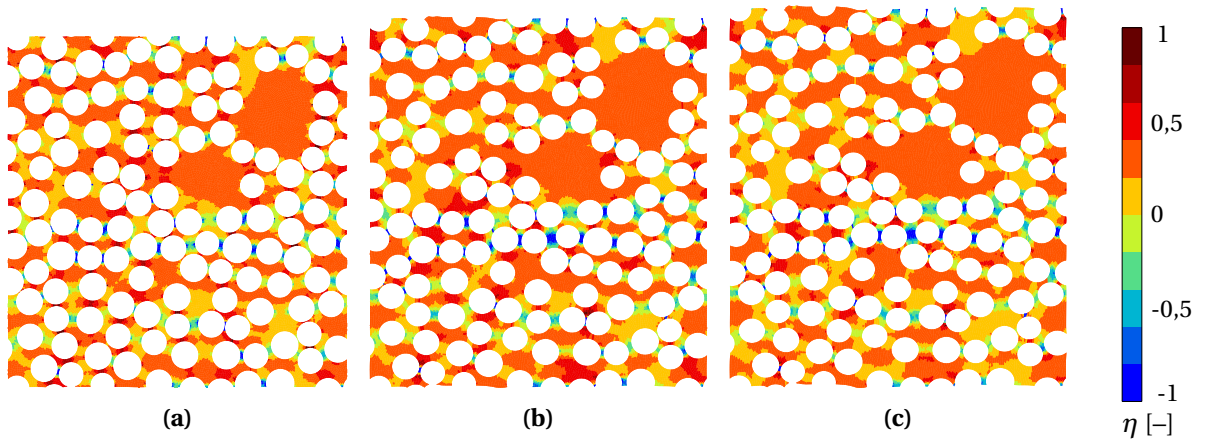


FIGURE 4.55 – Cartographies des isovaleurs de triaxialité (η) dans la matrice de la zone d'intérêt au cours de l'essai de cisaillement plan sur une éprouvette stratifiée à $\pm 45^\circ$: pour des déformations longitudinale de (a) 0,0075 (b) 0,03 (c) 0,055.

4.4.3 Synthèse de la démarche appliquée

La nécessité d'une approche séquentielle a été présentée. D'une part, l'utilisation d'un milieu de substitution permet de réaliser un calcul de structure tout en prenant indirectement en compte la microstructure du matériau via des propriétés homogénéisées. La relocalisation sur certaines zones critiques de la modélisation donne ensuite accès aux grandeurs locales.

La mise en œuvre de la méthode a permis d'obtenir des résultats cohérents vis-à-vis des cinétiques d'endommagement du composite. Dans le cas de l'essai de compression diamétrale, la modélisation est fidèle aux résultats expérimentaux obtenus dans les travaux de thèse de Cayzac [Cayzac, 2014]. Notons que la démarche numérique mise en place par Cayzac, dite *top-down*, diffère de la méthode étudiée ici. En effet, le modèle homogène équivalent isotrope déterminé par Cayzac était obtenu par méthode inverse à partir des résultats expérimentaux. Le caractère anisotrope du matériau homogénéisé est pris en compte par l'homogénéisation numérique proposée, ce qui constitue une amélioration de la démarche *top-down*.

Les grandeurs macroscopiques qu'il est possible de mesurer (*e.g.* force en fonction du déplacement traverse) sur un tel essai seraient à comparer avec les résultats purement numériques (figure 4.43) pour valider la potentialité de la démarche à prédire le comportement d'UD uniquement à partir des propriétés des constituants et de la morphologie de la microstructure.

Enfin, des calculs de stratifiés sont présentés dans cette étude et permettent de réaliser des modélisations au-delà du régime linéaire élastique connu dans la littérature. Les grandeurs locales telles que les contraintes ou déformations mais aussi la variable interne f de fraction volumique de vide dans la matrice, sont accessibles par la relocalisation et permettraient d'établir *in fine* des cinétiques et critères de rupture.

4.5 Conclusions partielles

Une démarche multi-échelle est proposée dans ce chapitre pour l'étude du comportement mécanique (au-delà du régime linéaire élastique traité au chapitre 3) du matériau composite PA11-FV.

Après une étude bibliographique des différentes modélisations disponibles en régime non-linéaire et des stratégies de remontée d'échelles, la cellule aléatoire de 120 fibres déterminée au chapitre précédent est considérée pour réaliser des calculs micromécaniques. La loi de comportement poro-viscoplastique associée à la matrice (et calibrée au chapitre 2) est utilisée, permettant de mettre en évidence les mécanismes de déformations du composite sous sollicitations diverses. Conformément à l'attendu, les zones de matrice confinée (entre deux fibres très proches) sont les lieux des premiers endommagements dans le composite. L'orientation de ces zones de matrice confinée vis-à-vis de l'axe de la sollicitation est aussi un facteur prédominant de la localisation des grandeurs. La prise en compte d'un arrangement aléatoire, représentatif du milieu réel, est capitale puisque ce sont, en effet, les grandeurs locales (*i.e.* ϵ , σ ...) qui vont piloter la germination des phénomènes d'endommagement de la matrice.

Les paramètres influents de la modélisation (finesse du maillage, vitesse de chargement, pilotage en contrainte ou déformation macroscopique imposée) sont passés en revue. La représentativité des calculs, au-delà du régime linéaire élastique, est aussi étudiée. Tout d'abord l'existence du VER en régime non-linéaire est acquise puis l'évolution des erreurs relatives des propriétés mesurées sont déterminées au cours du chargement des cellules. La représentativité des propriétés est à analyser dans chaque cas : le VER déterminé en élasticité linéaire pour un cas de chargement peut ne pas rester représentatif lorsque le comportement des matériaux est non-linéaire.

Une homogénéisation numérique par modèle de substitution est ensuite mise en œuvre. Il s'agit de déterminer un modèle phénoménologique pertinent, tant au point de vue du comportement matériau (anisotropie, non-linéarité) que des caractéristiques du modèle (temps de calculs faibles, robuste, disponible sur Z-set) et qui donnera des résultats équivalents aux réponses des calculs micromécaniques sur la cellule de référence pour toutes les sollicitations envisagées (élémentaires, bi-axiales ou multi-axiales). Pour s'assurer de la bonne adéquation entre les calculs avec la LHE et les

calculs micromécaniques, les réponses composante à composante sont étudiées mais les surfaces de charges et de densité de travail viscoplastique sont également tracées et comparées.

Enfin, des calculs de structure sont effectués avec le modèle homogène précédemment établi. Dans un premier temps, un essai de compression diamétrale sur un jonc de matériau composite unidirectionnel est simulé. Une relocalisation est proposée à un endroit critique du barreau afin de déterminer les mécanismes de déformation qui mènent à sa ruine. Notons néanmoins que dans ce cas étudié, la zone critique est déterminée par la connaissance du résultat expérimental mais il peut être plus difficile de la définir comme telle sur une structure complexe. Dans un second temps, une application similaire est proposée sur des coupons de composites stratifiés avec différents drapages. Les résultats sont fidèles à certains travaux de la littérature. La potentialité de la démarche est assurée mais aucune confrontation expérimentale n'a été menée dans le cadre de cette thèse par manque de temps et d'approvisionnement en matériau, ce qui constituera une perspective intéressante.

D'autres perspectives peuvent être formulées. Les phénomènes de propagation de fissure seraient à exploiter dans la modélisation micromécanique proposée pour aller jusqu'à la rupture (numérique) du composite. En effet, l'étude s'est concentrée sur le comportement du matériau, bien après l'apparition de sa non-linéarité certes, mais sans considérer la rupture des éléments.

Les approches par calculs micromécaniques sont utiles pour déterminer les propriétés particulièrement difficiles à obtenir expérimentalement. Les mécanismes locaux de déformation peuvent être comparés et validés par une méthode expérimentale comme par exemple un essai suivi *in situ* sous MEB avec corrélation d'images [Canal Casado, 2011, Canal *et al.*, 2012a, Naya *et al.*, 2015, Naylor *et al.*, 2017]. Un tel travail expérimental n'a pas pu être réalisé mais constitue une validation importante de la modélisation proposée, que ce soit en surface d'un échantillon sous MEB (comme précédemment évoqué) ou en 3D avec l'apport de la microtomographie.

Les modélisations micromécaniques peuvent aussi permettre d'optimiser la microstructure du composite en vue d'une application souhaitée (par exemple, pour tester différentes formes de fibres [Herráez *et al.*, 2016] ou l'influence des interfaces fibre-matrice [Totry *et al.*, 2010]).

Conclusions générales

Bien que chaque chapitre se termine par des conclusions partielles complétées par des perspectives, nous rappelons ici les principaux résultats obtenus dans ce travail de thèse.

Travail et objectifs atteints

La première partie de ce manuscrit, consacrée au polymère thermoplastique PA11, a permis de mettre en évidence les mécanismes de déformation du matériau. Les phénomènes de cavitation, observés notamment par une campagne d'essais de traction monotone sur éprouvettes axisymétriques entaillées suivies *in situ* par microtomographie aux rayons X, ont été analysés en détails. Plusieurs méthodes complémentaires ont été utilisées : la transformée de Fourier et une analyse de données consécutives au traitement d'images volumiques. L'évolution de la porosité, des formes des cavités individuelles ont pu être établies au cours de l'essai mécanique.

Le deuxième chapitre a mis en œuvre la calibration d'un modèle poro-viscoplastique adapté au polymère PA11. La sensibilité à la pression hydrostatique est acquise et plusieurs résultats expérimentaux sont bien décrits par le modèle. Néanmoins, au-delà de l'adoucissement, les grandeurs microscopiques mesurées expérimentalement, telles que les taux volumiques de vide ou les formes des cavités en présence, ne sont plus tout à fait pertinentes. Ceci est inhérent au modèle choisi où seule une variable interne scalaire ne peut rendre compte de l'anisotropie des cavités. Un nouveau modèle GVAR est présenté pour palier ce problème et quelques résultats prometteurs sont donnés.

Le troisième chapitre est consacré à la représentation du caractère aléatoire du composite unidirectionnel PA11-FV étudié afin de pouvoir réaliser des calculs micromécaniques. La génération de microstructures virtuelles représentatives était au cœur de la stratégie par l'implémentation d'un outil. Le concept de VER a été présenté de manière exhaustive et a permis de ne considérer qu'une partie du milieu d'étude pour calculer, par une méthode d'homogénéisation numérique, les propriétés effectives du matériau. Aussi, la représentativité des grandeurs calculées est assurée via la notion de portée intégrale. Le nombre de fibres à considérer dans la cellule pour garantir une certaine erreur est établi.

Le quatrième et dernier chapitre a permis d'étendre les calculs micromécaniques au-delà du régime linéaire élastique. Le caractère non-linéaire de la matrice PA11 est pris en compte, mettant en évidence les mécanismes de déformation associés au composite UD sous diverses sollicitations. La représentativité de la cellule étudiée est à nouveau considérée compte-tenu des localisations des grandeurs microscopiques pour assurer la pertinence des résultats. Une stratégie d'homogénéisation numérique non-linéaire (par milieu homogène de substitution) est ensuite proposée et permet de réaliser *in fine* des calculs de structure. Plusieurs essais virtuels sont abordés. Une relocalisation est néanmoins nécessaire mais permet de retrouver les grandeurs locales (à l'échelle des constituants) dans une zone critique au cours de la sollicitation.

Perspectives

Les perspectives apportées par cette étude sont multiples, elles se déclinent en deux volets pour chacune des parties, *i.e.* des perspectives expérimentales et numériques. Ces dernières seront détaillées dans ce qui suit.

En première partie, la campagne expérimentale menée en tomographie aux rayons X gagnerait à être étoffée. Plusieurs éprouvettes de rayons d'entaille différents permettraient d'observer les mécanismes de déformation sous différentes valeurs de triaxialité. De même, tester d'autres vitesses de traction monotone apporterait des résultats quant à l'influence du temps sur les phénomènes observés. Aussi, une meilleure résolution permettrait de mettre en évidence de manière plus nette la cavitation et d'identifier plus précisément chaque cavité créée.

Concernant le volet numérique de l'étude du polymère PA11, le modèle GVAR semble prometteur. La richesse des données expérimentales apportées par la tomographie aux rayons X serait à pleinement exploiter, notamment pour un meilleur suivi de la porosité et le caractère anisotrope des cavités se développant au cœur du matériau.

En seconde partie, le travail expérimental sur le composite d'étude n'ayant pu être abordé au cours de ces travaux, seules certaines comparaisons avec la littérature ont été faites. Il serait naturellement intéressant de réaliser des essais à l'échelle des constituants multi-instrumentés afin de vérifier les mécanismes de déformation proposés numériquement. Enfin, une campagne expérimentale à l'échelle de la structure, sur le PA11-FV serait à mener pour démontrer la potentialité de la démarche multi-échelle examinée.

Le volet numérique de cette seconde partie consacrée aux matériaux composites offre de nombreuses perspectives. La détermination de la (ou les) cellule(s) morphologiquement représentative(s) pourrait être obtenue de manière objective via des tests d'hypothèses (de type Kolmogorov-Smirnov). La génération de microstructures aléatoires permettrait une vaste étude exploratoire sur l'influence des paramètres morphologiques (diamètres de fibres, distances inter-fibres...) non seulement en mécanique mais aussi pour d'autres domaines (*e.g.* phénomènes de transport hydrique, thermique, électricité...). Des modèles moins onéreux en temps de calcul, de type analytiques ou semi-analytiques, pourraient alors être comparés ou calibrés via les résultats de micromécanique. Enfin, la méthode d'homogénéisation numérique abordée de manière pragmatique par un modèle de substitution existant pourrait constituer un sujet à part entière. Cantonnée au comportement mécanique dans la présente étude, l'endommagement et la rupture seront à prendre en compte dans des travaux ultérieurs.

Cellules aléatoires ou idéalisées : descripteurs morphologiques

ANNEXE **A**

Illustrations des descripteurs morphologiques de cellules de 56 fibres Les figures 3.10 à 3.17 sont regroupées ci-après sur une double page afin de pouvoir comparer les descripteurs morphologiques.

Illustrations des descripteurs morphologiques de cellules de 120 fibres La figure A.3 illustre les descripteurs morphologiques de la microstructure digitale (cellule) de 120 fibres – retenue pour les calculs micromécaniques aux chapitres 3 et 4 – ainsi que ceux associés à la microstructure réelle du milieu étudié.

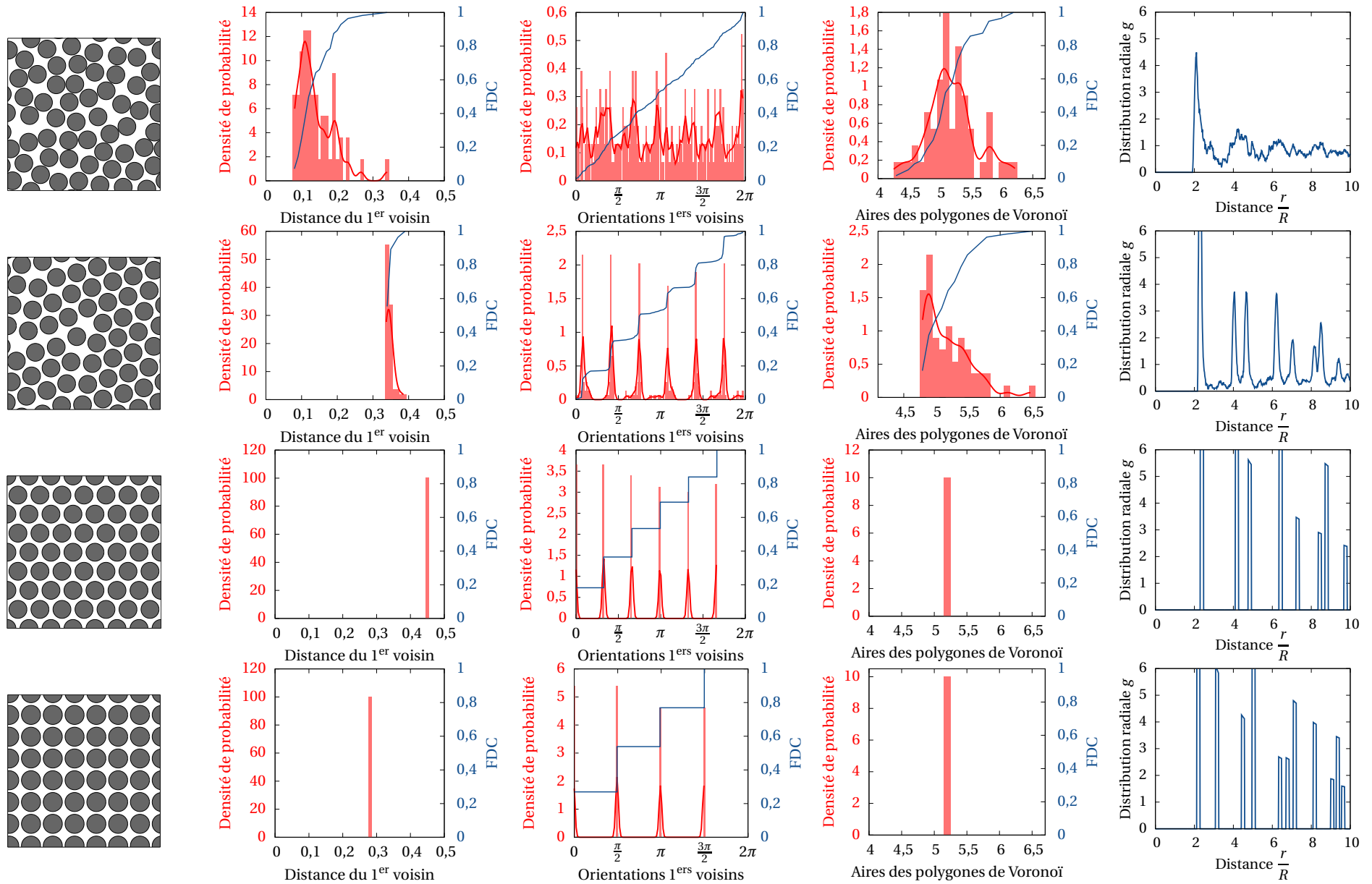


FIGURE A.1 – Illustrations des descripteurs morphologiques. 1^{ère} colonne : microstructures considérées ; densité de probabilité et fonction de distribution cumulative (FDC) de la distance des 1^{ères} fibres voisines (2^{ème} colonne), des orientations des fibres voisines (3^{ème} colonne) et des aires des polygones de Voronoï (4^{ème} colonne) ; 5^{ème} colonne : fonction de distribution radiale.

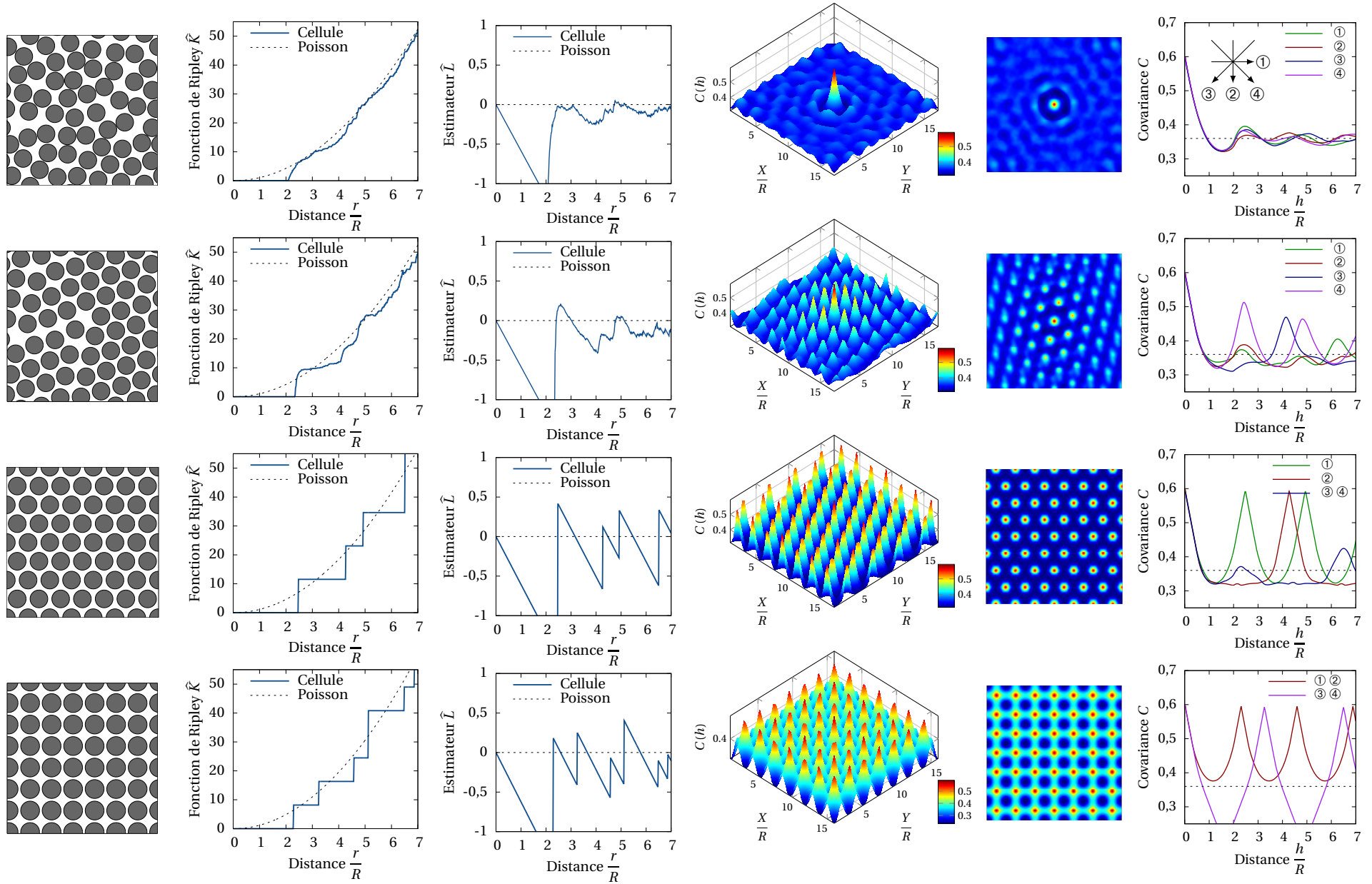


FIGURE A.2 – Illustrations des descripteurs morphologiques. 1^{ère} colonne : microstructures considérées; 2^{ème} colonne : fonction de Ripley \hat{K} ; 3^{ème} colonne : estimateur de Ripley \hat{L} ; 4^{ème} colonne : covariogramme 3D; 5^{ème} colonne : covariogramme 2D (vue de haut de la fonction 3D) et 6^{ème} colonne : courbes de la covariance dans 4 directions (①-④ illustrées par des flèches).

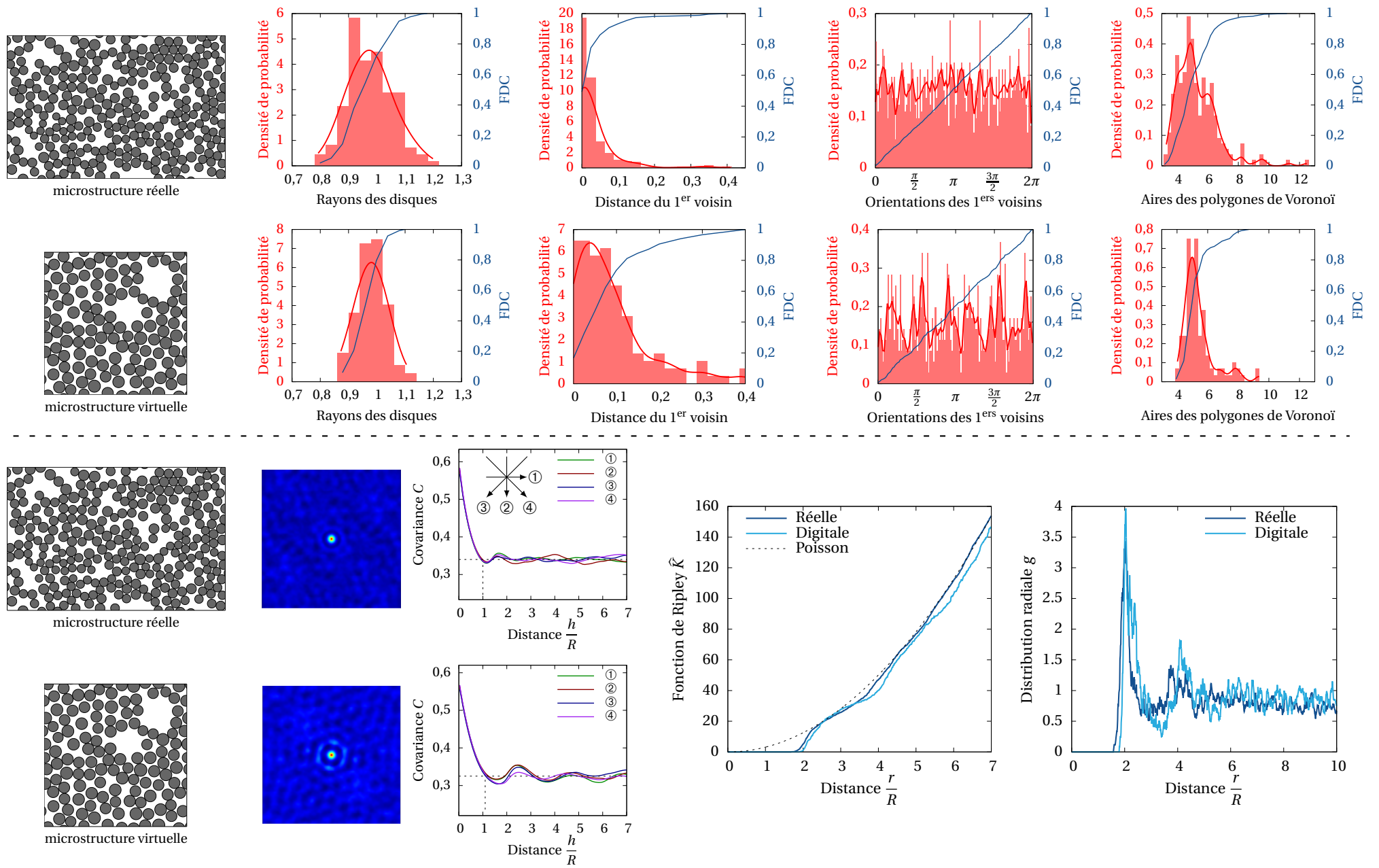


FIGURE A.3 – Comparaison des descripteurs morphologiques des microstructures réelle et digitale. 1^{ère} ligne, de gauche à droite : représentation de la microstructure, densité de probabilité et fonction de distribution cumulée (FDC) des rayons des différents disques, des distances des premiers voisins, des orientations des premiers voisins de chaque fibre et des aires des polygones de Voronoï; 2^{ème} ligne : covariogrammes 2D, courbes de la covariance dans quatre directions différentes (de ① à ④), fonctions de Ripley \hat{K} et fonctions de distribution radiale g .

Rappel des conditions aux limites sous ZeBuLoN

MPC Les MPC (de l'anglais Multi-Point Constraints) assignent des valeurs égales aux groupes de nœuds, `nset`, en regard (homologues sur les faces opposées correspondantes) pour leur degré de liberté en déplacement suivant les directions appropriées. Au cours du calcul et sur le contour de la cellule, tous les nœuds homologues présentent des déplacements équivalents. Les MPC sont obtenues par la fonction `**nset_for_cell` et s'expriment comme suit :

```
***equation
  **mpc1 ... U1
  **mpc1 ... U2
  **mpc1 ... U3
...
  **mpc2 ... U1 ... U1
  **mpc2 ... U2 ... U2
  **mpc2 ... U3 ... U3
```

Approche en sollicitation de déformation macroscopique imposée La déformation moyenne E_{ij} est imposée à tous les éléments du maillage. La mise en données, pour une déformation macroscopique proportionnelle au temps dans la direction 1, est la suivante :

```
***bc
**impose_elset_dof
  ALL_ELEMENT E11 1.0 time
  ALL_ELEMENT E22 0.0 time
  ALL_ELEMENT E33 0.0 time
  ALL_ELEMENT E12 0.0 time
  ALL_ELEMENT E23 0.0 time
  ALL_ELEMENT E31 0.0 time
```

Approche en sollicitation de contrainte macroscopique imposée Les composantes des réactions macroscopiques RE_{ij} sont imposées à tous les éléments du maillage. En réalité, ceci tient de la relation B.1, résultat de l'équation d'équilibre, où V est le volume de la cellule considérée.

$$\begin{aligned} RE_{ij}E_{ij} &= RE_{11}E_{11} + RE_{22}E_{22} + RE_{33}E_{33} + RE_{12}E_{12} + RE_{21}E_{21} + RE_{13}E_{13} + RE_{31}E_{31} + RE_{23}E_{23} + RE_{32}E_{32} \\ &= V \sum_{ij} E_{ij} \end{aligned} \tag{B.1}$$

Il faut alors prendre en compte la valeur de V pour imposer une contrainte macroscopique pertinente. La mise en données, pour une contrainte macroscopique proportionnelle au temps dans la direction 1, est la suivante :

```
***bc
**impose_elset_dof_reaction
  ALL_ELEMENT E11 V time
```

Annexe B

```
ALL_ELEMENT E22 0.0 time
ALL_ELEMENT E33 0.0 time
ALL_ELEMENT E12 0.0 time
ALL_ELEMENT E23 0.0 time
ALL_ELEMENT E31 0.0 time
```

Notons que dans le cas d'une sollicitation en cisaillement, imposer RE_{ij} (lorsque $i \neq j$) revient à imposer aussi RE_{ji} d'où $RE_{ji} = RE_{ij} = \frac{1}{2}V\Sigma_{ij}$. Il faudra veiller à ce facteur 0,5 pour calculer le comportement apparent dans ces directions de chargement.

Généralités sur les matériaux composites

Expressions des matrices de souplesse Plusieurs expressions des matrices de souplesse de matériaux anisotropes à l'aide des modules d'élasticité sont proposées ci-après.

Expression de la matrice de souplesse [S] d'un matériau orthotrope

$$\begin{Bmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ \varepsilon_{33} \\ 2\varepsilon_{23} \\ 2\varepsilon_{31} \\ 2\varepsilon_{12} \end{Bmatrix} = \overbrace{\begin{bmatrix} \frac{1}{E_1} & -\frac{\nu_{12}}{E_1} & -\frac{\nu_{13}}{E_1} & 0 & 0 & 0 \\ -\frac{\nu_{21}}{E_2} & \frac{1}{E_2} & -\frac{\nu_{23}}{E_2} & 0 & 0 & 0 \\ -\frac{\nu_{31}}{E_3} & -\frac{\nu_{32}}{E_3} & \frac{1}{E_3} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{23}} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{31}} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{12}} \end{bmatrix}}^{[S]} \begin{Bmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \\ \sigma_{23} \\ \sigma_{31} \\ \sigma_{12} \end{Bmatrix} \quad (\text{C.1})$$

Expression de la matrice de souplesse [S] d'un matériau isotrope transverse

ℓ est la direction des fibres (1, dans cette étude). Les directions transverses 2 et 3 sont équivalentes et notées t .

$$\begin{Bmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ \varepsilon_{33} \\ 2\varepsilon_{23} \\ 2\varepsilon_{31} \\ 2\varepsilon_{12} \end{Bmatrix} = \begin{Bmatrix} \varepsilon_\ell \\ \varepsilon_t \\ \varepsilon_{t'} \\ \gamma_{tt} \\ \gamma_{\ell t'} \\ \gamma_{\ell t} \end{Bmatrix} = \overbrace{\begin{bmatrix} \frac{1}{E_\ell} & -\frac{\nu_{\ell t}}{E_\ell} & -\frac{\nu_{\ell t}}{E_\ell} & 0 & 0 & 0 \\ -\frac{\nu_{t\ell}}{E_t} & \frac{1}{E_t} & -\frac{\nu_{t\ell}}{E_t} & 0 & 0 & 0 \\ -\frac{\nu_{t'\ell}}{E_{t'}} & -\frac{\nu_{t't'}}{E_{t'}} & \frac{1}{E_{t'}} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_t} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{\ell t}} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & \frac{1}{G_{\ell t}} \end{bmatrix}}^{[S]} \begin{Bmatrix} \sigma_\ell \\ \sigma_t \\ \sigma_{t'} \\ \sigma_{tt} \\ \sigma_{\ell t'} \\ \sigma_{\ell t} \end{Bmatrix} \quad (\text{C.2})$$

La relation $S_{2323} = 2(S_{2222} - S_{2233})$ est vérifiée, ou encore $\frac{1}{G_t} = \frac{2(1 + \nu_t)}{E_t}$.

Relations analytiques des modules élastiques Les grandeurs E_ℓ , E_t , $\nu_{\ell t}$, $\nu_{t\ell}$, G_t et $G_{\ell t}$ présentent des expressions analytiques, qui sont utilisées en partie 3.4.3 de ce travail. Elles sont extraites de l'ouvrage [Berthelot, 2012]. Pour plus de détails sur l'origine des formules, le lecteur est invité à lire le chapitre 9 de ce document.

Le matériau composite est constitué d'une matrice, notée par l'indice m , et d'un renfort en fibres, noté f . La fraction volumique de fibre est notée V_f (ainsi, la fraction volumique de matrice est : $V_m = 1 - V_f$). Considérons, les modules de compressibilité k_m et k_f et les modules de cisaillement G_m et G_f qui s'expriment en fonction des modules d'Young E_m et E_f et des coefficients de Poisson ν_m et ν_f , tels que :

$$k_i = \frac{E_i}{3(1-2\nu_i)} \quad \text{avec } i = m, f \quad (\text{C.3})$$

$$G_i = \frac{E_i}{2(1+\nu_i)} \quad \text{avec } i = m, f \quad (\text{C.4})$$

Les expressions analytiques des modules élastiques sont les suivantes :

$$\begin{aligned} E_\ell &= E_m V_m + E_f V_f \\ \nu_{\ell t} &= \nu_m V_m + \nu_f V_f \\ G_t &= G_m + \frac{V_f}{\frac{1}{G_f - G_m} + \frac{V_m}{2G_m}} \\ G_{\ell t} &= G_m \frac{(G_f(1+V_f) + G_m(1-V_f))}{G_f(1-V_f) + G_m(1+V_f)} \\ E_t &= \frac{2}{\frac{1}{2K_L} + \frac{1}{2G_{\ell t}} + 2\frac{\nu_{\ell t}^2}{E_\ell}} \quad \text{avec } K_L = \frac{E_m}{2(1-2\nu_m)(1+\nu_m)} + \frac{V_f}{\frac{1}{k_f - k_m + \frac{1}{3}(G_f - G_m)} + \frac{1-V_f}{k_m + \frac{4}{3}G_m}} \\ \nu_t &= \frac{E_t}{2G_t} - 1 \end{aligned} \quad (\text{C.5})$$

Bibliographie

- [Aboulfaraj *et al.*, 1995] ABOULFARAJ, M., G'SELL, C., ULRICH, B. et DAHOUN, A. (1995). In situ observation of the plastic deformation of polypropylene spherulites under uniaxial tension and simple shear in the scanning electron microscope. *Polymer*, 36(4):731–742. (citation aux pages 11 et 15)
- [Aboulfaraj *et al.*, 1993] ABOULFARAJ, M., ULRICH, B., DAHOUN, A. et G'SELL, C. (1993). Spherulitic morphology of isotactic polypropylene investigated by scanning electron microscopy. *Polymer*, 34(23):4817–4825. (citation à la page 15)
- [Addiego, 2006] ADDIEGO, F. (2006). *Caractérisation de la variation volumique du polyéthylène au cours de la déformation plastique en traction et en fluage*. Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Lorraine - INPL. (citation à la page 93)
- [Addiego *et al.*, 2010] ADDIEGO, F., DI MARTINO, J., RUCH, D., DAHOUN, A., GODARD, O., LIPNIK, P. et BIEBUYCK, J.-J. (2010). Cavitation in unfilled and nano-CaCO₃ filled HDPE subjected to tensile test : Revelation, localization, and quantification. *Polymer Engineering and Science*, 50(2):278. (citation à la page 11)
- [Altendorf, 2011] ALTENDORF, H. (2011). *3D Morphological analysis and modeling of random fiber networks : applied on glass fiber reinforced composites*. Thèse de doctorat, MINES ParisTech ; Technische Universität Kaiserslautern-Allemagne. (citation aux pages 133, 134 et 153)
- [Argon, 1973] ARGON, A. (1973). A theory for the low-temperature plastic deformation of glassy polymers. *Philosophical Magazine*, 28(4):839–865. (citation à la page 29)
- [Ashouri Vajari, 2014] ASHOURI VAJARI, D. (2014). *Micromechanical Failure in Fiber-Reinforced Composites*. Thèse de doctorat, DTU Mechanical Engineering. (citation aux pages 119, 139, 169, 170, 172 et 190)
- [Asp, 1995] ASP, L. E. (1995). *Transverse failure initiation in polymer composites*. Thèse de doctorat, Luleå University of Technology, Sweden. (citation aux pages 118, 119, 125, 136, 163 et 169)
- [Aucher, 2009] AUCHER, J. (2009). *Étude comparative du comportement composites à matrice thermoplastique ou thermodurcissable*. Thèse de doctorat, INSA de Rouen. (citation à la page 121)
- [Axelsen, 1995] AXELSEN, M. S. (1995). *Quantitative Description of the Morphology and Microdamages of Composite Materials*. Thèse de doctorat, Institute of Mechanical Engineering, Aalborg University. (citation à la page 126)
- [Babout *et al.*, 2001] BABOUT, L., MAIRE, E., BUFFIÈRE, J.-Y. et FOUGERES, R. (2001). Characterization by X-ray computed tomography of decohesion, porosity growth and coalescence in model metal matrix composites. *Acta Materialia*, 49(11): 2055–2063. (citation à la page 31)
- [Badiche *et al.*, 2000] BADICHE, X., FOREST, S., GUIBERT, T., BIENVENU, Y., BARTOUT, J.-D., IENNY, P., CROSET, M. et BERNET, H. (2000). Mechanical properties and non-homogeneous deformation of open-cell nickel foams : application of the mechanics of cellular solids and of porous materials. *Materials Science and Engineering : A*, 289(1):276–288. (citation aux pages 202 et 203)
- [Bai *et al.*, 2015] BAI, X., BESSA, M. A., MELRO, A. R., CAMANHO, P. P., GUO, L. et LIU, W. K. (2015). High-fidelity micro-scale modeling of the thermo-visco-plastic behavior of carbon fiber polymer matrix composites. *Composite Structures*, 134:132–141. (citation aux pages 118, 119, 170, 171 et 172)
- [Baltà-Calleja et Peterlin, 1970] BALTÀ-CALLEJA, F. et PETERLIN, A. (1970). Plastic deformation of polypropylene. VI. Mechanism and properties. *Journal of Macromolecular Science, Part B : Physics*, 4(3):519–540. (citation aux pages 11, 12 et 14)
- [Barsoum et Faleskog, 2007] BARSOUM, I. et FALESKOG, J. (2007). Rupture mechanisms in combined tension and shear—experiments. *International Journal of Solids and Structures*, 44(6):1768–1786. (citation à la page 96)
- [Bartczak et Kozanecki, 2005] BARTCZAK, Z. et KOZANECKI, M. (2005). Influence of molecular parameters on high-strain deformation of polyethylene in the plane-strain compression. Part I. stress–strain behavior. *Polymer*, 46(19):8210–8221. (citation à la page 11)
- [Belec, 1995] BELEC, L. (1995). *Mise en évidence de la contribution des phases amorphe et cristalline dans la déformation du polyamide 11 et du polyamide 12 autour de la transition vitreuse*. Thèse de doctorat, Université de Poitiers. (citation à la page 21)

Bibliographie

- [Bergeret et Krawczak, 2006] BERGERET, A. et KRAWCZAK, P. (2006). Liaison renfort/matrice – définition et caractérisation. *Techniques de l'ingénieur*, (AM5305 – 1). (citation à la page 116)
- [Berthelot, 2012] BERTHELOT, J.-M. (2012). *Mécanique des Matériaux et Structures Composites*. <http://www.compomecagrimp.com/>. (citation aux pages 115, 118, 151, 152, 161, 218 et 237)
- [Besson, 2009a] BESSON, J. (2009a). Continuum models of ductile fracture : a review. *International Journal of Damage Mechanics*. (citation aux pages 65 et 71)
- [Besson, 2009b] BESSON, J. (2009b). Damage of ductile materials deforming under multiple plastic or viscoplastic mechanisms. *International Journal of Plasticity*, 25(11):2204–2221. (citation aux pages 71 et 73)
- [Besson et al., 2001a] BESSON, J., CAILLETAUD, G., CHABOCHE, J.-L. et FOREST, S. (2001a). *Mécanique non linéaire des matériaux*. Hermès, France. (citation à la page 65)
- [Besson et Foerch, 1997] BESSON, J. et FOERCH, R. (1997). Large scale object-oriented finite element code design. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 142:165–187. (citation aux pages 72 et 143)
- [Besson et al., 2001b] BESSON, J., STEGLICH, D. et BROCKS, W. (2001b). Modeling of crack growth in round bars and plane strain specimens. *International Journal of Solids and Structures*, 38(46):8259–8284. (citation aux pages 71, 72, 80 et 83)
- [Blaise, 2011] BLAISE, A. (2011). *Caractérisation microstructurale d'un PEHD semi-cristallin déformé, par tomographie X et diffusion de lumière polarisée*. Thèse de doctorat, Université Henri Poincaré – Nancy I. (citation aux pages 9, 15, 17, 38, 39, 42 et 63)
- [Blaise et al., 2010] BLAISE, A., BARAVIAN, C., ANDRÉ, S., DILLET, J., MICHOT, L. J. et MOKSO, R. (2010). Investigation of the mesostructure of a mechanically deformed HDPE by synchrotron microtomography. *Macromolecules*, 43(19):8143–8152. (citation aux pages 15, 17, 38, 39, 42 et 63)
- [Blaise et al., 2012] BLAISE, A., BARAVIAN, C., DILLET, J., MICHOT, L. J. et ANDRÉ, S. (2012). Characterization of the mesostructure of HDPE under "in situ" uniaxial tensile test by incoherent polarized steady-light transport. *Journal of Polymer Science Part B : Polymer Physics*, 50(5):328–337. (citation aux pages 15, 17, 38, 39 et 63)
- [Boas et Fleischmann, 2012] BOAS, F. E. et FLEISCHMANN, D. (2012). CT artifacts : Causes and reduction techniques. *Imaging Med.*, 4(2):229–240. (citation à la page 33)
- [Böhm, 2017] BÖHM, H. J. (2017). A short introduction to basic aspects of continuum micromechanics. *CDL-FMD Report 3 – 1998*, 3. (citation aux pages 113, 161 et 174)
- [Böhm et Rammerstorfer, 1995] BÖHM, H. J. et RAMMERSTORFER, F. G. (1995). Fiber arrangement effects on the microscale stresses of continuously reinforced MMCs. In *IUTAM Symposium on Microstructure-Property Interactions in Composite Materials*, pages 51–62. Springer. (citation aux pages 125, 131 et 162)
- [Boisot, 2009] BOISOT, G. (2009). *Mécanismes et modélisation mécanique de la déformation, de l'endommagement et de la rupture du PolyAmide 11 pur et renforcé choc*. Thèse de doctorat, MINES ParisTech. (citation aux pages 17, 21, 28, 66, 70, 74, 83 et 103)
- [Boisot et al., 2011] BOISOT, G., LAIARINANDRASANA, L., BESSON, J., FOND, C. et HOCHSTETTER, G. (2011). Experimental investigations and modeling of volume change induced by void growth in PolyAmide 11. *International Journal of Solids and Structures*, (48):2642–2654. (citation aux pages 17, 25, 66 et 103)
- [Bornert, 1996] BORNERT, M. (1996). *Morphologie microstructurale et comportement mécanique; caractérisations expérimentales, approches par bornes et estimations autocohérentes généralisées*. Thèse de doctorat, École Nationale des Ponts et Chaussées. (citation à la page 107)
- [Bornert et al., 2001a] BORNERT, M., BRETHERAU, T. et GILORMINI, P. (2001a). *Homogénéisation en mécanique des matériaux, Tome 1 : Matériaux aléatoires élastiques et milieux périodiques*. Hermes Science. (citation aux pages 107, 108, 150, 151 et 193)
- [Bornert et al., 2001b] BORNERT, M., BRETHERAU, T. et GILORMINI, P. (2001b). *Homogénéisation en mécanique des matériaux, Tome 2 : Comportements non linéaires et problèmes ouverts*. Hermes Science. (citation à la page 108)
- [Bradley et al., 2010] BRADLEY, R. S., MCNEIL, A. et WITHERS, P. J. (2010). An examination of phase retrieval algorithms as applied to phase contrast tomography using laboratory sources. *Proc. SPIE*, 7804:780404–780404–10. (citation à la page 33)
- [Bribiesca, 2000] BRIBIESCA, E. (2000). A measure of compactness for 3D shapes. *Computers & Mathematics with Applications*, 40(10):1275–1284. (citation à la page 52)
- [Bribiesca, 2008] BRIBIESCA, E. (2008). An easy measure of compactness for 2D and 3D shapes. *Pattern Recognition*, 41: 543–554. (citation à la page 52)
- [Bridgman, 1944] BRIDGMAN, P. (1944). The stress distribution at the neck of a tension specimen. *Trans. ASME*, 32:553–574. (citation aux pages 17, 18, 55 et 91)

- [Brown et Kramer, 1981] BROWN, H. R. et KRAMER, E. J. (1981). Craze microstructure from small-angle X-ray scattering (SAXS). *Journal of Macromolecular Science, Part B : Physics*, 19(3):487–522. (citation à la page 13)
- [Brusselle-Dupend *et al.*, 2011] BRUSSELLE-DUPEND, N., ROSENBERG, E. et ADRIEN, J. (2011). Characterization of cavitation development while tensile testing PVF2 using 3-D X-ray microtomography. *Materials Science and Engineering A*, 530:36–50. (citation aux pages 11, 17, 29, 47, 55, 62 et 63)
- [Bubeck *et al.*, 1991] BUBECK, R. A., BUCKLEY JR., D. J., KRAMER, E. J. et BROWN, H. R. (1991). Modes of deformation in rubber-modified thermoplastics during tensile impact. *Journal of Materials Science*, 26(23):6249–6259. (citation à la page 14)
- [Buffière *et al.*, 2010] BUFFIÈRE, J.-Y., MAIRE, E., ADRIEN, J., MASSE, J.-P. et BOLLER, E. (2010). *In Situ* experiments with X ray tomography : An attractive tool for experimental mechanics. *Experimental Mechanics*, 50:289–305. (citation à la page 31)
- [Buffière *et al.*, 1999] BUFFIÈRE, J.-Y., MAIRE, E., CLOETENS, P., LORMAND, G. et FOUGÈRES, R. (1999). Characterization of internal damage in a MMCp using X-ray synchrotron phase contrast microtomography. *Acta materialia*, 47(5):1613–1625. (citation aux pages 14 et 31)
- [Bullock *et al.*, 1985] BULLOCK, P., FEDOROFF, N., JONGERIUS, A., STOOPS, G., TURSINA, T. *et al.* (1985). *Handbook for soil thin section description*. Waine Research. (citation aux pages 52 et 53)
- [Buryachenko *et al.*, 2003] BURYACHENKO, V., PAGANO, N., KIM, R. et SPOWART, J. (2003). Quantitative description and numerical simulation of random microstructures of composites and their effective elastic moduli. *International Journal of Solids and Structures*, 40(1):47–72. (citation à la page 123)
- [Butler *et al.*, 1998] BUTLER, M., DONALD, A. et RYAN, A. (1998). Time resolved simultaneous small and wide-angle X-ray scattering during polyethylene deformation – II. Cold drawing of linear polyethylene. *Polymer*, 39:39–52. (citation aux pages 11, 12, 14, 15 et 16)
- [Camanho et Arreiro, 2017] CAMANHO, P. P. et ARTEIRO, A. (2017). Analysis models for polymer composites across different length scales. In *The Structural Integrity of Carbon Fiber Composites. Fifty Years of Progress and Achievement of the Science, Development, and Applications – Chapter 9*, pages 199–279. (citation aux pages 170 et 172)
- [Canal *et al.*, 2012a] CANAL, L. P., GONZÁLEZ, C., MOLINA-ALDAREGUÍA, J. M., SEGURADO, J. et LLORCA, J. (2012a). Application of digital image correlation at the microscale in fiber-reinforced composites. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 43(10):1630–1638. (citation aux pages 173 et 224)
- [Canal *et al.*, 2012b] CANAL, L. P., GONZÁLEZ, C., SEGURADO, J. et LLORCA, J. (2012b). Intraply fracture of fiber-reinforced composites : microscopic mechanisms and modeling. *Composites Science and Technology*, 72(11):1223–1232. (citation aux pages 175 et 177)
- [Canal *et al.*, 2009] CANAL, L. P., SEGURADO, J. et LLORCA, J. (2009). Failure surface of epoxy-modified fiber-reinforced composites under transverse tension and out-of-plane shear. *International Journal of Solids and Structures*, 46(11):2265–2274. (citation aux pages 118, 119, 169 et 170)
- [Canal Casado, 2011] CANAL CASADO, L. (2011). *Experimental and computational micromechanical study of fiber-reinforced polymers*. Thèse de doctorat, Universidad Politécnica de Madrid. (citation aux pages 118, 119, 139, 170, 172, 173, 175, 190 et 224)
- [Cantor *et al.*, 2003] CANTOR, B., DUNNE, F. P. et STONE, I. C. (2003). *Metal and ceramic matrix composites*. CRC Press. (citation à la page 117)
- [Cao et Bouchard, 2016] CAO, T.-S. et BOUCHARD, P.-O. (2016). Modélisation de l'endommagement ductile en mise en forme des métaux. *Techniques de l'ingénieur*, (M3033). (citation aux pages 66, 74 et 86)
- [Cao *et al.*, 2014] CAO, T.-S., MAIRE, E., VERDU, C., BOBADILLA, C., LASNE, P., MONTMITONNET, P. et BOUCHARD, P.-O. (2014). Characterization of ductile damage for a high carbon steel using 3D X-ray micro-tomography and mechanical tests–application to the identification of a shear modified GTN model. *Computational Materials Science*, 84:175–187. (citation à la page 70)
- [Cao *et al.*, 2015] CAO, T.-S., MAZIÈRE, M., DANAS, K. et BESSON, J. (2015). A model for ductile damage prediction at low stress triaxialities incorporating void shape change and void rotation. *International Journal of Solids and Structures*, 63:240 – 263. (citation aux pages 92, 96, 97, 100 et 103)
- [Cardona, 2000] CARDONA, J.-M. (2000). *Comportement et durée de vie des pièces multiperforées : application aux aubes de turbine*. Thèse de doctorat, MINES ParisTech. (citation aux pages 110, 114, 174, 175, 176 et 201)
- [Carrère, 2001] CARRÈRE, N. (2001). *Sur l'analyse multiéchelle des matériaux composites à matrice métallique : application au calcul de structure*. Thèse de doctorat, École Polytechnique. (citation à la page 114)
- [Castagnet et Debruck, 2007] CASTAGNET, S. et DEBRUCK, Y. (2007). Relative influence of microstructure and macroscopic triaxiality on cavitation damage in a semi-crystalline polymer. *Materials Science and Engineering A*, 448(1-2):56–66. (citation aux pages 11, 12, 14, 15, 17, 47 et 63)

Bibliographie

- [Castagnet *et al.*, 2000] CASTAGNET, S., GIRAULT, S., GACOUGNOLLE, J. et DANG, P. (2000). Cavitation in strained pvdf : mechanical and x-rays experimental studies. *Polymer*, 41:7523–7530. (citation aux pages 11, 12, 14, 15 et 47)
- [Cayzac *et al.*, 2013] CAYZAC, H., SAÏ, K. et LAIARINANDRASANA, L. (2013). Damage based constitutive relationships in semi-crystalline polymer by using multi-mechanisms model. *International Journal of Plasticity*, 51:47–64. (citation aux pages 11, 17, 25, 63 et 96)
- [Cayzac, 2014] CAYZAC, H.-A. (2014). *Analyses expérimentale et numérique de l'endommagement matriciel d'un matériau composite. Cas d'un pultrudé thermoplastique renforcé de fibres de verre*. Thèse de doctorat, MINES ParisTech. (citation aux pages 11, 21, 25, 28, 63, 66, 83, 84, 87, 96, 103, 117, 118, 119, 120, 121, 123, 126, 136, 139, 169, 170, 171, 172, 174, 213, 216, 217, 218 et 223)
- [Cech *et al.*, 2013] CECH, V., PALESCH, E. et LUKES, J. (2013). The glass fiber-polymer matrix interface/interphase characterized by nanoscale imaging techniques. *Composites Science and Technology*, 83:22–26. (citation aux pages 116 et 119)
- [Cessna, 1974] CESSNA, L. (1974). Dilatometric studies of polymers undergoing high and low rate tensile deformation. *Polymer Engineering & Science*, 14(10):696–701. (citation aux pages 15 et 47)
- [Challier *et al.*, 2006] CHALLIER, M., BESSON, J., LAIARINANDRASANA, L. et PIQUES, R. (2006). Damage and fracture of polyvinylidene fluoride (PVDF) at 20°C : Experiments and modelling. *Engineering Fracture Mechanics*, 73:79 – 90. (citation aux pages 17, 28 et 47)
- [Chaudemanche, 2013] CHAUDEMANCHE, S. (2013). *Caractérisation in situ de l'endommagement volumique par Spectroscopie Raman et rayons X de différents polypropylènes déformés en traction uniaxiale*. Thèse de doctorat, Université de Lorraine. (citation aux pages 9 et 15)
- [Cheng *et al.*, 2016] CHENG, Y., LAIARINANDRASANA, L., HELFEN, L., PROUDHON, H., KLINKOVA, O., BAUMBACH, T. et MORGENEYER, T. F. (2016). 3d damage micromechanisms in polyamide 6 ahead of a severe notch studied by in situ synchrotron laminography. *Macromolecular Chemistry and Physics*, 217:701–715. (citation aux pages 14 et 17)
- [Chermaneanu, 2012] CHERMANEANU, R. (2012). *Représentation de la variabilité des propriétés mécaniques d'un CMO à l'échelle microscopique : Méthodes de construction des distributions statistiques*. Thèse de doctorat, Université Bordeaux I. (citation aux pages 147 et 165)
- [Chevalier *et al.*, 2016] CHEVALIER, J., MORELLE, X., BAILLY, C., CAMANHO, P., PARDOEN, T. et LANI, F. (2016). Micro-mechanics based pressure dependent failure model for highly cross-linked epoxy resins. *Engineering Fracture Mechanics*, 158:1–12. (citation à la page 118)
- [Christensen et Lo, 1979] CHRISTENSEN, R. et LO, K. (1979). Solutions for effective shear properties in three phase sphere and cylinder models. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 27(4):315–330. (citation à la page 161)
- [Chu et Needleman, 1980] CHU, C. et NEEDLEMAN, A. (1980). Void nucleation effects in biaxially stretched sheets. *Journal of Engineering Materials and Technology*, 102(3):249–256. (citation à la page 70)
- [Cloetens, 1999] CLOETENS, P. (1999). *Contribution to Phase Contrast Imaging, Reconstruction and Tomography with Hard Synchrotron Radiation – Principles, Implementation and Applications*. Thèse de doctorat, Vrije Universiteit Brussel. (citation à la page 33)
- [Cloetens *et al.*, 1996] CLOETENS, P., BARRETT, R., BARUCHEL, J., GUIGAY, J.-P. et SCHLENKER, M. (1996). Phase objects in synchrotron radiation hard x-ray imaging. *Journal of Physics D : Applied Physics*, 29(1):133–146. (citation à la page 33)
- [Cloetens *et al.*, 1999] CLOETENS, P., LUDWIG, W., BARUCHEL, J., GUIGAY, J.-P., PERNOT-REJMIÁNKOVÁ, P., SALOMÉ-PATEYRON, M., SCHLENKER, M., BUFFIÈRE, J.-Y., MAIRE, E. et PEIX, G. (1999). Hard X-ray phase imaging using simple propagation of a coherent synchrotron radiation beam. *Journal of Physics D : Applied Physics*, 32(10A):145–151. (citation aux pages 14 et 15)
- [Costa et Cesar Jr, 2000] COSTA, L. et CESAR JR, R. M. (2000). *Shape analysis and classification : theory and practice*. CRC Press, Inc. (citation à la page 52)
- [Couégnat, 2008] COUÉGNAT, G. (2008). *Approche multiéchelle du comportement mécanique de matériaux composites à renfort tissé*. Thèse de doctorat, Université Bordeaux I. (citation aux pages 124 et 170)
- [Danas et Aravas, 2012] DANAS, K. et ARAVAS, N. (2012). Numerical modeling of elasto-plastic porous materials with void shape effects at finite deformations. *Composites Part B : Engineering*, 43(6):2544–2559. (citation aux pages 92, 97 et 100)
- [Danas et Castañeda, 2012] DANAS, K. et CASTAÑEDA, P. P. (2012). Influence of the Lode parameter and the stress triaxiality on the failure of elasto-plastic porous materials. *International Journal of Solids and Structures*, 49(11):1325–1342. (citation à la page 97)
- [Davies *et al.*, 2004] DAVIES, R. J., ZAFEIROPOULOS, N. E., SCHNEIDER, K., ROTH, S. V., BURGHAMMER, M., RIEKEL, C., KOTEK, J. C. et STAMM, M. (2004). The use of synchrotron X-ray scattering coupled with in situ mechanical testing for studying deformation and structural change in isotactic polypropylene. *Colloid and Polymer Science*, 282(8):854–866. (citation à la page 15)

- [Davis *et al.*, 1995] DAVIS, T., GAO, D., GUREYEV, T., STEVENSON, A. et WILKINS, S. (1995). Phase-contrast imaging of weakly absorbing materials using hard X-rays. *Nature*, 373(6515):595–598. (citation à la page 33)
- [Delloro, 2015] DELLORO, F. (2015). *Méthodes morphologique et par éléments finis combinées pour une nouvelle approche de la modélisation 3D du dépôt par projection dynamique par gaz froid ("cold spray")*. Thèse de doctorat, MINES ParisTech. (citation à la page 52)
- [Desmond et Weeks, 2009] DESMOND, K. W. et WEEKS, E. R. (2009). Random close packing of disks and spheres in confined geometries. *Physical Review E*, 80(5):051305. (citation à la page 123)
- [Devilliers, 2011] DEVILLIERS, C. (2011). *Dégradation chimique du PE et influence sur le comportement, l'endommagement et la rupture en fluage : Application à la durabilité d'une canalisation sous pression*. Thèse de doctorat, MINES ParisTech. (citation aux pages 66 et 103)
- [Dijkstra *et al.*, 2002] DIJKSTRA, P. T. S., VAN DIJK, D. J. et HUETINK, J. (2002). A microscopy study of the transition from yielding to crazing in polypropylene. *Polymer Engineering & Science*, 42(1):152–160. (citation à la page 15)
- [DIRECCTE, 2014] DIRECCTE (2014). (Direction Régionale des Entreprises, de la Concurrence, de la Consommation, du Travail et de l'Emploi) Île-de-France. <http://idf.direccte.gouv.fr/>. (citation à la page 119)
- [Dirrenberger, 2012] DIRRENBERGER, J. (2012). *Propriétés effectives de matériaux architecturés*. Thèse de doctorat, MINES ParisTech. (citation aux pages 110, 114, 133, 134, 147, 149, 151 et 202)
- [Dixon, 2002] DIXON, P. M. (2002). Ripley's K function. *Encyclopedia of Environmetrics*, vol. 3. John Wiley & Sons, Ltd., pages 1796–1803. (citation à la page 128)
- [Drapier, 2014] DRAPIER, S. (2014). *Mécanique des Composites Hautes Performances*. Département Mécanique et Procédés d'Élaboration. École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne. (citation à la page 107)
- [Drucker et Prager, 1952] DRUCKER, D. C. et PRAGER, W. (1952). Soil mechanics and plastic analysis or limit design. *Quarterly of applied mathematics*, 10(2):157–165. (citation à la page 65)
- [Drugan et Willis, 1996] DRUGAN, W. et WILLIS, J. (1996). A micromechanics-based nonlocal constitutive equation and estimates of representative volume element size for elastic composites. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 44(4):497–524. (citation à la page 122)
- [Dvorak, 1992] DVORAK, G. J. (1992). Transformation field analysis of inelastic composite materials. *In Proceedings of the Royal Society of London A : Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, volume 437, pages 311–327. The Royal Society. (citation aux pages 113 et 201)
- [Eshelby, 1957] ESHELBY, J. D. (1957). The determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion, and related problems. *In Proceedings of the Royal Society of London A : Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, volume 241, pages 376–396. The Royal Society. (citation à la page 113)
- [Farge *et al.*, 2013a] FARGE, L., ANDRÉ, S., MENEAU, E., DILLET, J. et CUNAT, C. (2013a). A common multiscale feature of the deformation mechanisms of a semicrystalline polymer. *Macromolecules*, 46(24):9659–9668. (citation à la page 38)
- [Farge *et al.*, 2013b] FARGE, L., ANDRÉ, S., PAWLAK, A., BARAVIAN, C., IRVINE, S. et PHILIPPE, A.-M. (2013b). A study of the deformation-induced whitening phenomenon for cavitating and non-cavitating semicrystalline polymers. *Journal of polymer science, Part B : Polymer physics*, 51:826–841. (citation aux pages 14, 15, 36 et 38)
- [Feder, 1980] FEDER, J. (1980). Random sequential adsorption. *Journal of Theoretical Biology*, 87(2):237–254. (citation à la page 123)
- [Feret, 1932] FERET, L. R. (1932). La grosseur des grains des matières pulvérulentes. *In Premières communications de la nouvelle Association Internationale Pour l'Essai Des Matériaux, Zurich, 6-12 septembre 1931, Groupe D, Editions A.I.E.M.*, pages 428–436. (citation à la page 51)
- [Ferreiro *et al.*, 2004] FERREIRO, V., DEPECKER, C., LAUREYNS, J. et COULON, G. (2004). Structures and morphologies of cast and plastically strained polyamide 6 films as evidenced by confocal raman microspectroscopy and atomic force microscopy. *Polymer*, 45(17):6013–6026. (citation à la page 15)
- [Ferreiro *et al.*, 2000] FERREIRO, V., PENNEC, Y., SEGUELA, R. et COULON, G. (2000). Shear banding in polyamide 6 films as revealed by atomic force microscopy. *Polymer*, 41(4):1561–1569. (citation à la page 15)
- [Feyel, 1999] FEYEL, F. (1999). Multiscale FE² elastoviscoplastic analysis of composite structures. *Computational Materials Science*, (16):344–354. (citation à la page 114)
- [Feyel et Chaboche, 2000] FEYEL, F. et CHABOCHE, J.-L. (2000). FE² multiscale approach for modelling the elastoviscoplastic behaviour of long fibre SiC/Ti composite materials. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, (183):309–330. (citation aux pages 114 et 151)
- [Fiedler *et al.*, 2001] FIEDLER, B., HOJO, M., OCHIAI, S., SCHULTE, K. et ANDO, M. (2001). Failure behavior of an epoxy matrix under different kinds of static loading. *Composites Science and Technology*, 61(11):1615–1624. (citation aux pages 170 et 172)

Bibliographie

- [Fond et G'sell, 2002] FOND, C. et G'SELL, C. (2002). Localisation des déformations et mécanismes d'endommagements dans les polymères multiphasés. *Mécanique & industries*, 3(5):431–438. (citation aux pages 11 et 12)
- [François *et al.*, 1993] FRANÇOIS, D., PINEAU, A. et ZAOUÏ, A. (1993). *Comportement mécanique des matériaux. Volume 2 : endommagement, mécanique de la rupture, mécanique du contact*. (citation à la page 18)
- [Friedrich, 1983] FRIEDRICH, K. (1983). Crazes and shear bands in semi-crystalline thermoplastics. *Advances in Polymer Science – Crazing in Polymers*, 52-53:225–274. (citation aux pages 10 et 12)
- [Fu *et al.*, 2003] FU, Q., MEN, Y. et STROBL, G. (2003). Understanding of the tensile deformation in HDPE/LDPE blends based on their crystal structure and phase morphology. *Polymer*, 44(6):1927–1933. (citation à la page 14)
- [Galeski *et al.*, 1988] GALESKI, A., ARGON, A. S. et COHEN, R. E. (1988). Changes in the morphology of bulk spherulitic nylon 6 due to plastic deformation. *Macromolecules*, 21 (9):2761 – 2770. (citation à la page 15)
- [Geuzaine et Remacle, 2009] GEUZAINE, C. et REMACLE, J.-F. (2009). Gmsh : A 3-D finite element mesh generator with built-in pre-and post-processing facilities. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, 79(11):1309–1331. (citation à la page 142)
- [Ghosh, 2011] GHOSH, S. (2011). *Micromechanical analysis and multi-scale modeling using the Voronoï cell finite element method*. CRC Press. (citation aux pages 126, 127, 128 et 131)
- [Ghossein et Lévesque, 2012] GHOSSEIN, E. et LÉVESQUE, M. (2012). A fully automated numerical tool for a comprehensive validation of homogenization models and its application to spherical particles reinforced composites. *International Journal of Solids and structures*, 49(11):1387–1398. (citation aux pages 123, 139 et 140)
- [Gitman, 2006] GITMAN, I. (2006). *Representative volumes and multi-scale modelling of quasi-brittle materials*. Thèse de doctorat, Delft University of Technology. (citation aux pages 122, 135 et 194)
- [Gitman *et al.*, 2007] GITMAN, I., ASKES, H. et SLUYS, L. (2007). Representative volume : existence and size determination. *Engineering fracture mechanics*, 74(16):2518–2534. (citation aux pages 122, 124, 135 et 194)
- [Gogolewski, 1979] GOGOLEWSKI, S. (1979). Effect of annealing on thermal properties and crystalline structure of polyamides. Nylon 11 (polyundecaneamide). *Colloid and Polymer Science Kolloid-Zeitschrift & Zeitschrift für Polymere*, 257:811–819. (citation à la page 20)
- [González et Llorca, 2007] GONZÁLEZ, C. et LLORCA, J. (2007). Mechanical behavior of unidirectional fiber-reinforced polymers under transverse compression : microscopic mechanisms and modeling. *Composites Science and Technology*, 67(13):2795–2806. (citation aux pages 119, 170, 172 et 174)
- [González *et al.*, 2017] GONZÁLEZ, C., VILATELA, J., MOLINA-ALDAREGUÍA, J., LOPES, C. et LLORCA, J. (2017). Structural composites for multifunctional applications : current challenges and future trends. *Progress in Materials Science*. (citation aux pages 1, 119 et 174)
- [Gourier, 2016] GOURIER, C. (2016). *Contribution à l'étude de matériaux biocomposites à matrice thermoplastique polyamide-11 et renforcés par des fibres de lin*. Thèse de doctorat, Université de Bretagne Sud. (citation aux pages 116 et 166)
- [Green, 1972] GREEN, R. (1972). A plasticity theory for porous solids. *International Journal of Mechanical Sciences*, 14(4): 215–224. (citation à la page 203)
- [G'sell, 1995] G'SELL, C. (1995). Lois de comportement mécanique des polymères solides. *Introduction à la mécanique des polymères, Presses de l'Institut National Polytechnique de Lorraine, Nancy*, pages 141–168. (citation aux pages 10 et 17)
- [G'sell et Dahoun, 1994] G'SELL, C. et DAHOUN, A. (1994). Evolution of microstructure in semi-crystalline polymers under large plastic deformation. *Materials Science and Engineering, A*, (175):183–199. (citation aux pages 9, 12 et 17)
- [G'Sell et Haudin, 1995] G'SELL, C. et HAUDIN, J.-M. (1995). Structures et morphologies des polymères semi-cristallins. *Introduction à la mécanique des polymères, Presses de l'Institut National Polytechnique de Lorraine, Nancy*, pages 97–115. (citation aux pages 8 et 9)
- [Gurson, 1977] GURSON, A. (1977). Continuum theory of ductile rupture by void nucleation and growth. Part I : yield criteria and flow rules for porous ductile media. *Journal of Engineering Materials and Technology*, 99:2–15. (citation aux pages 66, 67 et 68)
- [Hardiman *et al.*, 2015] HARDIMAN, M., VAUGHAN, T. et MCCARTHY, C. (2015). Fibrous composite matrix characterisation using nanoindentation : The effect of fibre constraint and the evolution from bulk to in-situ matrix properties. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 68:296–303. (citation aux pages 116, 119, 139 et 172)
- [Hashin, 1983] HASHIN, Z. (1983). Analysis of composite materials – a survey. *Journal of Applied Mechanics*, 50(3):481–505. (citation aux pages 108, 110 et 121)
- [Hashin et Shtrikman, 1963] HASHIN, Z. et SHTRIKMAN, S. (1963). A variational approach to the theory of the elastic behaviour of multiphase materials. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 11(2):127–140. (citation à la page 113)

- [Haudin, 2008] HAUDIN, J.-M. (2008). *Matériaux pour l'ingénieur – Chapitres 4 et 8*. <http://mms2.ensmp.fr/ressources/>. (citation aux pages 7 et 8)
- [Haudin et G'Sell, 1995] HAUDIN, J.-M. et G'SELL, C. (1995). Mécanismes microscopiques de déformation des polymères semi-cristallins. *Introduction à la mécanique des polymères, Presses de l'Institut National Polytechnique de Lorraine, Nancy*, pages 251–273. (citation aux pages 9, 10, 11 et 12)
- [Hazanov, 1998] HAZANOV, S. (1998). Hill condition and overall properties of composites. *Archive of Applied Mechanics*, 68(6):385–394. (citation à la page 111)
- [Henning *et al.*, 2004] HENNING, S., ADHIKARI, R., MICHLER, G. H., CALLEJA, F. J. B. et KARGER-KOCSIS, J. (2004). Micromechanical mechanisms for toughness enhancement in β -modified polypropylene. *In Macromolecular Symposia*, volume 214, pages 157–172. (citation à la page 15)
- [Hermans et Weidinger, 1961] HERMANS, P. H. et WEIDINGER, A. (1961). On the determination of the crystalline fraction of polyethylenes from X-ray diffraction. *Die Makromolekulare Chemie*, 44(1):24–36. (citation à la page 9)
- [Herráez *et al.*, 2016] HERRÁEZ, M., GONZÁLEZ, C., LOPES, C., de VILLORIA, R. G., LLORCA, J., VARELA, T. et SÁNCHEZ, J. (2016). Computational micromechanics evaluation of the effect of fibre shape on the transverse strength of unidirectional composites : an approach to virtual materials design. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 91:484–492. (citation aux pages 119, 170 et 224)
- [Herráez *et al.*, 2015] HERRÁEZ, M., MORA, D., NAYA, E., LOPES, C. S., GONZÁLEZ, C. et LLORCA, J. (2015). Transverse cracking of cross-ply laminates : A computational micromechanics perspective. *Composites Science and Technology*, 110:196–204. (citation aux pages 119, 170, 175 et 176)
- [Hervé-Luanco et Joannès, 2016] HERVÉ-LUANCO, E. et JOANNÈS, S. (2016). Multiscale modelling of transport phenomena for materials with n-layered embedded fibres. Part I : Analytical and numerical-based approaches. *International Journal of Solids and Structures*, 97:625–636. (citation à la page 166)
- [Hill, 1963] HILL, R. (1963). Elastic properties of reinforced solids : some theoretical principles. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 11(5):357–372. (citation à la page 121)
- [Hill, 1965] HILL, R. (1965). A self-consistent mechanics of composite materials. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 13(4):213–222. (citation à la page 113)
- [Hill, 1967] HILL, R. (1967). The essential structure of constitutive laws for metal composites and polycrystals. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 15(2):79–95. (citation à la page 111)
- [Hobbiebrunken *et al.*, 2006] HOBBIEBRUNKEN, T., HOJO, M., ADACHI, T., DE JONG, C. et FIEDLER, B. (2006). Evaluation of interfacial strength in CF/epoxies using FEM and in-situ experiments. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 37(12):2248–2256. (citation aux pages 119, 172, 174 et 187)
- [Hobbiebrunken *et al.*, 2008] HOBBIEBRUNKEN, T., HOJO, M., JIN, K. et HA, S. (2008). Influence of non-uniform fiber arrangement on microscopic stress and failure initiation in thermally and transversely loaded CF/epoxy laminated composites. *Composites Science and Technology*, 68(15):3107–3113. (citation aux pages 119, 131 et 172)
- [Hojo *et al.*, 2009] HOJO, M., MIZUNO, M., HOBBIEBRUNKEN, T., ADACHI, T., TANAKA, M. et HA, S. K. (2009). Effect of fiber array irregularities on microscopic interfacial normal stress states of transversely loaded UD-CFRP from viewpoint of failure initiation. *Composites Science and Technology*, 69(11):1726–1734. (citation aux pages 119, 123, 125, 126, 131, 169, 172 et 187)
- [Hough, 1962] HOUGH, P. (1962). Method and means for recognizing complex patterns. US Patent 3,069,654. (citation à la page 145)
- [Hsieh, 2009] HSIEH, J. (2009). *Computed tomography : principles, design, artifacts, and recent advances*. Second edition. Bellingham, Washington, USA. *SPIE*. (citation aux pages 30 et 33)
- [Huang *et al.*, 2008] HUANG, Y., JIN, K. K. et HA, S. K. (2008). Effects of fiber arrangement on mechanical behavior of unidirectional composites. *Journal of composite materials*, 42(18):1851–1871. (citation aux pages 125 et 169)
- [Huet, 1990] HUET, C. (1990). Application of variational concepts to size effects in elastic heterogeneous bodies. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 38(6):813–841. (citation aux pages 111, 122 et 156)
- [Hughes *et al.*, 1997] HUGHES, D., MAHENDRASINGAM, A., OATWAY, W., HEELEY, E., MARTIN, C. et FULLER, W. (1997). A simultaneous saxs/waxs and stress-strain study of polyethylene deformation at high strain rates. *Polymer*, 38:6261–6432. (citation à la page 14)
- [Humbert *et al.*, 2010] HUMBERT, S., LAME, O., CHENAL, J., ROCHAS, C. et VIGIER, G. (2010). New insight on initiation of cavitation in semicrystalline polymers : in-situ SAXS measurements. *Macromolecules*, 43(17):7212–7221. (citation aux pages 10, 11, 14, 15, 16, 57, 62 et 63)
- [Idiart *et al.*, 2006] IDIART, M., MOULINEC, H., CASTAÑEDA, P. P. et SUQUET, P. (2006). Macroscopic behavior and field fluctuations in viscoplastic composites : second-order estimates versus full-field simulations. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 54(5):1029–1063. (non cité)

Bibliographie

- [Iltchev, 2014] ILTCHÉV, A. (2014). *Homogénéisation périodique d'un matériau cellulaire en élasto-plasticité et application au calcul de structures : des petites aux grandes déformations*. Thèse de doctorat, MINES ParisTech. (citation aux pages 110, 114, 151, 174, 175, 176, 179, 201, 202, 203 et 205)
- [Iltchev et al., 2015] ILTCHÉV, A., MARCADON, V., KRUCH, S. et FOREST, S. (2015). Computational homogenisation of periodic cellular materials : Application to structural modelling. *International Journal of Mechanical Sciences*, 93:240–255. (citation aux pages 202, 203 et 205)
- [Inoue, 1963] INOUE, M. (1963). Studies on crystallization of high polymers by differential thermal analysis. *Journal of Polymer Science Part A : General Papers*, 1(8):2697–2709. (citation à la page 24)
- [ISO14129, 2012] ISO14129 (2012). Composites plastiques renforcés de fibres – détermination de la réponse contrainte-déformation en cisaillement plan, module et résistance compris, par essai de traction à plus ou moins 45 degrés. *Normes ISO*. (citation à la page 217)
- [Jean, 2009] JEAN, A. (2009). *Étude d'un élastomère chargé, de la nanostructure au macro-comportement*. Thèse de doctorat, MINES ParisTech. (citation à la page 131)
- [Jeulin, 1981] JEULIN, D. (1981). Mathematical morphology and multiphase materials. *In Proceedings 3rd European Symposium on Stereology, Ljubljana*, pages 265–286. (citation à la page 130)
- [Jeulin, 2011] JEULIN, D. (2011). Variance scaling of Boolean random varieties. Rapport technique. (citation à la page 133)
- [Jeulin et al., 2004] JEULIN, D., KANIT, T. et FOREST, S. (2004). Representative Volume Element : A statistical point of view. *In Continuum Models and Discrete Systems*, pages 21–27. (citation à la page 135)
- [Joannès et Hervé-Luanco, 2016] JOANNÈS, S. et HERVÉ-LUANCO, E. (2016). Multiscale modelling of transport phenomena for materials with n-layered embedded fibres. Part II : Investigation of fibre packing effects. *International Journal of Solids and Structures*, 97:566–574. (citation à la page 166)
- [Joliff et al., 2014] JOLIFF, Y., REKIK, W., BELEC, L. et CHAILAN, J. (2014). Study of the moisture/stress effects on glass fibre/epoxy composite and the impact of the interphase area. *Composite Structures*, 108:876–885. (citation aux pages 116, 119, 139 et 172)
- [Jolly, 2000] JOLLY, L. (2000). *Analyse de la microstructure du polyamide 11 par diffusion des rayons X. Application à une déformation uniaxiale*. Thèse de doctorat, Université de Metz. (citation aux pages 9, 20 et 21)
- [Jolly et al., 2002] JOLLY, L., TIDU, A., HEIZMANN, J.-J. et BOLLE, B. (2002). Microstructure evolution in polyamide PA11 under small uniaxial extension. *Polymer*, 43(25):6839–6851. (citation aux pages 20 et 21)
- [Jones et al., 2016] JONES, E., OLIPHANT, T., PETERSON, P. et al. (2001–2016). SciPy : Open source scientific tools for Python. <http://www.scipy.org/>. (citation à la page 44)
- [Kanit, 2003] KANIT, T. (2003). *Notion de Volume Élémentaire Représentatif pour les matériaux hétérogènes : approche statistique et numérique*. Thèse de doctorat, MINES ParisTech. (citation aux pages 110, 122, 124, 131, 132, 133 et 135)
- [Kanit et al., 2003] KANIT, T., FOREST, S., GALLIET, I., MOUNOURY, V. et JEULIN, D. (2003). Determination of the size of the Representative Volume Element for random composites : statistical and numerical approach. *International Journal of Solids and Structures*, 40(13):3647–3679. (citation aux pages 122, 124, 131, 133 et 135)
- [Kanit et al., 2006] KANIT, T., N'GUYEN, E., FOREST, S., JEULIN, D., REED, M. et SINGLETON, S. (2006). Apparent and effective physical properties of heterogeneous materials : representativity of samples of two materials from food industry. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 195(33):3960–3982. (citation aux pages 133 et 135)
- [Kanouté et al., 2009] KANOUTÉ, P., BOSO, D., CHABOCHE, J. et SCHREFLER, B. (2009). Multiscale methods for composites : a review. *Archives of Computational Methods in Engineering*, 16(1):31–75. (citation aux pages 113 et 174)
- [Kari et al., 2007] KARI, S., BERGER, H., RODRIGUEZ-RAMOS, R. et GABBERT, U. (2007). Computational evaluation of effective material properties of composites reinforced by randomly distributed spherical particles. *Composite Structures*, 77(2):223–231. (citation à la page 123)
- [Kaulich et al., 2006] KAULICH, B., KISKINOV, M., MANCINI, L., MENK, R. H., RIGON, L., TUNIZ, C., TROMBA, G., WILKINS, S. W. et ZANINI, F. (2006). Trieste - Melbourne cooperation in advanced imaging with synchrotron radiation. *Bollettino della Comunità Scientifica in Australasia*. <http://mlab.ictp.it/imaging/research.html>. (citation à la page 33)
- [Khachiyan et Todd, 1993] KHACHIYAN, L. G. et TODD, M. J. (1993). On the complexity of approximating the maximal inscribed ellipsoid for a polytope. *Mathematical Programming*, 61(1):137–159. (citation à la page 52)
- [Knight et al., 2003] KNIGHT, M., WROBEL, L. et HENSHALL, J. (2003). Micromechanical response of fibre-reinforced materials using the boundary element technique. *Composite structures*, 62(3):341–352. (citation aux pages 162 et 163)
- [Koyanagi et al., 2014] KOYANAGI, J., OGIHARA, S., NAKATANI, H., OKABE, T. et YONEYAMA, S. (2014). Mechanical properties of fiber/matrix interface in polymer matrix composites. *Advanced Composite Materials*, 23(5-6):551–570. (citation aux pages 116 et 172)

- [Lachaud et Michel, 1997] LACHAUD, F. et MICHEL, L. (1997). À l'étude de l'endommagement de matériaux composites carbonés à matrice therm durcissable et thermoplastique. *Mécanique Industrielle et Matériaux*, 50(2):52–57. (citation à la page 121)
- [Lafarge, 2004] LAFARGE, M. (2004). *Modélisation couplée comportement endommagement et critères de rupture dans le domaine de la transition du PVDF*. Thèse de doctorat, MINES ParisTech. (citation aux pages 17, 47, 66, 70, 74, 78, 93 et 103)
- [Lafarie-Frenot et Touchard, 1994] LAFARIE-FRENOT, M. et TOUCHARD, F. (1994). Comparative in-plane shear behaviour of long-carbon-fibre composites with thermoset or thermoplastic matrix. *Composites Science and Technology*, 52(3):417–425. (citation à la page 121)
- [Laiarinandrasana, 2016] LAIARINANDRASANA, L. (2016). *Communication privée*. (citation à la page 36)
- [Laiarinandrasana et al., 2009] LAIARINANDRASANA, L., BESSON, J., LAFARGE, M. et HOCHSTETTER, G. (2009). Temperature dependant mechanical behaviour of PVDF : experiments and numerical modelling. *International Journal of Plasticity*, 25:1301–1324. (citation à la page 17)
- [Laiarinandrasana et al., 2016a] LAIARINANDRASANA, L., KLINKOVA, O., NGUYEN, F., PROUDHON, H., MORGENEYER, T. F. et LUDWIG, W. (2016a). Three dimensional quantification of anisotropic void evolution in deformed semi-crystalline polyamide 6. *International Journal of Plasticity*, 83:19–36. (citation aux pages 11, 13, 14, 17, 29, 36, 48 et 49)
- [Laiarinandrasana et al., 2012] LAIARINANDRASANA, L., MORGENEYER, T. F., PROUDHON, H., N'YUYEN, F. et MAIRE, E. (2012). Effect of multiaxial stress state on morphology and spatial distribution of voids in deformed semicrystalline polymer assessed by x-ray tomography. *Macromolecules*, 45:4658–4668. (citation aux pages 11, 17, 36, 95 et 96)
- [Laiarinandrasana et al., 2010] LAIARINANDRASANA, L., MORGENEYER, T. F., PROUDHON, H. et REGRAIN, C. (2010). Damage of semicrystalline polyamide 6 assessed by 3D X-ray tomography : From microstructural evolution to constitutive modeling. *Journal of Polymer Science Part B : Polymer Physics*, 48(13):1516–1525. (citation aux pages 11, 14, 17, 29 et 36)
- [Laiarinandrasana et al., 2016b] LAIARINANDRASANA, L., SELLES, N., KLINKOVA, O., MORGENEYER, T. F., PROUDHON, H. et HELFEN, L. (2016b). Structural versus microstructural evolution of semi-crystalline polymers during necking under tension : Influence of the skin-core effects, the relative humidity and the strain rate. *Polymer Testing*, 55:297–309. (citation aux pages 29, 63, 76 et 96)
- [Landis et Keane, 2010] LANDIS, E. N. et KEANE, D. T. (2010). X-ray microtomography. *Materials characterization*, 61(12):1305–1316. (citation à la page 30)
- [Lantuéjoul, 1991] LANTUÉJOUL, C. (1991). Ergodicity and integral range. *Journal of Microscopy*, 161(3):387–403. (citation aux pages 133 et 134)
- [Lebail, 2001] LEBAIL, H. (2001). *Caractérisations microscopiques et tomographiques de microstructures de matériaux composites et étude des relations aux propriétés élastiques associées*. Thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon. (citation à la page 113)
- [Lefèbre, 2002] LEFÈBRE, X. (2002). *Fissuration fragile lente du Polyamide 11 : mécanismes et durées de vie en fluage*. Thèse de doctorat, MINES ParisTech. (citation aux pages 9, 21, 22, 66, 73 et 103)
- [Lemaitre, 1985] LEMAITRE, J. (1985). A continuous damage mechanics model for ductile fracture. *Transactions of the ASME. Journal of Engineering Materials and Technology*, 107(1):83–89. (citation à la page 65)
- [Li, 2001] LI, S. (2001). General unit cells for micromechanical analyses of unidirectional composites. *Composites Part A : applied science and manufacturing*, 32(6):815–826. (citation à la page 125)
- [Liu et Ghoshal, 2014] LIU, K. C. et GHOSHAL, A. (2014). Validity of random microstructures simulation in fiber-reinforced composite materials. *Composites Part B : Engineering*, 57:56–70. (citation aux pages 122, 127, 128, 144 et 147)
- [Llorca et al., 2011] LLORCA, J., GONZÁLEZ, C., MOLINA-ALDAREGUÍA, J. M., SEGURADO, J., SELTZER, R., SKET, E., RODRÍGUEZ, M., SÁDABA, S., MUÑOZ, R. et CANAL, L. P. (2011). Multiscale modeling of composite materials : a roadmap towards virtual testing. *Advanced Materials*, 23(44):5130–5147. (citation aux pages 1 et 170)
- [Lopes et al., 2016] LOPES, C., GONZÁLEZ, C., FALCÓ, O., NAYA, F., LLORCA, J. et TIJS, B. (2016). Multiscale virtual testing : the roadmap to efficient design of composites for damage resistance and tolerance. *CEAS Aeronautical Journal*, 7(4):607–619. (citation aux pages 1 et 2)
- [Lubachevsky, 1991] LUBACHEVSKY, B. D. (1991). How to simulate billiards and similar systems. *Journal of Computational Physics*, 94(2):255–283. (citation aux pages 123 et 140)
- [Lubachevsky et Stillinger, 1990] LUBACHEVSKY, B. D. et STILLINGER, F. H. (1990). Geometric properties of random disk packings. *Journal of Statistical Physics*, 60(5-6):561–583. (citation à la page 123)
- [Madi et al., 2006] MADI, K., FOREST, S., JEULIN, D. et BOUSSUGE, M. (2006). Estimating rve sizes for 2d/3d viscoplastic composite materials. *In Matériaux 2006*. (citation aux pages 135 et 194)

Bibliographie

- [Magill, 1969] MAGILL, J. (1969). Formation of spherulities in polyamides. IV. Even-odd polyamides and poly (ω -aminocarboxylic acids). *Journal of Polymer Science Part A-2 : Polymer Physics*, 7(1):123–142. (citation aux pages 8, 20 et 22)
- [Maire *et al.*, 2016] MAIRE, E., LHUISSIER, P. et SALVO, L. (2016). Tomographie aux rayons X synchrotron appliquée à la science des matériaux. *Techniques de l'ingénieur*, (M4398 V1):1–16. (citation à la page 30)
- [Maire et Withers, 2014] MAIRE, E. et WITHERS, P. J. (2014). Quantitative X-ray tomography. *International Materials Reviews*, 59(1):1–43. (citation aux pages 30 et 33)
- [Marigo *et al.*, 1987] MARIGO, J., MIALON, P., MICHEL, J. et SUQUET, P. (1987). Plasticité et homogénéisation : un exemple de prévision des charges limites d'une structure hétérogène périodique. *Journal de Mécanique Théorique et Appliquée*, 6(1):47–75. (citation à la page 110)
- [Matheron, 1971] MATHERON, G. (1971). *The theory of regionalized variables and its applications*, volume 5. MINES ParisTech. (citation aux pages 130 et 133)
- [Matheron, 1989] MATHERON, G. (1989). Estimating and choosing. an essay on probability in practice. (citation à la page 133)
- [Matsuda *et al.*, 2003] MATSUDA, T., OHNO, N., TANAKA, H. et SHIMIZU, T. (2003). Effects of fiber distribution on elastic-viscoplastic behavior of long fiber-reinforced laminates. *International Journal of Mechanical Sciences*, 45(10):1583–1598. (citation aux pages 125, 126 et 131)
- [McCarthy et Vaughan, 2015] MCCARTHY, C. et VAUGHAN, T. (2015). Micromechanical failure analysis of advanced composite materials. *Numerical Modelling of Failure in Advanced Composite Materials – Chapter 14*, pages 379–409. (citation aux pages 118, 119, 122, 136, 170, 171, 172, 188 et 190)
- [Melro *et al.*, 2008] MELRO, A., CAMANHO, P. et PINHO, S. (2008). Generation of random distribution of fibres in long-fibre reinforced composites. *Composites Science and Technology*, 68(9):2092–2102. (citation aux pages 119, 122, 123, 126, 127, 128, 129, 130 et 169)
- [Melro *et al.*, 2012] MELRO, A., CAMANHO, P. et PINHO, S. (2012). Influence of geometrical parameters on the elastic response of unidirectional composite materials. *Composite Structures*, 94(11):3223–3231. (citation aux pages 119, 125, 131, 150 et 157)
- [Melro *et al.*, 2013] MELRO, A., CAMANHO, P., PIRES, F. A. et PINHO, S. (2013). Micromechanical analysis of polymer composites reinforced by unidirectional fibres : Part II–micromechanical analyses. *International Journal of Solids and Structures*, 50(11):1906–1915. (citation aux pages 119, 170, 171, 172, 174 et 190)
- [Melro, 2013] MELRO, A. R. d. O. S. (2013). Analytical and numerical modelling of damage and fracture of advanced composites. (citation aux pages 119, 125, 139, 170, 171 et 172)
- [Meurs, 1998] MEURS, P. F. M. (1998). *Characterisation of microphenomena in transversely loaded composite materials*. Thèse de doctorat, Technische Universiteit Eindhoven. (citation aux pages 21, 119 et 136)
- [Michel et Suquet, 2003] MICHEL, J.-C. et SUQUET, P. (2003). Nonuniform transformation field analysis. *International Journal of Solids and Structures*, 40(25):6937–6955. (citation à la page 113)
- [Michel, 2012] MICHEL, J.-M. (2012). Contribution à l'histoire industrielle des polymères en France - les PolyAmides 11 et 12 : les Rilsans. *Société Chimique de France*. <http://www.societechimiquedefrance.fr/>. (citation à la page 19)
- [Michiel *et al.*, 2013] MICHIEL, M. D., CLOETENS, P., SALVO, L. et MAIRE, E. (2013). Tomographie à rayons X appliquée à l'étude des matériaux. *Techniques de l'ingénieur*, in20:1–16. (citation à la page 30)
- [Mirone *et al.*, 2013] MIRONE, A., BRUN, E., GOUILLART, E., TAFFOREAU, P. et KIEFFER, J. (2013). The pyhst2 hybrid distributed code for high speed tomographic reconstruction with iterative reconstruction and a priori knowledge capabilities. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B : Beam Interactions with Materials and Atoms*, 324:41–48. (citation à la page 32)
- [Missoum-Benziane *et al.*, 2011] MISSOUM-BENZIANE, D., CHIARUTTINI, V., GARAUD, J., FEYEL, F., FOERCH, R., OSIPOV, N., QUILICI, S., RANNOU, J., ROOS, A. et RYCKELYNCK, D. (2011). Z-set/ZéBuLon : une suite logicielle pour la mécanique des matériaux et le calcul de structures. *10e Colloque National en Calcul des Structures*. (citation aux pages 72 et 151)
- [Molinari et G'sell, 1995] MOLINARI, A. et G'SELL, C. (1995). Instabilités plastiques dans les polymères. *Introduction à la mécanique des polymères*, Presses de l'Institut National Polytechnique de Lorraine, Nancy, pages 321–344. (citation à la page 10)
- [Mollova *et al.*, 2013] MOLLOVA, A., ANDROSCH, R., MILEVA, D., SCHICK, C. et BENHAMIDA, A. (2013). Effect of supercooling on crystallization of polyamide 11. *Macromolecules*, 46(3):828–835. (citation aux pages 20 et 22)
- [Morgeneyer *et al.*, 2014] MORGENEYER, T. F., PROUDHON, H., CLOETENS, P., LUDWIG, W., ROIRAND, Q., LAIRINANDRASANA, L. et MAIRE, E. (2014). Nanovoid morphology and distribution in deformed hdpe studied by magnified synchrotron radiation holotomography. *Polymer*, 55:6439–6443. (citation aux pages 15, 17 et 29)

- [Mori et Tanaka, 1973] MORI, T. et TANAKA, K. (1973). Average stress in matrix and average elastic energy of materials with misfitting inclusions. *Acta Metallurgica*, 21(5):571–574. (citation à la page 113)
- [Moshtagh, 2006] MOSHTAGH, N. (2006). Minimum volume enclosing ellipsoid. (citation à la page 52)
- [Moulinec et Suquet, 1998] MOULINEC, H. et SUQUET, P. (1998). A numerical method for computing the overall response of nonlinear composites with complex microstructure. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 157(1-2):69–94. (citation à la page 113)
- [Nahshon et Hutchinson, 2008] NAHSHON, K. et HUTCHINSON, J. (2008). Modification of the Gurson model for shear failure. *European Journal of Mechanics-A/Solids*, 27(1):1–17. (citation à la page 74)
- [Naqui et Robinson, 1993] NAQUI, S. et ROBINSON, I. (1993). Tensile dilatometric studies of deformation in polymeric materials and their composites. *Journal of Materials Science*, 28(6):1421–1429. (citation aux pages 15 et 47)
- [Naya *et al.*, 2017] NAYA, F., GONZÁLEZ, C., LOPES, C., Van der VEEN, S. et PONS, F. (2017). Computational micromechanics of the transverse and shear behavior of unidirectional fiber reinforced polymers including environmental effects. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 92:146–157. (citation aux pages 119, 170, 172 et 190)
- [Naya *et al.*, 2015] NAYA, F., LOPES, C., GONZÁLEZ, C. et LLORCA, J. (2015). Computational micromechanics strategies for the analysis of failure in unidirectional composites. *Numerical Modelling of Failure in Advanced Composite Materials – Chapter 15*, pages 411–433. (citation aux pages 119, 139, 170, 172, 190 et 224)
- [Naylor *et al.*, 2017] NAYLOR, R., FAGIANO, C., HIRSEKORN, M., TRANQUART, B., RENOLLET, Y., HILD, F. et BARANGER, E. (2017). Mesures de champs de déplacement par corrélations d’images pour l’identification de modèles mécaniques microscopiques de composites à matrice polymère. *Journées Nationales sur les Composites 20 - École des Ponts ParisTech*. (citation aux pages 172, 173, 190 et 224)
- [Needleman et Tvergaard, 1984] NEEDLEMAN, A. et TVERGAARD, V. (1984). An analysis of ductile rupture in notched bars. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 32(6):461–490. (citation aux pages 66 et 69)
- [Nelder et Mead, 1965] NELDER, J. A. et MEAD, R. (1965). A simplex method for function minimization. *The Computer Journal*, 7(4):308–313. (citation aux pages 77, 98 et 207)
- [Nguyen *et al.*, 2012] NGUYEN, V.-D., BÉCHET, E., GEUZAIN, C. et NOELS, L. (2012). Imposing periodic boundary condition on arbitrary meshes by polynomial interpolation. *Computational Materials Science*, 55:390–406. (citation à la page 124)
- [Nguyen *et al.*, 2011] NGUYEN, V. P., STROEVEN, M. et SLUYS, L. J. (2011). Multiscale continuous and discontinuous modeling of heterogeneous materials : a review on recent developments. *Journal of Multiscale Modelling*, 3(04):229–270. (citation aux pages 113, 135 et 174)
- [Okabe *et al.*, 2011] OKABE, T., NISHIKAWA, M. et TOYOSHIMA, H. (2011). A periodic unit-cell simulation of fiber arrangement dependence on the transverse tensile failure in unidirectional carbon fiber reinforced composites. *International Journal of Solids and Structures*, 48(20):2948–2959. (citation aux pages 118, 119, 125, 131, 172 et 187)
- [Ostergaard *et al.*, 2011] OSTERGAARD, M. G., IBBOTSON, A. R., LE ROUX, O. et PRIOR, A. M. (2011). Virtual testing of aircraft structures. *CEAS Aeronautical Journal*, 1(1-4):83. (citation à la page 1)
- [Ostoja-Starzewski, 2006] OSTOJA-STARZEWSKI, M. (2006). Material spatial randomness : From statistical to representative volume element. *Probabilistic Engineering Mechanics*, 21(2):112–132. (citation aux pages 122 et 133)
- [Otsu, 1979] OTSU, N. (1979). A threshold selection method from gray-level histograms. *IEEE transactions on systems, man, and cybernetics*, 9(1):62–66. (citation à la page 145)
- [Paganin, 2006] PAGANIN, D. (2006). *Coherent X-ray optics*. Numéro 6. Oxford University Press on Demand. (citation aux pages 32 et 33)
- [Paganin *et al.*, 2002] PAGANIN, D., MAYO, S. C., GUREYEV, T. E., MILLER, P. R. et WILKINS, S. W. (2002). Simultaneous phase and amplitude extraction from a single defocused image of a homogeneous object. *Journal of Microscopy*, 206:33–40. (citation aux pages 32 et 33)
- [Paleo et Mirone, 2015] PALEO, P. et MIRONE, A. (2015). Ring artifacts correction in compressed sensing tomographic reconstruction. *Journal of synchrotron radiation*, 22(5):1268–1278. (citation à la page 33)
- [Parra-Denis, 2007] PARRA-DENIS, E. (2007). *Analyse morphologique 3D de particules de forme complexes : application aux intermétalliques dans les alliages d’aluminium*. Thèse de doctorat, Université Jean Monnet – Saint-Etienne. (citation à la page 52)
- [Parra-Denis *et al.*, 2008] PARRA-DENIS, E., BARAT, C., JEULIN, D. et DUCOTTET, C. (2008). 3D complex shape characterization by statistical analysis : Application to aluminium alloys. *Materials Characterization*, (59):338–343. (citation à la page 52)
- [Pawlak, 2007] PAWLAK, A. (2007). Cavitation during tensile deformation of high-density polyethylene. *Polymer*, 48(5):1397–1409. (citation à la page 11)

Bibliographie

- [Pawlak et Galeski, 2005] PAWLAK, A. et GALESKI, A. (2005). Plastic deformation of crystalline polymers : the role of cavitation and crystal plasticity. *Macromolecules*, 38(23):9688–9697. (citation à la page 11)
- [Pawlak et Galeski, 2008] PAWLAK, A. et GALESKI, A. (2008). Cavitation during tensile deformation of polypropylene. *Macromolecules*, 41(8):2839–2851. (citation aux pages 11 et 15)
- [Pawlak et Galeski, 2010] PAWLAK, A. et GALESKI, A. (2010). Cavitation and morphological changes in polypropylene deformed at elevated temperatures. *Journal of Polymer Science Part B : Polymer Physics*, 48(12):1271–1280. (citation aux pages 11, 12, 15 et 16)
- [Pawlak et al., 2014] PAWLAK, A., GALESKI, A. et ROZANSKI, A. (2014). Cavitation during deformation of semicrystalline polymers. *Progress in Polymer Science*, 39:921–958. (citation aux pages 10, 12, 14 et 62)
- [Pelissou et al., 2009] PELISSOU, C., BACCOU, J., MONERIE, Y. et PERALES, F. (2009). Determination of the size of the representative volume element for random quasi-brittle composites. *International Journal of Solids and Structures*, 46(14):2842–2855. (citation aux pages 135 et 194)
- [Pepin et al., 2016] PEPIN, J., MIRI, V. et LEFEBVRE, J.-M. (2016). New insights into the brill transition in polyamide 11 and polyamide 6. *Macromolecules*, 49(2):564–573. (citation aux pages 14 et 20)
- [Peterlin, 1971] PETERLIN, A. (1971). Molecular model of drawing polyethylene and polypropylene. *Journal of materials science*, 6(6):490–508. (citation à la page 15)
- [Pinho et al., 2012] PINHO, S., DARVIZEH, R., ROBINSON, P., SCHUECKER, C. et CAMANHO, P. (2012). Material and structural response of polymer-matrix fibre-reinforced composites. *Journal of Composite Materials*, 46(19-20):2313–2341. (citation aux pages 119 et 190)
- [Plummer et al., 1994] PLUMMER, C., CUDRÉ-MAUROUX, N. et KAUSCH, H.-H. (1994). Deformation and entanglement in semicrystalline polymers. *Polymer Engineering & Science*, 34(4):318–329. (citation aux pages 10 et 15)
- [Poulard, 1998] POULARD, F. (1998). *Adhésion du polyamide 11 : Mécanismes et vieillissement hygrothermal*. Thèse de doctorat. (citation à la page 20)
- [Poulet et al., 2016] POULET, P.-A., HOCHSTETTER, G., KING, A., PROUDHON, H., JOANNÈS, S. et LAIARINANDRASANA, L. (2016). Observations by in-situ X-ray synchrotron computed tomography of the microstructural evolution of semi-crystalline Polyamide 11 during deformation. *Polymer Testing*, 56:245–260. (citation à la page 29)
- [Povirk, 1995] POVIRK, G. (1995). Incorporation of microstructural information into models of two-phase materials. *Acta metallurgica et materialia*, 43(8):3199–3206. (citation à la page 122)
- [Pratt, 2001] PRATT, W. K. (2001). *Digital Image Processing : PIKS Inside. Third edition*. John Wiley & Sons, Inc. (citation à la page 52)
- [Proudhon, 2015] PROUDHON, H. (2015). *Three dimensional study of deformation and fracture in polycrystalline materials : from synchrotron X-ray investigations to computational mechanics*. Habilitation à diriger des recherches (HDR), MINES ParisTech. (citation aux pages 30 et 33)
- [Pyrz, 1994a] PYRZ, R. (1994a). Correlation of microstructure variability and local stress field in two-phase materials. *Materials Science and Engineering : A*, 177(1-2):253–259. (citation à la page 130)
- [Pyrz, 1994b] PYRZ, R. (1994b). Quantitative description of the microstructure of composites. Part I : Morphology of unidirectional composite systems. *Composites Science and Technology*, 50(2):197–208. (citation à la page 128)
- [Pyrz, 2004] PYRZ, R. (2004). Microstructural description of composites, statistical methods. *In Mechanics of Microstructured Materials*, pages 173–233. (citation aux pages 122 et 125)
- [Rasband, 2016] RASBAND, W. (1997-2016). ImageJ, U. S. National Institutes of Health, Bethesda, Maryland, USA. <http://imagej.nih.gov/ij/>. (citation aux pages 33 et 34)
- [Redakcji et al., 2011] REDAKCJI, O., PAWLAK, A. et GALESKI, A. (2011). Cavitation during tensile drawing of semicrystalline polymers. *Polimery*, 56(9):627–636. (citation aux pages 10 et 13)
- [Regrain, 2009] REGRAIN, C. (2009). *Comportement, endommagement et fissuration par fluage du Polyamide 6. Étude expérimentale et modélisation*. Thèse de doctorat, MINES ParisTech. (citation aux pages 66 et 103)
- [Requena et al., 2009] REQUENA, G., FIEDLER, G., SEISER, B., DEGISCHER, P., DI MICHIEL, M. et BUSLAPS, T. (2009). 3D-Quantification of the distribution of continuous fibres in unidirectionally reinforced composites. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 40(2):152–163. (citation aux pages 119 et 139)
- [Ricard, 2013] RICARD, J. (2013). *Approche locale de la rupture dans un thermoplastique semi-cristallin : le PolyOxyMéthylène*. Thèse de doctorat, MINES ParisTech. (citation aux pages 55, 66, 74 et 103)
- [Rice et Tracey, 1969] RICE, J. R. et TRACEY, D. M. (1969). On the ductile enlargement of voids in triaxial stress fields. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 17(3):201–217. (citation aux pages 55, 65 et 91)
- [Ripley, 1977] RIPLEY, B. D. (1977). Modelling spatial patterns. *Journal of the Royal Statistical Society. Series B (Methodological)*, pages 172–212. (citation à la page 128)

- [Roirand, 2017] ROIRAND, Q. (2017). *Modélisation multiéchelle du comportement et de l'endommagement de composites tissés 3D. Développement d'outils numériques d'aide à la conception des structures tissées*. Thèse de doctorat, MINES ParisTech. (citation à la page 220)
- [Romanov *et al.*, 2013] ROMANOV, V., LOMOV, S. V., SWOLFS, Y., ORLOVA, S., GORBATIKH, L. et VERPOEST, I. (2013). Statistical analysis of real and simulated fibre arrangements in unidirectional composites. *Composites Science and Technology*, 87:126–134. (citation aux pages 127, 128 et 130)
- [Rosenberg *et al.*, 2011] ROSENBERG, E., BRUSSELLE-DUPEND, N. et EPSZTEIN, T. (2011). A mesoscale quantification method of cavitation in semicrystalline polymers using X-ray microtomography. *Materials Science and Engineering A*, 528:6535 – 6544. (citation aux pages 11, 17, 29, 55, 62 et 63)
- [Rousselier, 1987] ROUSSELIER, G. (1987). Ductile fracture models and their potential in local approach of fracture. *Nuclear engineering and design*, 105(1):97–111. (citation à la page 71)
- [Rozanski *et al.*, 2010] ROZANSKI, A., GALESKI, A. et DEBOWSKA, M. (2010). Initiation of cavitation of polypropylene during tensile drawing. *Macromolecules*, 44(1):20–28. (citation à la page 11)
- [Russ, 2006] RUSS, J. C. (2006). *The image processing handbook. 5th edition*. Taylor & Francis Group, LLC. (citation à la page 52)
- [Sab, 1992] SAB, K. (1992). On the homogenization and the simulation of random materials. *European Journal of Mechanics. A. Solids*, 11(5):585–607. (citation aux pages 122 et 156)
- [Sanchez-Palencia et Zaoui, 1987] SANCHEZ-PALENCIA, E. et ZAOU, A. (1987). Homogenization techniques for composite media. 272. (citation à la page 111)
- [Sanei *et al.*, 2017] SANEI, S. H. R., BARSOTTI, E. J., LEONHARDT, D. et FERTIG III, R. S. (2017). Characterization, synthetic generation, and statistical equivalence of composite microstructures. *Journal of Composite Materials*, 51(13):1817–1829. (citation aux pages 144 et 165)
- [Schirrer, 1995] SCHIRRER, R. (1995). Les craquelures dans les polymères. *Introduction à la mécanique des polymères, Presses de l'Institut National Polytechnique de Lorraine, Nancy*, pages 395–411. (citation aux pages 9, 10, 13 et 14)
- [Schirrer *et al.*, 1996] SCHIRRER, R., FOND, C. et LOBBRECHT, A. (1996). Volume change and light scattering during mechanical damage in polymethylmethacrylate toughened with core-shell rubber particles. *Journal of Materials Science*, 31:6409–6422. (citation aux pages 12, 15, 28, 47 et 62)
- [Schneider, 2010] SCHNEIDER, K. (2010). Investigation of structural changes in semi-crystalline polymers during deformation by synchrotron X-ray scattering. *Journal of Polymer Science Part B : Polymer Physics*, 48(14):1574–1586. (citation à la page 15)
- [Schneider *et al.*, 2006] SCHNEIDER, K., TRABELSI, S., ZAFEIROPOULOS, N. E., DAVIES, R., RIEKEL, C. et STAMM, M. (2006). The study of cavitation in HDPE using time resolved synchrotron X-ray scattering during tensile deformation. *In Macromolecular Symposia*, volume 236, pages 241–248. (citation aux pages 15 et 63)
- [Scodellaro, 2001] SCODELLARO, L. (2001). *Endommagement par cavitation du polypropylène renforcé au choc par des particules d'élastomère*. Thèse de doctorat, Université Louis Pasteur Strasbourg 1. (citation aux pages 9 et 15)
- [Segurado et LLorca, 2002] SEGURADO, J. et LLORCA, J. (2002). A numerical approximation to the elastic properties of sphere-reinforced composites. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 50(10):2107–2121. (citation aux pages 119 et 123)
- [Šejnoha et Zeman, 2002] ŠEJNOHA, M. et ZEMAN, J. (2002). *Micromechanical analysis of random composites*. Czech Technical University in Prague, Faculty of Civil Engineering. (citation à la page 125)
- [Selles *et al.*, 2017] SELLES, N., CLOETENS, P., PROUDHON, H., MORGENEYER, T. E., KLINKOVA, O., SAINTIER, N. et LAIARINANDRASANA, L. (2017). Voiding mechanisms in deformed polyamide 6 observed at the nanometric scale. *Macromolecules*, 50(11):4372–4383. (citation aux pages 12, 14, 15, 17 et 102)
- [Selles *et al.*, 2016a] SELLES, N., NGUYEN, E., MORGENEYER, T. E., PROUDHON, H., LUDWIG, W. et LAIARINANDRASANA, L. (2016a). Comparison of voiding mechanisms in semi-crystalline polyamide 6 during tensile and creep tests. *Polymer Testing*, 49:137–146. (citation aux pages 11, 14, 17, 29, 36, 49, 63, 84 et 96)
- [Selles *et al.*, 2016b] SELLES, N., SAINTIER, N. et LAIARINANDRASANA, L. (2016b). Voiding mechanisms in semi-crystalline polyamide 6 during creep tests assessed by damage based constitutive relationships and finite elements calculations. *International Journal of Plasticity*, 86:112–127. (citation aux pages 63, 66, 84 et 103)
- [Serra, 1982] SERRA, J. (1982). *Image analysis and mathematical morphology, Volume 1*. Academic press. (citation à la page 130)
- [Smart, 2013] SMART, P. (2013). Particle shape statistics revisited. (citation aux pages 52 et 53)
- [Snigirev *et al.*, 1995] SNIGIREV, A., SNIGIREVA, I., KOHN, V., KUZNETSOV, S. et SCHELOKOV, I. (1995). On the possibilities of x-ray phase contrast microimaging by coherent high-energy synchrotron radiation. *Review of scientific instruments*, 66(12):5486–5492. (citation à la page 33)

Bibliographie

- [Sobel, 1990] SOBEL, I. (1990). An isotropic 3×3 image gradient operator. *Machine Vision for three-dimensional Sciences*. (citation à la page 44)
- [Stoops, 2003] STOOPS, G. (2003). *Guidelines for analysis and description of soil and regolith thin sections*. Soil Science Society of America Inc. (citation aux pages 52 et 53)
- [Swolfs *et al.*, 2015] SWOLFS, Y., MORTON, H., SCOTT, A. E., GORBATIKH, L., REED, P. A., SINCLAIR, I., SPEARING, S. M. et VERPOEST, I. (2015). Synchrotron radiation computed tomography for experimental validation of a tensile strength model for unidirectional fibre-reinforced composites. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 77:106–113. (citation à la page 118)
- [Tanguy, 2001] TANGUY, B. (2001). *Modélisation de l'essai charpy par l'approche locale de la rupture : application au cas de l'acier 16MND5 dans le domaine de transition*. Thèse de doctorat, MINES ParisTech. (citation aux pages 69 et 83)
- [Teixeira-Pinto, 2012] TEIXEIRA-PINTO, J. (2012). *Analyses expérimentale et numérique multi-échelles des champs mécaniques dans un polymère semi-cristallin*. Thèse de doctorat, ISAE-ENSMA. (citation aux pages 15 et 51)
- [Teixeira-Pinto *et al.*, 2016] TEIXEIRA-PINTO, J., NADOT-MARTIN, C., TOUCHARD, F., GUEGUEN, M. et CASTAGNET, S. (2016). Towards the size estimation of a Representative Elementary Domain in semi-crystalline polymers. *Mechanics of Materials*, 95:116–124. (citation à la page 51)
- [Terada *et al.*, 2000] TERADA, K., HORI, M., KYOYA, T. et KIKUCHI, N. (2000). Simulation of the multi-scale convergence in computational homogenization approaches. *International Journal of Solids and Structures*, 37(16):2285–2311. (citation aux pages 124 et 125)
- [Thiery, 2013] THIERY, C. (2013). Tomographie à rayons X. *Techniques de l'ingénieur*, (P950 V3):1–36. (citation à la page 30)
- [Thomas *et al.*, 2007] THOMAS, C., FERREIRO, V., COULON, G. et SEGUOLA, R. (2007). In situ AFM investigation of crazing in polybutene spherulites under tensile drawing. *Polymer*, 48(20):6041–6048. (citation aux pages 11 et 15)
- [Thomas *et al.*, 2009] THOMAS, C., SEGUOLA, R., DETREZ, F., MIRI, V. et VANMANSART, C. (2009). Plastic deformation of spherulitic semi-crystalline polymers : An in situ AFM study of polybutene under tensile drawing. *Polymer*, 50(15):3714–3723. (citation à la page 15)
- [Thomas *et al.*, 2008] THOMAS, M., BOYARD, N., PEREZ, L., JARNY, Y. et DELAUNAY, D. (2008). Representative volume element of anisotropic unidirectional carbon–epoxy composite with high-fibre volume fraction. *Composites Science and Technology*, 68(15):3184–3192. (citation à la page 131)
- [Totry *et al.*, 2008a] TOTRY, E., GONZÁLEZ, C. et LLORCA, J. (2008a). Failure locus of fiber-reinforced composites under transverse compression and out-of-plane shear. *Composites Science and Technology*, 68(3):829–839. (citation aux pages 119, 169, 170, 172 et 190)
- [Totry *et al.*, 2008b] TOTRY, E., GONZÁLEZ, C. et LLORCA, J. (2008b). Influence of the loading path on the strength of fiber-reinforced composites subjected to transverse compression and shear. *International Journal of Solids and Structures*, 45(6):1663–1675. (citation aux pages 119 et 169)
- [Totry *et al.*, 2008c] TOTRY, E., GONZÁLEZ, C. et LLORCA, J. (2008c). Prediction of the failure locus of C/PEEK composites under transverse compression and longitudinal shear through computational micromechanics. *Composites Science and Technology*, 68(15):3128–3136. (citation aux pages 119, 121, 169, 172 et 190)
- [Totry *et al.*, 2009] TOTRY, E., GONZÁLEZ, C., LLORCA, J. et MOLINA-ALDAREGUÍA, J. (2009). Mechanisms of shear deformation in fiber-reinforced polymers : experiments and simulations. *International Journal of Fracture*, 158(2):197–209. (citation à la page 119)
- [Totry *et al.*, 2010] TOTRY, E., MOLINA-ALDAREGUÍA, J. M., GONZÁLEZ, C. et LLORCA, J. (2010). Effect of fiber, matrix and interface properties on the in-plane shear deformation of carbon-fiber reinforced composites. *Composites Science and Technology*, 70(6):970–980. (citation aux pages 119, 169, 170, 172 et 224)
- [Trias Mansilla, 2005] TRIAS MANSILLA, D. (2005). *Analysis and simulation of transverse random fracture of long fibre reinforced composites*. Thèse de doctorat, Universitat de Girona. (citation aux pages 21, 119, 122, 123, 131, 139, 156, 162, 163 et 169)
- [Trias Mansilla *et al.*, 2006a] TRIAS MANSILLA, D., COSTA, J., MAYUGO, J. et HURTADO, J. (2006a). Random models versus periodic models for fibre reinforced composites. *Computational Materials Science*, 38(2):316–324. (citation aux pages 163 et 169)
- [Trias Mansilla *et al.*, 2006b] TRIAS MANSILLA, D., COSTA, J., TURON, A. et HURTADO, J. (2006b). Determination of the critical size of a statistical representative volume element (SRVE) for carbon reinforced polymers. *Acta Materialia*, 54(13):3471–3484. (citation à la page 156)
- [Tvergaard, 1982] TVERGAARD, V. (1982). On localization in ductile materials containing spherical voids. *International Journal of Fracture*, 18:237–252. (citation aux pages 66 et 67)
- [Tvergaard et Needleman, 1984] TVERGAARD, V. et NEEDLEMAN, A. (1984). Analysis of the cup-cone fracture in a round tensile bar. *Acta Metallurgica*, 32:157–169. (citation aux pages 66, 69 et 83)

- [van der Walt *et al.*, 2014] van der WALT, S., SCHÖNBERGER, J. L., NUNEZ-IGLESIAS, J., BOULOGNE, F., WARNER, J. D., YAGER, N., GOUILLART, E., YU, T. et the scikit-image CONTRIBUTORS (2014). scikit-image : image processing in Python. 2:e453. <http://scikit-image.org/>. (citation à la page 44)
- [Vaughan et McCarthy, 2010] VAUGHAN, T. et MCCARTHY, C. (2010). A combined experimental–numerical approach for generating statistically equivalent fibre distributions for high strength laminated composite materials. *Composites Science and Technology*, 70(2):291–297. (citation aux pages 119, 123, 126 et 146)
- [Vaughan et McCarthy, 2011] VAUGHAN, T. et MCCARTHY, C. (2011). Micromechanical modelling of the transverse damage behaviour in fibre reinforced composites. *Composites Science and Technology*, 71(3):388–396. (citation aux pages 119, 169, 170, 172 et 190)
- [Vecchio *et al.*, 2012] VECCHIO, I., SCHLADITZ, K., GODEHARDT, M. et HENEKA, M. (2012). Geometric characterization of particles in 3d with an application to technical cleanliness. *Image Analysis And Stereology*, 31(3):163–174. (citation à la page 52)
- [Vogler *et al.*, 2013] VOGLER, M., ROLFES, R. et CAMANHO, P. (2013). Modeling the inelastic deformation and fracture of polymer composites – Part i : plasticity model. *Mechanics of Materials*, 59:50–64. (citation aux pages 169, 170, 171 et 190)
- [Werner et Daniel, 2014] WERNER, B. et DANIEL, I. (2014). Characterization and modeling of polymeric matrix under multi-axial static and dynamic loading. *Composites Science and Technology*, 102:113–119. (citation aux pages 170 et 172)
- [Wilkins *et al.*, 1996] WILKINS, S., GUREYEV, T., GAO, D., POGANY, A., STEVENSON, A. *et al.* (1996). Phase-contrast imaging using polychromatic hard X-rays. *Nature*, 384(6607):335–338. (citation à la page 33)
- [Wongsto et Li, 2005] WONGSTO, A. et LI, S. (2005). Micromechanical FE analysis of UD fibre-reinforced composites with fibres distributed at random over the transverse cross-section. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 36(9):1246–1266. (citation aux pages 123 et 125)
- [Xue, 2008] XUE, L. (2008). Constitutive modeling of void shearing effect in ductile fracture of porous materials. *Engineering Fracture Mechanics*, 75(11):3343–3366. (citation à la page 74)
- [Zafeiropoulos *et al.*, 2005] ZAFEIROPOULOS, N. E., DAVIES, R. J., ROTH, S. V., BURGHAMMER, M., SCHNEIDER, K., RIEKEL, C. et STAMM, M. (2005). Microfocus X-ray scattering scanning microscopy for polymer applications. *Macromolecular rapid communications*, 26(19):1547–1551. (citation aux pages 13 et 14)
- [Zeman, 2003] ZEMAN, J. (2003). *Analysis of Composite Materials with Random Microstructure*. Thèse de doctorat, Czech Technical University in Prague, Klokner Institute. (citation aux pages 122 et 124)
- [Zeman et Šejnoha, 2001] ZEMAN, J. et ŠEJNOHA, M. (2001). Numerical evaluation of effective elastic properties of graphite fiber tow impregnated by polymer matrix. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 49(1):69–90. (citation à la page 124)
- [Zhang et Hauge, 1999] ZHANG, Z. L. et HAUGE, M. (1999). On the Gurson micro-mechanical parameters. *In Fatigue and Fracture Mechanics : 29th Volume. ASTM International*. (citation à la page 70)
- [Zingg, 1935] ZINGG, T. (1935). Beitrag Zur Schotteranalyse : Die Schotteranalyser und Ihre Anwendung auf die Glattalschotter. *Schweizerische Mineralogische und Petrographische Mitteilung*, 15:39–140. (citation aux pages 52 et 53)

Résumé

Dans le domaine des transports, l'allègement des structures est une préoccupation de l'industrie moderne. À cet effet, les matériaux composites unidirectionnels à matrice polymère sont de plus en plus utilisés pour des applications structurelles. Pour mener à bien cette transition technologique, les campagnes expérimentales laborieuses et onéreuses sont progressivement réduites, laissant la place à une caractérisation "numérique" supplétive et ciblée. C'est dans ce contexte que s'inscrit ce travail de thèse.

Le matériau considéré est un composite à matrice thermoplastique (le Polyamide 11) et à renforts unidirectionnels de fibres de verre. Sous sollicitations mécaniques, la variabilité microstructurale, à l'échelle des constituants, engendre des contraintes multi-axiales importantes qu'il est nécessaire d'évaluer. C'est notamment le cas dans les zones où la matrice est confinée par le renfort. Étudier l'échelle microscopique se révèle primordial pour comprendre et simuler les mécanismes de déformation spécifiques à la matrice thermoplastique.

En première partie, une campagne expérimentale est réalisée sur le polymère thermoplastique massif. Des éprouvettes axisymétriques entaillées sont sollicitées en traction monotone et suivies *in situ* en tomographie aux rayons X. Un phénomène de cavitation est observé. Les grandeurs macroscopiques (ouverture d'entaille, réduction diamétrale...) mais aussi microscopiques (évolution des cavités considérées en cluster et individuellement) sont analysées de manières qualitative et quantitative. Un modèle Éléments Finis poro-viscoplastique est ensuite proposé et calibré afin de prendre en compte les mécanismes spécifiques de déformation et d'endommagement du polymère observés expérimentalement.

La seconde partie est consacrée à l'étude numérique du matériau composite unidirectionnel. La représentation de la microstructure réelle est permise par la génération de cellules périodiques aléatoires et représentatives (vis-à-vis de descripteurs morphologiques). Des calculs micromécaniques sont alors menés et permettent d'accéder aux mécanismes de déformation, aux grandeurs locales et au comportement mécanique du composite (en élasticité linéaire et au-delà). Une attention particulière est portée à la représentativité des grandeurs calculées. Enfin, une démarche multi-échelle est proposée. Une homogénéisation numérique par un milieu de substitution permet de réaliser des calculs de structure tandis qu'une relocalisation sur certains points critiques donne accès aux grandeurs locales.

Mots-clés

Composites UD, matrice thermoplastique, tomographie, VER, homogénéisation, approches multi-échelles, Éléments Finis

Abstract

In the field of transport, research for reducing the weight of structures is a continuing preoccupation for the industry. For this reason, polymer matrix composite materials are being used increasingly for structural applications. To succeed with this technological transition, numerical modelling plays a significant role as cumbersome and costly experimental campaigns are being limited. This is the background to this thesis work.

The material considered is composed of a thermoplastic resin (Polyamide 11) with a unidirectional glass fibre reinforcement. Under mechanical loadings, the microstructural variability, at the constituent length scale, leads to important multi-axial stresses that need to be evaluated. This is notably true in zones where the matrix is particularly confined. Studying the microscopic scale is of paramount importance in order to understand and simulate specific deformation mechanisms of the thermoplastic resin.

In the first part, an experimental campaign has been conducted on the plain thermoplastic polymer. Axisymmetrically notched specimens were tested under uniaxial monotonic tension and monitored with *in-situ* X-ray synchrotron computed tomography. A cavitation phenomenon has been observed. Not only macroscopic quantities (notch opening displacement, reduction in diameter...) but also microscopic (evolution of voids considered as a cluster or individually) have been analyzed both quantitatively and qualitatively. A finite element model is subsequently proposed and calibrated to take into account the specific deformation mechanisms and damage experimentally observed with this polymer.

The second part is dedicated to a numerical study of the unidirectional composite material. A representation of the real microstructure has been tackled with the generation of virtual random and periodic cells in a way that nevertheless is morphologically representative. Micromechanical modelling has been carried out and gives access to deformation mechanisms, to local quantities and to the composite material behaviour (in linear elasticity and beyond). Special attention is paid to the representativeness of the computed quantities. Finally, a multiscale approach is proposed. Structural computations have been possible due to a numerical homogenization based on an homogeneous equivalent medium whilst a relocalisation gives access to local quantities in critical zones of the structure.

Keywords

UD composites, thermoplastic matrix, computed tomography, RVE, homogenization, multiscale approaches, Finite Element Analysis