

# THÈSE DE DOCTORAT DE

**L'ÉCOLE CENTRALE DE NANTES**  
COMUE UNIVERSITE BRETAGNE LOIRE

ÉCOLE DOCTORALE N° 602  
*Sciences pour l'Ingénieur*  
Spécialité : Mécanique des Solides, des Matériaux, des structures et  
des surfaces

Par

**Thomas BALUTCH**

**Prise en compte des défauts dans l'analyse du comportement en  
fatigue d'élastomères EPDM**

**Thèse présentée et soutenue à l'École Centrale de Nantes, le 26 novembre 2019**  
**Unité de recherche : Institut de Recherche en Génie Civil et Mécanique**

## **Rapporteurs avant soutenance :**

Laurent Chazeau	Professeur des Universités, MATEIS, INSA Lyon
Nicolas Saintier	Professeur des Universités, I2M, Arts et Métiers ParisTech, Bordeaux

## **Composition du Jury :**

Président :	Sylvie Castagnet	Directrice de recherche CNRS, Pprime, ISAE-ENSMA Poitiers
Examineurs :	Laurent Chazeau Nicolas Saintier Pierre Charrier	Professeur des Universités, MATEIS, INSA Lyon Professeur des Universités, I2M, Arts et Métiers ParisTech, Bordeaux Docteur-ingénieur, Vibracoustic Nantes
Dir. de thèse :	Bertrand Huneau	Maitre de conférences (HDR), GeM, Ecole Centrale de Nantes
Co-dir. de thèse :	Yann Marco	Maitre de conférences (HDR), IRDL, ENSTA Bretagne





# Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier l'ensemble des membres de mon jury de thèse : Sylvie Castagnet de m'avoir fait l'honneur de présider ce jury, et Nicolas Saintier et Laurent Chazeau d'avoir rapporté ces travaux de thèse. Je les remercie également pour la discussion très intéressante qu'ils m'ont permis d'avoir avec eux pendant la soutenance.

Je tiens ensuite à remercier mon encadrement. Tout d'abord, Pierre Charrier, qui m'a intégré dans l'entreprise dès mon arrivée, en m'apprenant très vite à parler de "nous" et pas de "vous" pour parler de l'entreprise, qui s'est impliqué dans ce projet comme je l'ai rarement vu autre part, et qui a toujours poussé pour aller plus loin : un grand merci ! Je veux aussi remercier Yann Marco, mon co-directeur à Brest, qui aura été très présent dans les réunions de recherche, toujours enthousiaste aux nouveaux résultats, toujours positif et encourageant pour la poursuite du projet, et toujours stimulant intellectuellement dans ces questions et remarques constructives, travailler avec toi aura été un plaisir. Enfin, Bertrand Huneau, mon directeur de thèse, qui m'a initialement proposé ce sujet de thèse, qui m'a toujours conseillé judicieusement aussi bien humainement que scientifiquement, qui m'a encadré de manière idéale (!), et qui s'est même inquiété jusqu'au bout pour moi en ayant peur que j'attrape froid le week-end avant la soutenance... Merci pour tout !

Après cela, j'aimerais remercier les différents collègues de l'ensemble de mes lieux de travail avec qui j'ai eu l'occasion de collaborer ou parfois juste échanger autour d'un café. Les différents collègues de Vibracoustic, en particulier Clément, Wilfried, et Denis, mais aussi les doctorants Thomas, Morgane, Prashanth, Jean-Baptiste, Iona, et Marjorie. Ensuite l'équipe de l'IRDL à l'ENSTA Bretagne avec qui j'ai pu partager quelques moments de vie, Vincent et Mathieu, et les doctorants de la pause café dont je n'ai plus les noms mais qui m'accueillaient à bras ouverts lorsque je venais pour travailler sur la caméra infrarouge. Enfin, toute l'équipe du GeM à l'Ecole Centrale de Nantes, aussi bien l'équipe enseignante (Erwan, Michel, Adrien, Sébastien, Chrïtophe, etc.) que les doctorants (Nathan, Gatien, Alexia, Jessy, Amélie, Etienne, Thomas, Nicolas, Julie, etc.), et en particulier mes co-bureau de ces trois dernières années qui partent de Nantes, Marie et Alexandre, ça va être bizarre sans vous (snif).

Un grand merci également à tous les étudiants avec qui j'ai eu l'occasion de travailler et qui m'auront bien aidé pour mes travaux de thèses : Rémi et Vincent que j'ai eu l'opportunité d'encadrer à Vibracoustic, et Mélody, Nina, Alix, Aurea, Marine et Elisabeth en projet d'option MATEPRO.

Enfin, un immense merci à mes proches, ma famille et mes amis qui m'auront encouragé et soutenu ces dernières années (`#cestladernierelignedroitedepuis1an`), en particulier Delphine qui est à mes côtés depuis 6 ans maintenant à l'heure où j'écris ces lignes. J'aimerais terminer en disant que, malgré le fait que j'étais un thésard durant ces trois années, non, je ne travaillais pas en blouse dans un sous-sol mal éclairé !



# Table des matières

<b>Remerciements</b>	<b>i</b>
<b>Introduction générale</b>	<b>1</b>
<b>I Contexte bibliographique, matériaux et méthodes</b>	<b>5</b>
<b>1 Contexte bibliographique de l'étude</b>	<b>7</b>
1.1 Les élastomères . . . . .	8
1.1.1 Définitions . . . . .	8
1.1.2 Les différentes familles d'élastomères . . . . .	8
1.1.3 Les procédés de fabrication . . . . .	10
1.2 Le comportement mécanique des élastomères . . . . .	15
1.2.1 Hyperélasticité . . . . .	15
1.2.2 Hystérésis mécanique . . . . .	16
1.2.3 Relaxation et fluage . . . . .	17
1.2.4 Effet Mullins . . . . .	17
1.2.5 Effet Payne . . . . .	18
1.3 La fatigue des élastomères . . . . .	19
1.3.1 Historique de la fatigue des matériaux . . . . .	19
1.3.2 Approche en durée de vie en fatigue dans le cas des élastomères . . .	20
1.3.3 Approche en propagation de fissures de fatigue dans le cas des élastomères . . . . .	22
1.3.4 Influence du rapport de charge sur la résistance en fatigue des élastomères . . . . .	25
1.4 Conclusions . . . . .	27
<b>2 Matériaux et outils expérimentaux</b>	<b>29</b>
2.1 Les matériaux de l'étude . . . . .	30
2.2 Les éprouvettes de caractérisation . . . . .	30
2.3 Les machines d'essais mécaniques . . . . .	30
2.3.1 Vérins hydrauliques . . . . .	30
2.3.2 Machines de traction statiques-dynamiques . . . . .	32
2.4 Les techniques d'observations . . . . .	33
2.4.1 Stéréomicroscopie optique . . . . .	33
2.4.2 Caméras numériques . . . . .	33
2.4.3 Microscopie électronique à balayage (MEB) . . . . .	34
2.4.4 Tomographie . . . . .	37
2.5 La stéréo-corrélation d'images numériques . . . . .	38
2.6 La thermographie infrarouge . . . . .	40
2.7 Conclusions . . . . .	43

<b>II</b>	<b>Caractérisation des matériaux</b>	<b>45</b>
<b>3</b>	<b>Caractérisation des propriétés en fatigue des EPDM de l'étude par essais mécaniques</b>	<b>47</b>
3.1	État de l'art sur les propriétés en fatigue des EPDM . . . . .	48
3.1.1	Les approches en durées de vie en fatigue de l'EPDM . . . . .	48
3.1.2	Les approches en propagation de fissures de fatigue . . . . .	53
3.2	Caractérisation des propriétés quasi-statiques des EPDM_S et EPDM_NS	57
3.3	Durées de vie en fatigue des EPDM_S et EPDM_NS . . . . .	58
3.3.1	Procédures expérimentales de caractérisation des durées de vie en fatigue . . . . .	59
3.3.2	Résultats des durées de vie en fatigue . . . . .	61
3.4	Propagation de fissures de fatigue pour l'EPDM_S et l'EPDM_NS . . . . .	66
3.4.1	Établissement d'un protocole expérimental de mesure de vitesse de propagation de fissures de fatigue . . . . .	66
3.4.2	Courbes de propagation de fissures de fatigue des EPDM de l'étude	71
3.5	Conclusions . . . . .	74
<b>4</b>	<b>Prédiction des durées de vie en fatigue par auto-échauffement</b>	<b>77</b>
4.1	État de l'art sur la prédiction des durées de vie en fatigue par la méthode d'auto-échauffement . . . . .	78
4.1.1	Cadre théorique . . . . .	79
4.1.2	Méthode d'identification des termes sources dans le cas d'essais cycliques sur des élastomères . . . . .	79
4.1.3	Construction des courbes d'auto-échauffement . . . . .	81
4.1.4	Lien avec les durées de vie en fatigue . . . . .	84
4.2	Procédures développées pour prédire les durées de vie en fatigue via l'auto-échauffement . . . . .	86
4.2.1	Protocole expérimental de mesure de l'auto-échauffement . . . . .	86
4.2.2	Construction des courbes d'auto-échauffement . . . . .	88
4.2.3	Stratégie de dépouillement des courbes d'auto-échauffement . . . . .	91
4.3	Résultats . . . . .	92
4.4	Conclusions . . . . .	95
	<b>Conclusion de la partie II</b>	<b>97</b>
<b>III</b>	<b>Endommagement en fatigue : amorçage et propagation de fissures</b>	<b>99</b>
<b>5</b>	<b>Endommagement en fatigue sur les défauts naturellement présents dans l'EPDM_S</b>	<b>101</b>
5.1	État de l'art de l'endommagement en fatigue des élastomères . . . . .	102
5.1.1	Sites d'amorçage de fissures de fatigue . . . . .	102
5.1.2	Mécanismes d'amorçage et de début de propagation des fissures de fatigue dans les élastomères . . . . .	104
5.1.3	Scénarios d'endommagement en fatigue . . . . .	106
5.1.4	Influence de la taille des défauts sur les durées de vie en fatigue . . .	110
5.2	Procédures expérimentales développées pour étudier l'endommagement en fatigue de l'EPDM_S . . . . .	111
5.3	Résultats de l'analyse de l'endommagement en fatigue de l'EPDM_S . . .	112
5.3.1	Sites d'amorçage de fissures de fatigue dans l'EPDM_S . . . . .	112

5.3.2	Mécanismes d'amorçage et de début de propagation des fissures de fatigue dans l'EPDM_S . . . . .	117
5.3.3	Scénarios d'endommagement . . . . .	120
5.3.4	Influence de la taille des défauts . . . . .	125
5.4	Conclusions . . . . .	127
<b>6</b>	<b>Endommagement en fatigue à partir de défauts calibrés</b>	<b>129</b>
6.1	État de l'art des méthodes employées pour étudier l'influence de la taille des défauts sur les propriétés en fatigue d'un matériau . . . . .	130
6.2	Procédures expérimentales . . . . .	134
6.2.1	Élaboration des défauts calibrés . . . . .	134
6.2.2	Protocole d'essai mécanique . . . . .	136
6.3	Résultats de l'influence de la taille des défauts calibrés sur les durées de vie en fatigue . . . . .	137
6.3.1	Influence de la taille des défauts calibrés sur les durées de vie . . . . .	137
6.3.2	Lien avec les défauts naturels . . . . .	141
6.4	Discussion complémentaire . . . . .	143
6.5	Conclusions . . . . .	145
<b>7</b>	<b>Étude de la phase de propagation de fissures à partir de la taille des défauts jusqu'à la rupture finale</b>	<b>147</b>
7.1	État de l'art de la propagation de fissures de fatigue de petites tailles . . . . .	148
7.1.1	Problème des « fissures courtes » dans les matériaux métalliques . . . . .	148
7.1.2	Petites fissures dans le cas des élastomères . . . . .	150
7.2	Procédures expérimentales et numériques utilisées pour caractériser les vitesses de propagation de fissures dans des éprouvettes non standard . . . . .	152
7.2.1	Mesures expérimentales de vitesses de propagation de fissures de fatigue . . . . .	152
7.2.2	Procédure de calcul de l'énergie de déchirement par simulations numériques . . . . .	155
7.3	Résultats relatifs à l'étape de propagation de fissures de fatigue pour différentes géométries d'éprouvettes . . . . .	161
7.3.1	Vitesses de propagation de fissures de fatigue mesurées expérimentalement . . . . .	161
7.3.2	Résultats de l'estimation numérique de l'énergie de déchirement . . . . .	165
7.3.3	Superposition des vitesses de propagation en fonction de l'énergie de déchirement dans différentes géométries . . . . .	169
7.4	Conclusions . . . . .	174
	<b>Conclusion de la partie III</b>	<b>177</b>
<b>IV</b>	<b>Analyse des durées de vie en fatigue à l'aide des caractéristiques géométriques et microstructurales des défauts</b>	<b>179</b>
<b>8</b>	<b>Analyse des durées de vie en fatigue relatives aux ruptures sur des bavures</b>	<b>181</b>
8.1	Influence de la taille du pied de la bavure sur les durées de vie en fatigue . . . . .	182
8.2	Prise en compte de la géométrie tridimensionnelle de la bavure . . . . .	187
8.2.1	Reconstruction numérique de la géométrie d'une bavure . . . . .	187
8.2.2	Simulation par éléments finis des modèles numériques des bavures . . . . .	191

8.2.3	Influence de la suppression du film de la bavure par traitement cryogénique sur les durées de vie en fatigue . . . . .	194
8.3	Conclusions . . . . .	196
<b>9</b>	<b>Analyse des durées de vie en fatigue relatives aux ruptures sur des inclusions</b>	<b>197</b>
9.1	Description des différentes populations d'inclusions dans les matériaux de l'étude . . . . .	198
9.1.1	Méthodes utilisées pour décrire la population d'inclusions détectables par tomographie . . . . .	198
9.1.2	Description de la taille des inclusions dans les EPDM de l'étude . . .	200
9.1.3	Estimation de la sphéricité des inclusions dans les EPDM de l'étude	201
9.1.4	Estimation de la forme des inclusions par l'ajustement de formes ellipsoïdales . . . . .	203
9.2	Analyse des ruptures en fatigue dues aux inclusions dans les éprouvettes AE2205	
9.2.1	Description des sites d'amorçages responsables de la rupture en fatigue des éprouvettes AE2 en EPDM_S et EPDM_NS . . . . .	205
9.2.2	Influence de la taille des inclusions sur les durées de vie en fatigue .	207
9.3	Conclusions . . . . .	211
<b>10</b>	<b>Analyse unifiée des durées de vie en fatigue</b>	<b>213</b>
10.1	Traitement unifié des ruptures en fatigue sur bavures et sur inclusions . . .	214
10.2	Traitement statistique de la base de données de rupture en fatigue des éprouvettes AE2 . . . . .	218
10.2.1	Méthodes de traitement statistique de la base de données de ruptures en fatigue . . . . .	218
10.2.2	Résultats de l'analyse statistique de la base de données de ruptures en fatigue . . . . .	220
10.3	Conclusions . . . . .	223
	<b>Conclusion générale</b>	<b>225</b>
	<b>Annexes</b>	<b>231</b>
<b>A</b>	<b>Protocole de mesure des déformations dans les éprouvettes AE2 par stéréo-corrélation d'images numériques</b>	<b>231</b>
<b>B</b>	<b>Simulations numériques 2D et 3D d'éprouvettes mini-PS trouées</b>	<b>235</b>
	<b>Bibliographie</b>	<b>249</b>



# Introduction générale

Les travaux de thèse présentés ici se sont déroulés dans le cadre d’une convention CIFRE entre les trois partenaires suivants :

- L’entreprise Vibracoustic, équipementier automobile de rang international et leader dans le secteur de l’antivibratoire automobile ;
- Le laboratoire GeM (Institut de recherche en Génie civil et Mécanique, UMR CNRS 6183) à l’École Centrale de Nantes (lieu de travail principal) ;
- Le laboratoire IRDL (Institut de Recherche Dupuy de Lôme, UMR CNRS 6027) à l’ENSTA Bretagne.

Les matériaux élastomères sont largement utilisés dans diverses applications industrielles en raison de leurs propriétés mécaniques remarquables, telles que leur amortissement et leur capacité à subir de grandes déformations. C’est notamment le cas de l’industrie antivibratoire automobile, dans laquelle les parties en élastomère des pièces sont soumises à des chargements cycliques de par leur fonction. Ces chargements cycliques finissent par mener à la ruine des pièces par fatigue mécanique, qui reste à ce jour le phénomène le plus difficile à prendre en compte dans l’étape de conception. De manière générale, de nombreux paramètres ont une forte influence sur les propriétés en fatigue, et sont à considérer en même temps : la formulation des matériaux, les procédés de fabrication, l’environnement, les conditions de chargement, etc. De plus, l’endommagement en fatigue intervient à l’échelle de la microstructure du matériau considéré. Une description précise de cette dernière est donc nécessaire, ainsi qu’une compréhension des mécanismes mis en jeu à cette échelle, ce qui peut s’avérer d’une grande complexité.

Les parties en élastomère des pièces fabriquées au sein de l’entreprise Vibracoustic sont, dans la grande majorité des cas, faites à base de caoutchouc naturel. Cet élastomère est reconnu pour sa bonne résistance en fatigue, souvent attribuée à sa faculté à cristalliser sous tension. Il est cependant impossible de l’utiliser pour des applications dont la température d’utilisation en continu excède les 90°C. Ainsi, pour des pièces proches des parties chaudes du véhicule, tel que le catalyseur du pot d’échappement, il est nécessaire de changer de matériau et d’utiliser des élastomères synthétiques qui résistent bien mieux aux hautes températures. En revanche, ces derniers ne présentent que peu, voire pas, la faculté à cristalliser sous tension. Lorsque le caoutchouc naturel ne peut plus être utilisé, l’élastomère synthétique EPDM (*Ethylene Propylene Diene Monomer*) est un des choix privilégiés à Vibracoustic en raison de son faible prix au kilogramme et de sa température maximale d’utilisation en continu pouvant aller jusqu’à environ 140°C.

Bien que l’EPDM conserve de bonnes propriétés mécaniques à haute température, son comportement en fatigue diffère grandement de celui du caoutchouc naturel. Un des problèmes majeurs que rencontrent les services chargés de la conception des pièces en EPDM est la grande dispersion des résultats en fatigue. En effet, pour une géométrie de pièce et un chargement donnés, il n’est pas rare d’observer, pour un EPDM, une disper-

sion des durées de vie en fatigue d'environ trois décades. En comparaison, une dispersion inférieure à une décade est généralement constatée pour les pièces en caoutchouc naturel. De plus, le retour d'expérience au sein de l'entreprise Vibracoustic montre que l'EPDM est un élastomère très sensible aux défauts géométriques. La zone de la bavure, défaut de moule systématiquement présent sur toutes les pièces en élastomères, est potentiellement à l'origine de l'amorçage de fissures de fatigue. Si sa présence est nocive dans certains cas pour le caoutchouc naturel, elle est dramatique pour l'EPDM, pour lequel une grande partie des pièces testées en fatigue rompt à cause de ce défaut. Par ailleurs, l'EPDM présente une mauvaise résistance à la fissuration en fatigue, surtout en comparaison avec le caoutchouc naturel. Enfin, c'est un matériau dont le comportement en fatigue est mal compris. Il est peu utilisé industriellement dans des applications où un dimensionnement en fatigue est nécessaire, et il est très peu étudié dans la littérature scientifique.

Sur la base du contexte et des problématiques énoncés dans les paragraphes précédents, il apparaît nécessaire, aussi bien scientifiquement qu'industriellement, d'étudier le comportement en fatigue de l'élastomère synthétique EPDM. Les objectifs de la thèse sont les suivants :

1. Caractériser le comportement en fatigue d'un EPDM industriel ;
2. Identifier les défauts critiques vis-à-vis de la résistance en fatigue et comprendre les mécanismes d'amorçage et de propagation autour de ces derniers ;
3. Évaluer la criticité des défauts géométriques (bavures) et microstructuraux (inclusions) ;
4. Trouver l'origine de la dispersion des résultats en fatigue, et analyser les mécanismes d'endommagement associés à cette dispersion dans le but de la réduire.

Dans le but de répondre à ces objectifs, le présent manuscrit s'articule en quatre parties distinctes, elles-mêmes scindées en différents chapitres. La partie I permet d'introduire l'étude en présentant le contexte bibliographique global ainsi que les outils expérimentaux employés. Le chapitre 1 présente tout d'abord quelques généralités sur les élastomères, notamment sur leur mise en forme et leur comportement mécanique en grandes déformations. Il vise également à présenter les concepts généraux de la fatigue au travers des deux grandes approches classiquement adoptées : les durées de vie en fatigue et la propagation de fissures de fatigue. Le chapitre 2 permet quant à lui d'introduire les deux EPDM étudiés, et d'exposer les différents dispositifs expérimentaux utilisés.

La partie II se concentre sur la caractérisation en fatigue des matériaux. Le chapitre 3 présente les propriétés en fatigue aussi bien en durées de vie qu'en propagation de fissures. Dans le chapitre 4, une méthode de caractérisation rapide basée sur la mesure de l'auto-échauffement du matériau est développée. Elle permet de prédire globalement les résultats de durées de vie en fatigue et de reconstruire un diagramme de Haigh complet.

La partie III s'attache à décrire l'endommagement en fatigue de l'EPDM à l'échelle de sa microstructure afin de définir et mieux comprendre les phases d'amorçage et de propagation de fissures. Dans le chapitre 5, l'endommagement sur les défauts naturellement présents dans les éprouvettes est étudié. Les différents sites d'amorçage de fissures sont identifiés, et les mécanismes d'endommagement qui leur sont associés sont analysés. Un scénario d'endommagement global de l'EPDM est finalement proposé. Puis, dans le chapitre 6, l'influence de la taille des défauts sur les différentes phases de la durée de vie en fatigue est quantifiée à l'aide de défauts calibrés. Enfin, dans le chapitre 7, les vitesses de propagation de fissures de fatigue associées aux expérimentations des deux chapitres précédents sont analysées. Une procédure de simulation numérique est par ailleurs déve-

loppée pour chaque géométrie d'éprouvette, dans le but d'effectuer une analyse commune de l'ensemble des courbes de propagation de fissures établies dans ces travaux de thèse.

Finalement, la partie IV permet de faire le lien entre les durées de vie en fatigue obtenues dans la partie II et les caractéristiques géométriques et microstructurales des défauts critiques identifiés dans la partie III. Dans ce contexte, les bavures sont tout d'abord considérées au travers du chapitre 8, puis les inclusions sont traitées dans le chapitre 9. Les résultats obtenus dans ces deux chapitres sont réunis dans le chapitre 10 afin d'en effectuer une analyse unifiée. Enfin, une conclusion générale est présentée. Elle permet, d'une part, de faire le bilan des résultats et des principales contributions de ce travail de thèse, et d'autre part de proposer des perspectives à cette étude.



## Première partie

# Contexte bibliographique, matériaux et méthodes



# Chapitre 1

## Contexte bibliographique de l'étude

---

Ce chapitre bibliographique a pour objectif de présenter les notions élémentaires nécessaires à la compréhension du comportement mécanique des élastomères. Dans un premier temps, des informations très générales sur les élastomères et leurs procédés de fabrication sont proposées. Puis, les principales propriétés mécaniques spécifiques des élastomères sont introduites. Enfin, les concepts généraux de la fatigue des élastomères sont présentés. Une bibliographie plus détaillée du comportement en fatigue des EPDM est proposée au chapitre 3 lors de la caractérisation des propriétés des matériaux de ce travail de thèse.

---

### Sommaire

1.1	Les élastomères . . . . .	<b>8</b>
1.1.1	Définitions . . . . .	8
1.1.2	Les différentes familles d'élastomères . . . . .	8
1.1.3	Les procédés de fabrication . . . . .	10
1.2	Le comportement mécanique des élastomères . . . . .	<b>15</b>
1.2.1	Hyperélasticité . . . . .	15
1.2.2	Hystérésis mécanique . . . . .	16
1.2.3	Relaxation et fluage . . . . .	17
1.2.4	Effet Mullins . . . . .	17
1.2.5	Effet Payne . . . . .	18
1.3	La fatigue des élastomères . . . . .	<b>19</b>
1.3.1	Historique de la fatigue des matériaux . . . . .	19
1.3.2	Approche en durée de vie en fatigue dans le cas des élastomères . . . . .	20
1.3.3	Approche en propagation de fissures de fatigue dans le cas des élastomères . . . . .	22
1.3.4	Influence du rapport de charge sur la résistance en fatigue des élastomères . . . . .	25
1.4	Conclusions . . . . .	<b>27</b>

---



## 1.1 Les élastomères

Cette section a pour but de présenter les spécificités des matériaux élastomères. Les différentes familles de matrices polymères servant de base à ces matériaux sont introduites. Puis les différentes étapes du procédé de fabrication utilisé par Vibracoustic pour obtenir ses pièces élastomères sont détaillées. La plupart des informations données dans cette section sont issues d'une formation dispensée par l'IFOCA sur la formulation des élastomères. Cette dernière a été effectuée en septembre 2017 (IFOCA, 2017).

### 1.1.1 Définitions

De manière générale, un élastomère est un polymère présentant une élasticité caoutchoutique (Nič *et al.*, 2009). Cela signifie qu'il supporte de très grandes déformations, presque totalement réversibles, avant rupture (typiquement plusieurs centaines de pourcents).

La plupart des élastomères sont des thermodurcissables faiblement réticulés. La réticulation correspond à la formation d'un réseau tridimensionnel dans le polymère par la création de liaisons covalentes entre les chaînes macromoléculaires. Cette création de ponts entre les chaînes se fait à l'aide d'un système de réticulation souvent complexe qui réagit sous l'action de la température et éventuellement de la pression. Il existe aussi des élastomères thermoplastiques mais ils ne sont actuellement pas utilisés au sein de l'entreprise Vibracoustic pour assurer la fonction antivibratoire des pièces. La suite du document se concentre donc uniquement sur les élastomères réticulés.

### 1.1.2 Les différentes familles d'élastomères

Le principal constituant d'un élastomère est sa matrice polymère, autrement appelée gomme. Cette dernière intervient au premier ordre sur les propriétés finales du matériau. C'est pourquoi on se réfère souvent à un élastomère par le nom de sa gomme. Le caoutchouc naturel, aussi appelé NR pour *Natural Rubber*, se démarque des autres car c'est la seule gomme industrielle qui n'est pas synthétisée par l'homme mais produite par un arbre : l'hévéa. La première réaction de réticulation de cette matrice polymère est réalisée en 1839 par Charles Goodyear. Le NR une fois réticulé présente une très grande élasticité, un bon comportement dynamique et il possède la faculté de cristalliser sous tension, ce qui lui confère une grande résistance au déchirement (Mars et Fatemi, 2002). Il est longtemps resté l'un des seuls élastomères connus de l'homme, et il est encore aujourd'hui l'élastomère le plus vendu au monde (cf. Tableau 1.1).

Total	NR	Elastomères synthétiques	EPDM	SBR
26 294	12 136	14 179	1 260	5 762

Tableau 1.1 – Production mondiale de gomme élastomère en 2014 (en kilo tonnes)<sup>1</sup>.

Il faut attendre 1909 pour voir une équipe de chimistes de l'entreprise Bayer obtenir pour la première fois une version synthétique du caoutchouc naturel, appelé IR. En 1925, le prix du NR est devenu tellement élevé que les industriels commencent à explorer plus en profondeur des méthodes pour synthétiser des gommes et ainsi être commercialement compétitifs. C'est dans ce contexte que le SBR (*Styrene Butadiene Rubber*) est synthétisé pour la première fois en 1929 par un chimiste Allemand du nom de Walter Bock. Les choses s'accélérent lors de la seconde guerre mondiale, durant laquelle l'approvisionnement en NR par l'Asie vers le reste du monde est bloqué. En réponse, les Etats-Unis industrialisent

1. <http://www.rubberstudy.com/>

massivement la production de SBR, qui est l'élastomère synthétique le plus utilisé dans le monde (cf. Tableau 1.1).

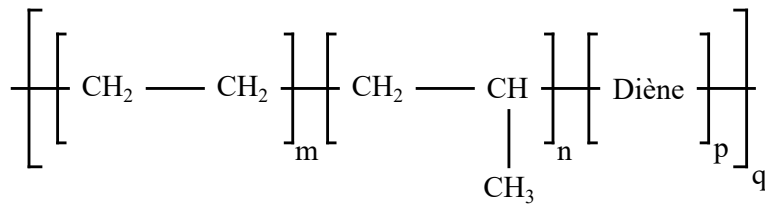


FIGURE 1.1 – Formule chimique de l'EPDM.

L'EPDM (*Ethylene Propylene Diene Monomer*) est un terpolymère dont la formule chimique est schématisée sur la Figure 1.1. Il est introduit sur le marché au début des années 60 par les entreprises DuPont, Exxon et Uniroyal Chemical, et sa production annuelle est environ dix fois inférieure à celle du NR (cf. Tableau 1.1). L'EPDM est surtout reconnu pour sa résistance à la température, à l'ozone et au vieillissement. De plus, suivant les proportions de chacun des groupes fonctionnels, cet élastomère synthétique peut, dans certains cas, cristalliser sous tension (Ma *et al.*, 2006). Ses principales applications sont l'antivibrateur automobile et les joints et membranes d'étanchéité.

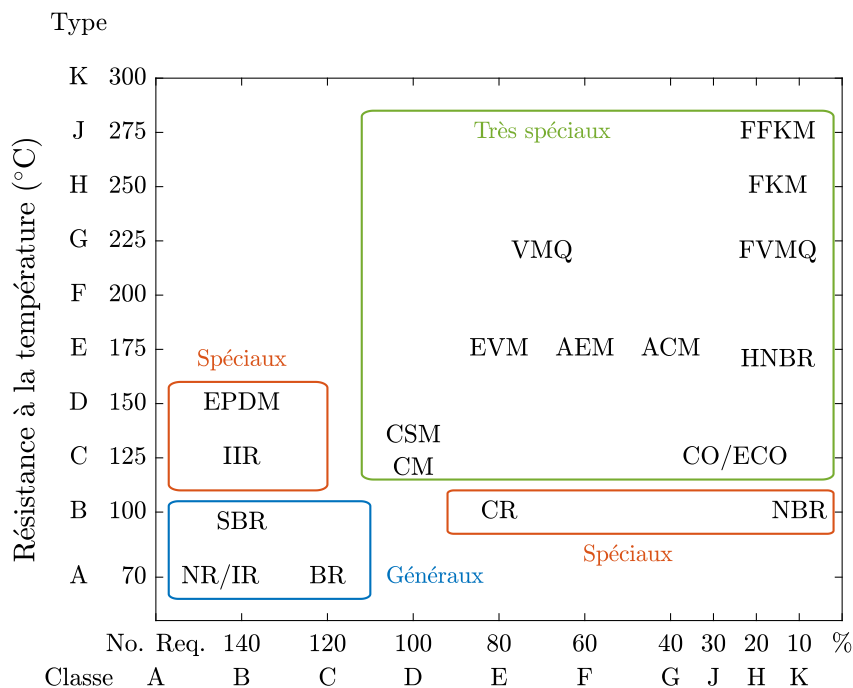


FIGURE 1.2 – Classification ASTM D2000 des élastomères dans les différentes familles, retracé d'après IFOCA (2017).

Il existe une très grande variété de gommes, chacune possédant des caractéristiques qui lui sont propres. Sur la Figure 1.2 sont illustrées les résistances à la température et aux huiles d'un certain nombre de gommes. On y voit notamment que les élastomères se répartissent dans trois grandes familles en fonction de leur application (IFOCA, 2017) :

- Les élastomères généraux, présentant de bonnes propriétés mécaniques à des températures modérées, et utilisés pour des applications courantes. Ils sont cependant assez sensibles au vieillissement et aux huiles hydrocarbonées ;
- Les élastomères spéciaux, ayant une meilleure tenue à la température, au vieillissement et à certains fluides. Ils sont utilisés pour des applications spécifiques ;

- Les élastomères très spéciaux, réservés aux applications très spécifiques. Ils disposent généralement d'une température d'utilisation très élevée mais aussi d'une grande inertie chimique. En revanche ils sont aussi très chers et parfois délicats à mettre en œuvre.

Ainsi, pour une application nécessitant une température d'utilisation maximale supérieure à 100°C, sans besoin particulier pour la résistance aux huiles, l'EPDM apparaît naturellement comme un bon candidat (cf. Figure 1.2).

### 1.1.3 Les procédés de fabrication

Trois étapes sont nécessaires à la fabrication d'un élastomère. La première est la formulation, qui correspond au choix et au dosage de tous les composants du matériau. Cette étape est suivie du mélangeage de ces composants dans le but d'obtenir un produit homogène et utilisable pour la dernière étape : le moulage. Pendant celui-ci, l'élastomère est mis en forme et acquiert ses propriétés mécaniques finales. Ces 3 étapes sont détaillées dans la suite de cette section.

#### 1.1.3.1 La formulation

Les matrices élastomères ne peuvent être utilisées seules et nécessitent obligatoirement l'adjonction de différents produits aux rôles bien définis. La formulation est l'art de choisir et d'associer ces produits pour conférer à l'élastomère les propriétés spécifiques traduites du cahier des charges fonctionnel de la pièce à réaliser. La formulation permet (IFOCA, 2017) :

- De réticuler l'élastomère ;
- De régler sa raideur et sa rigidification dynamique ;
- D'améliorer sa résistance (à la fatigue, à l'usure, aux coupures, aux huiles, etc.) ;
- D'améliorer et de faciliter sa mise en œuvre ;
- De le protéger de son environnement.

Les possibilités de formulation sont infinies, et chaque ingrédient a potentiellement une influence sur plusieurs propriétés du matériau. L'optimisation d'une propriété mécanique et/ou physico-chimique se fera souvent au détriment d'une autre. C'est pourquoi la formulation finale est généralement le fruit d'un compromis. Dans les cas les plus classiques, la formulation aura la composition suivante :

- **Une matrice polymère**, qui est le principal constituant de l'élastomère, et le premier produit à choisir en fonction du cahier des charges (cf. § 1.1.2). Il existe aussi des « coupages » de plusieurs matrices différentes qui permettent de bénéficier de synergies de propriétés. Toutefois, cela peut induire des difficultés de mise en œuvre.
- **Un système de réticulation**, qui permet la création de liaisons chimiques entre les chaînes macromoléculaires. C'est grâce à cette réticulation que les élastomères ont des propriétés élastiques. Il existe deux principaux systèmes de réticulation :
  1. Ceux à base de soufre, qui s'accompagnent d'activateurs (généralement de l'oxyde de zinc) et d'accélérateurs pour jouer sur la cinétique de la réaction. Les ponts créés entre les chaînes sont composés d'un ou plusieurs atomes de soufre. Cette réticulation à base de soufre est aussi appelée vulcanisation ;
  2. Ceux à base de peroxyde, éventuellement accompagnés d'un co-agent. Les ponts créés dans ce cas sont des liaisons covalentes carbone-carbone entre les chaînes macromoléculaires. Les avantages et inconvénients de chaque système de vulcanisation sont résumés dans le Tableau 1.2.

	Soufre	Peroxyde
Avantages	Possibilité d'adaptation de la cinétique Bon compromis des propriétés mécaniques	Système quasi universel Bonne résistance à la chaleur Système facile à élaborer Pas de réversion
Inconvénients	Limité aux élastomères insaturés Système complexe à élaborer Résistance à la chaleur limitée	Propriétés mécaniques faibles Limitations de formulation Problèmes de mise en œuvre

Tableau 1.2 – Avantages et inconvénients de chaque système de réticulation (IFOCA, 2017).

- **Des charges**, qui peuvent être classées de la manière suivante :
  - Les charges renforçantes qui permettent d'augmenter de manière significative la dureté du mélange. Les deux plus utilisées sont le noir de carbone et la silice ;
  - Les charges semi-renforçantes qui sont incorporées afin d'accroître de manière modérée les propriétés mécaniques du mélange (par exemple le kaolin) ;
  - Les charges de dilution, telles que la craie ou le talc, qui sont utilisées pour réduire le coût de production de la pièce.
- **Des agents de protection**, qui permettent de limiter les effets de l'environnement tels que la température, l'ozone ou encore la lumière. Des agents de mise en œuvre, aussi appelés plastifiants, qui permettent de faciliter le mélangeage et l'injection de l'élastomère. La plupart du temps, ce sont des huiles dérivées du pétrole, dont la chimie doit être compatible avec celle de la matrice polymère choisie.

A titre d'exemple, une formulation est fournie dans le Tableau 1.3. Par convention, les quantités de chaque produit sont données en pce qui signifie « pour cent parts (en masse) d'élastomère », ou phr en anglais pour *per hundred rubber*.

Type	Produit	pce
Matrice élastomère	EPDM	100
Charges	Noir de carbone (N330)	30
	Soufre	2
	Oxyde de zinc	5
Système de vulcanisation	Acide stéarique	1,5
	CBS	1
Agent de mise en œuvre	Plastifiant	7

Tableau 1.3 – Exemple de formulation d'un EPDM (Chou *et al.*, 2007).

### 1.1.3.2 Le mélangeage

L'étape de mélangeage consiste à incorporer les différents ingrédients à la matrice polymère dans le but d'obtenir le mélange le plus homogène possible. Généralement, les produits solides (soufre, oxyde de zinc, charges, etc.) sont ajoutés sous forme de poudre, et le mélangeage a pour but de détruire les granules qui constituent cette poudre afin de distribuer et disperser les produits. Un bon mélangeage se traduit par une bonne dispersion et une bonne distribution des produits (cf. Figure 1.3).

Le noir de carbone est la charge renforçante la plus couramment utilisée dans les formulations d'élastomères. En effet, elle est naturellement chimiquement compatible avec les élastomères dont les chaînes macromoléculaires ont un squelette carboné. De plus, le

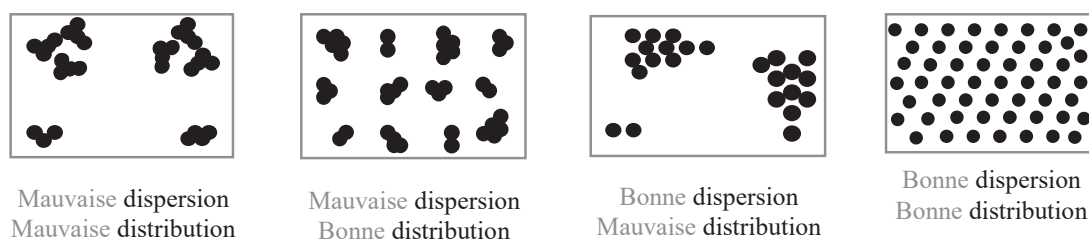


FIGURE 1.3 – Notions de dispersion et de distribution (Collin, 2004).

noir de carbone constitue une part importante de la composition de l'élastomère, comme on peut le voir sur la formulation donnée en exemple dans le Tableau 1.3. Il convient donc de décrire plus en détail les tailles caractéristiques de ce produit, qui sont illustrées en Figure 1.4 (Collin, 2004) :

- La particule élémentaire, aussi appelée noir colloïdal, qui est de forme sphérique dont le diamètre varie entre 10 nm et 40 nm ;
- L'agrégat, composé de particules élémentaires qui constituent une structure indestructible, dont les dimensions varient entre 50 nm et 500 nm. C'est la plus petite forme sous laquelle on retrouve le noir de carbone dans un élastomère. C'est la taille recherchée lors du mélangeage, car ce sont ces agrégats qui sont responsables du renforcement ;
- L'agglomérat, qui est un regroupement d'agrégats, mesurant entre 200 nm et 50  $\mu$ m, voire plus. C'est la taille de noir de carbone qu'il faut éviter lors du mélangeage car comme cela est décrit dans la suite du document, ils agissent comme des sites privilégiés d'amorçage de fissures de fatigue ;
- Le granulé, qui est la forme dans laquelle la charge est introduite dans le mélange. Ses dimensions sont de l'ordre du millimètre, et il est relativement aisé de le rompre.

Il est à noter que ceci n'est pas spécifique au noir de carbone, et que chaque produit mal mélangé peut potentiellement exister sous la forme d'un agglomérat.

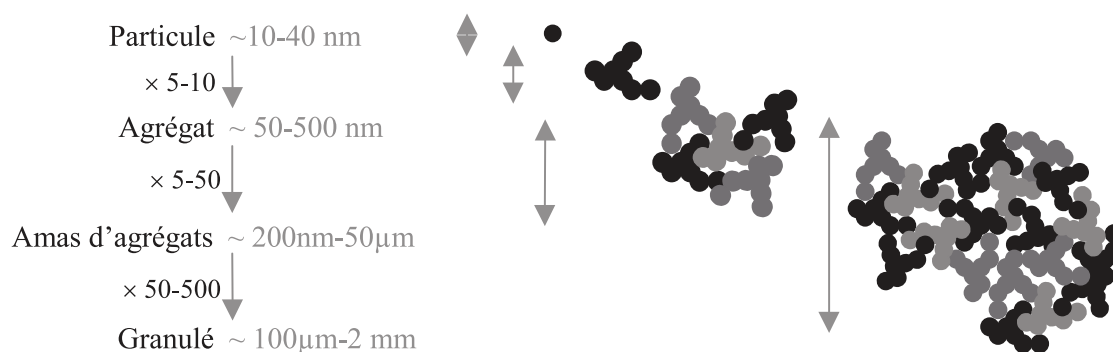


FIGURE 1.4 – Tailles caractéristiques du noir de carbone (Collin, 2004).

En pratique, le mélangeage est réalisé sur deux types de mélangeurs : les mélangeurs internes et externes. Le mélangeur interne (cf. Figure 1.5) est composé d'une chambre régulée en température dans laquelle deux rotors tournent en sens opposés. Le temps de mélangeage, la vitesse de rotation des rotors, la température dans la chambre mais aussi l'ordre dans lequel les produits sont ajoutés au mélange sont des paramètres clés ayant une influence notable sur les propriétés finales de l'élastomère. Une procédure classique consiste à malaxer la matrice polymère seule pendant un certain temps avant d'incorporer les charges et les agents de protections. Viennent ensuite les plastifiants et les accélérateurs.



FIGURE 1.5 – Exemple de mélangeur interne<sup>2</sup>.

Le mélange est ensuite laissé au repos pendant environ 24 heures, puis est transféré sur un mélangeur externe (cf. Figure 1.6). Ce dernier est composé de deux cylindres réglés en température et tournant en sens inverse. C'est seulement pendant cette étape du mélangeage que le reste du système de vulcanisation est incorporé, et ce afin de limiter au maximum une réticulation prématurée du mélange pendant les premières phases du mélangeage.



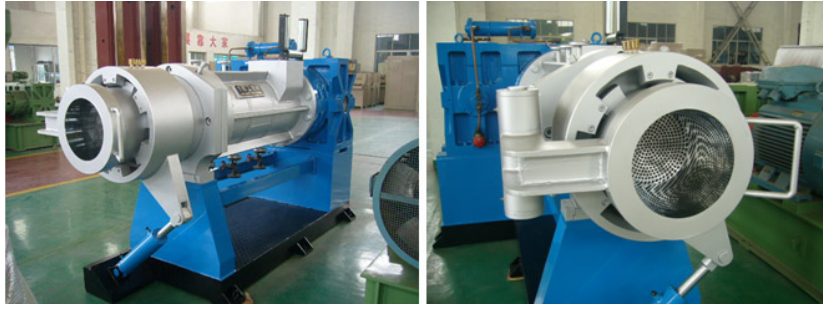
FIGURE 1.6 – Exemple de mélangeur externe<sup>2</sup>.

Une étape supplémentaire peut être réalisée dans le but de limiter la taille des agglomérats dans le matériau. Cette dernière consiste à forcer le passage de la matière à travers une grille appelée *strainer* (signifiant « passoire » en français) dont la taille des orifices est maîtrisée (cf. Figure 1.7). Ce *strainer* agit comme un filtre qui empêche les plus gros agglomérats de se retrouver dans la pièce finale.

A la fin du processus de mélangeage, le mélange, pas encore réticulé, est appelé « cru ». Il est transporté et reçu dans les locaux de Vibracoustic Nantes sous la forme de longues bandes de sections rectangulaires de dimensions 10 x 40 mm. Il est préférable de conserver le cru dans un environnement contrôlé en température afin de diminuer au maximum la cinétique de réticulation et d'augmenter son temps de conservation avant moulage.

---

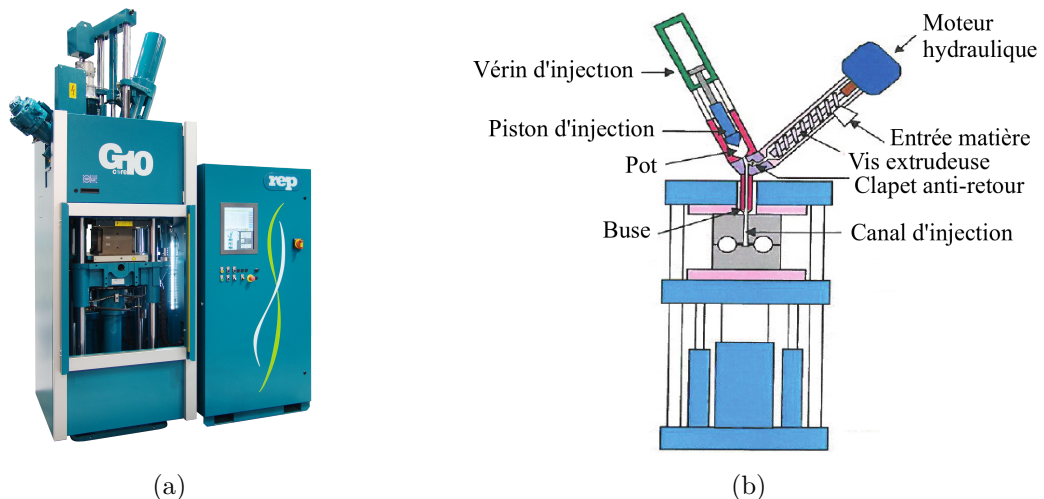
2. <https://www.globalsources.com/si/AS/Qingdao-Haililai/>

FIGURE 1.7 – Exemple de *strainer*<sup>3</sup>.

### 1.1.3.3 Le moulage

Il existe plusieurs méthodes de mise en forme des élastomères, mais toutes les pièces et éprouvettes produites par Vibracoustic sont réalisées par moulage par injection. C'est donc le seul procédé qui sera décrit dans cette section.

Le moulage par injection est une étape où la matière est à la fois mise en forme et réticulée. Il permet l'obtention de géométries complexes et variées tout en respectant des cadences de production adaptées à l'industrie automobile. Une presse d'injection est présentée sur la Figure 1.8.

FIGURE 1.8 – (a) Exemple de presse d'injection pour élastomère<sup>4</sup> et (b) schéma illustrant le principe général de fonctionnement.

Les bandes de matière issues de l'étape de mélangeage sont introduites dans la presse et arrivent dans la vis extrudeuse qui réchauffe et malaxe le mélange. La matière est ensuite poussée par cette même vis dans le pot de l'unité d'injection. Le piston vient alors pousser la matière dans les empreintes du moule, puis appliquer une pression de maintien afin de la compacter. Le moule est régulé en température, typiquement aux alentours de 165°C. Ainsi, lorsque la matière arrive dans les empreintes, la réaction de réticulation peut démarrer rapidement sans être déclenchée préalablement dans les canaux d'injection. Les élastomères conduisant très mal la chaleur, la matière en contact avec la surface du moule va réticuler plus vite que celle au cœur de la pièce. Il est donc nécessaire de laisser la matière « cuire » dans le moule un certain temps afin d'obtenir une réticulation homogène.

3. <http://www.nanjingmixer.com/>

4. <http://www.repinjection.fr/>



dans toute la pièce. Les paramètres clés du moulage sont donc la température de la matière dans le pot, la vitesse d'injection, la température du moule et le temps de cuisson. A la fin du moulage, et après retour à température ambiante, les pièces élastomères disposent de leurs propriétés mécaniques finales.

### Bilan de la section 1.1

A la suite de cette brève description des étapes nécessaires à la réalisation d'une pièce élastomère, il apparaît que chacune d'entre elles est complexe et fait intervenir un grand nombre de paramètres ayant potentiellement une influence notable sur les propriétés mécaniques finales des pièces. La suite de ce document se concentre sur les propriétés mécaniques classiques des élastomères.

## 1.2 Le comportement mécanique des élastomères

Bien qu'il existe une infinité de formulations possibles menant à des propriétés physico-chimiques différentes, les élastomères, une fois mis en forme et réticulés, présentent certaines propriétés mécaniques communes. Le but de cette section est de décrire de manière succincte quelques-unes de ces propriétés afin de mieux appréhender le comportement complexe des élastomères.

### 1.2.1 Hyperélasticité

Les élastomères sont caractérisés par leur aptitude à supporter de très grandes déformations de façon réversible. Une courbe de traction uniaxiale à rupture représentant la contrainte nominale en fonction de l'élongation illustre cette hyperélasticité sur la Figure 1.9. Cette courbe, fortement non-linéaire, fait apparaître deux inflexions qui délimitent ainsi trois domaines. Chacun d'eux peut être associé à une physique de déformation des réseaux de chaînes différente (Verron, 2018) :

- Le premier domaine ( $\lambda < 1,5$ ) correspond à l'orientation des chaînes macromoléculaires dans la direction de traction ;
- Le deuxième domaine ( $1,5 < \lambda < 4$ ) traduit le désenchevêtrement des chaînes ;
- Le troisième domaine ( $\lambda > 4$ ), appelé raidissement, est associé à la limite d'extension des chaînes.

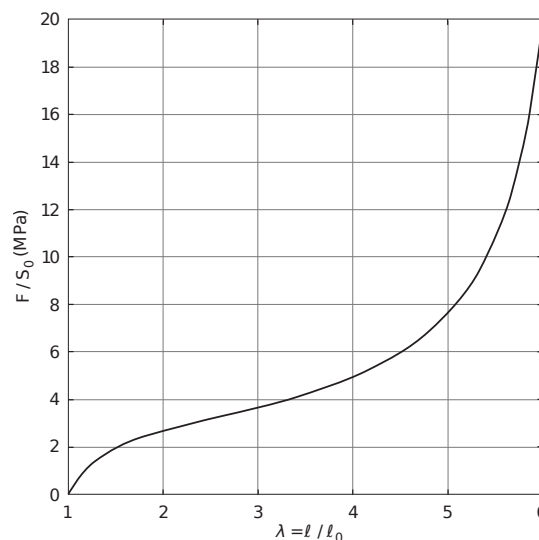


FIGURE 1.9 – Courbe de traction d'un élastomère (Verron, 2018).

Le dimensionnement des pièces élastomères nécessitant l'utilisation de simulations numériques, il est essentiel de choisir un modèle de comportement adapté, capable de représenter cette évolution. Afin de répondre à ces exigences, le cadre théorique de l'hyperélasticité est classiquement utilisé. Cette théorie postule l'existence d'une densité d'énergie de déformation dont dérivent les contraintes. Cette densité est le plus souvent notée  $W$ , et de très nombreuses expressions mathématiques, plus ou moins complexes, représentant l'évolution de  $W$ , sont disponibles dans la littérature (Verron, 2018).

Deux grandes familles de modèles se distinguent (Treloar, 1975) :

- Les modèles physiques qui, basés sur la statistique des chaînes, cherchent à caractériser le comportement macroscopique du matériau à partir du comportement d'une ou plusieurs chaînes macromoléculaires ;
- Les modèles phénoménologiques qui cherchent à développer des équations mathématiques de  $W$  sans se pencher sur l'interprétation physique des paramètres du modèle.

Parmi les modèles phénoménologiques existant, le modèle de Mooney-Rivlin est un des plus couramment utilisé pour sa bonne stabilité numérique, et sa simplicité d'identification. Sa formulation mathématique est la suivante (Mooney, 1940) :

$$W(I_1, I_2) = C_{10}(I_1 - 3) + C_{01}(I_2 - 1), \quad (1.1)$$

avec  $I_1$  et  $I_2$  les deux premiers invariants du tenseur des déformations de Cauchy Green droit (ou gauche), et  $C_{10}$  et  $C_{01}$  les deux paramètres matériaux à identifier. Ce modèle fournit généralement des résultats satisfaisants pour des élongations allant jusqu'à  $\lambda = 2,5$ .

### 1.2.2 Hystérésis mécanique

En pratique, le comportement du matériau n'est pas parfaitement réversible. En effet, il existe une différence entre les valeurs de contraintes prises pendant la charge et celles prises pendant la décharge pour une même déformation : c'est l'hystérésis mécanique. Ce phénomène est illustré sur la courbe de la Figure 1.10 représentant la contrainte nominale en fonction de l'élongation lors d'un cycle de charge – décharge.

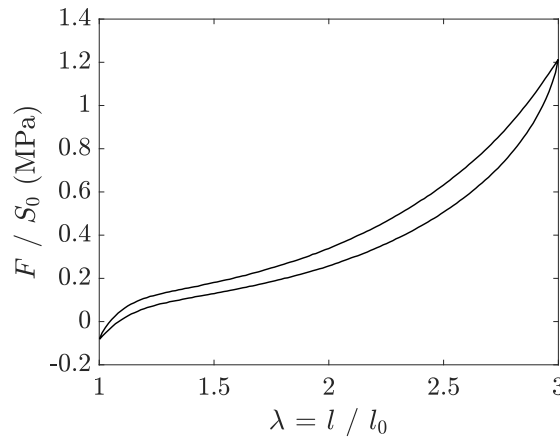


FIGURE 1.10 – Hystérésis mécanique d'un EPDM sur éprouvette de cisaillement pur.

L'aire définie par la boucle d'hystérésis correspond à l'énergie dissipée ou stockée par le matériau, et une partie de celle-ci est transformée en chaleur. Une conséquence directe de cette hystérésis est l'augmentation de la température du matériau sous sollicitations cycliques. On parle classiquement d'auto-échauffement, notion qui sera abordée de manière plus approfondie dans le chapitre 4.

### 1.2.3 Relaxation et fluage

La relaxation et le fluage statique sont deux facettes d'un même phénomène : le déploiement au cours du temps des chaînes macromoléculaires sous l'effet d'un chargement constant. La relaxation se traduit par une diminution de la force à déplacement constant imposé, et le fluage par une augmentation du déplacement à force constante imposée. Ces effets sont illustrés sur la Figure 1.11.

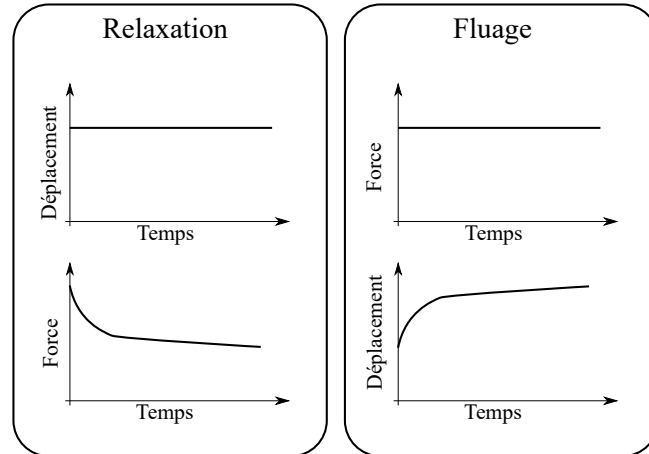


FIGURE 1.11 – Illustration des effets de relaxation et fluage.

### 1.2.4 Effet Mullins

Lorsque plusieurs cycles de chargement sont effectués sur un élastomère, un phénomène dit d'adoucissement ou d'accommodation se produit, dénommé effet Mullins. Il est visible sur la courbe de la Figure 1.12, où les valeurs de contraintes prises pendant les charges et décharges successives d'une éprouvette sollicitée en déplacement diminuent avec le nombre de cycles. La première observation de cet effet a été faite en 1903 par Bouasse et Carrière (1903), mais Mullins l'a étudié plus en détail dans ses travaux (Mullins, 1947, 1969). L'effet Mullins se caractérise ainsi de la manière suivante :

- Le niveau de contrainte nécessaire pour atteindre une déformation donnée est maximale au premier cycle, puis diminue petit à petit ;
- Le comportement à grande déformation ne dépend pas de l'historique de chargement du matériau à des déformations plus faibles.

Bien que cet effet soit clairement visible sur les propriétés mécaniques macroscopiques des élastomères, il n'existe pas aujourd'hui de consensus au sein de la communauté scientifique sur la définition et l'origine physique de l'effet Mullins.

Concernant la définition, certains auteurs considèrent qu'il s'agit uniquement de la chute de raideur entre le premier et le deuxième cycle (Marckmann *et al.*, 2002; Chagnon, 2003). Pour d'autres, c'est une chute de raideur sur les cinq premiers cycles (Miehe, 1995). Enfin, pour certains, le nombre de cycles n'est pas explicite mais correspond à celui nécessaire à une stabilisation de la boucle d'hystérésis (Bergström et Boyce, 1998; Diani *et al.*, 2009). Concernant l'origine physique de ce phénomène, plusieurs propositions sont faites dans la littérature (Diani *et al.*, 2009) : la rupture des liaisons entre les charges et les macromolécules, le glissement des macromolécules autour des charges, la rupture des charges, la rupture de l'interface entre la gomme occluse (gomme emprisonnée dans les interstices des agrégats) et les charges ou encore le désenchevêtrement des macromolécules.

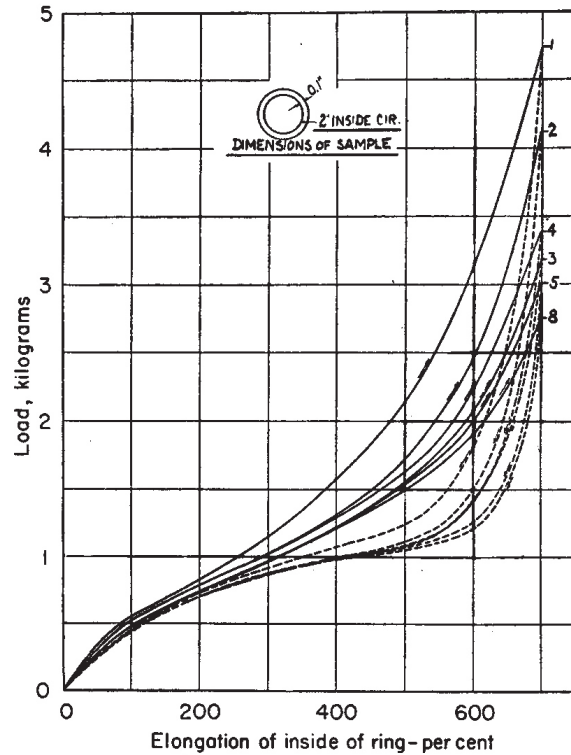
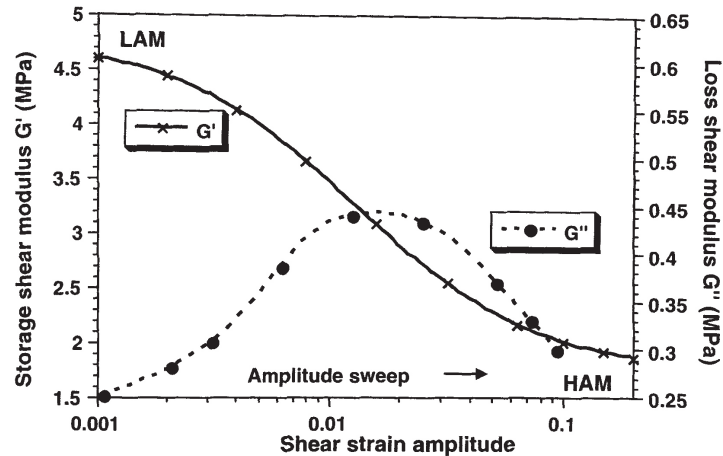


FIGURE 1.12 – Effet Mullins (Mullins, 1969).

### 1.2.5 Effet Payne

Lorsque l'amplitude de chargement en fatigue diminue, la raideur de la pièce évolue peu. Toutefois, si l'amplitude de sollicitation devient très faible, un phénomène très significatif de raidissement apparaît : c'est l'effet Payne (ou Fletcher-Gent). Il est illustré sur la Figure 1.13 avec l'augmentation du module de conservation  $G'$  lorsque l'amplitude du chargement diminue. Cet effet est aussi associé à un pic sur le module de perte  $G''$  traduisant une dissipation d'énergie d'autant plus élevée que l'augmentation de  $G'$  est importante. Ce raidissement à faible amplitude semble avoir été mis en évidence dans un premier temps par Fletcher et Gent (1954), puis étudié plus en profondeur par Payne (1962).


 FIGURE 1.13 – Illustration de l'effet Payne (Chazeau *et al.*, 2000).

Il n'existe pas à ce jour d'explication physique unique faisant consensus sur l'origine microscopique de l'effet Payne. Cependant, sachant qu'aucun raidissement n'est observé pour les matériaux non chargés, les charges renforçantes ont un rôle central dans cet effet. Deux types de processus sont alors classiquement proposés pour interpréter le phénomène (Majesté, 2017) :

- Des mécanismes de désagglomération ou rupture de réseau de charges ;
- Des mécanismes mis en jeu à l'interface charge-matrice.

#### Bilan de la section 1.2

Cette section a permis de mettre en évidence la complexité du comportement mécanique des élastomères. La suivante se concentre plus spécifiquement sur la tenue à la fatigue.

## 1.3 La fatigue des élastomères

Le phénomène de fatigue correspond à l'endommagement d'une structure sous l'effet d'un chargement répété. Celui-ci peut être de plusieurs natures (mécanique, thermique, etc.) et d'une grande complexité (multiaxial, avec de nombreuses fréquences et amplitudes différentes, etc.). La rupture en fatigue d'une structure intervient à des niveaux de chargement très inférieurs à ceux menant à la rupture statique de celle-ci. Il est donc indispensable de la prendre en compte lors de la phase de dimensionnement.

Cette section a pour objectif de présenter les concepts généraux de la fatigue des matériaux. Dans un premier temps, un bref historique de ce phénomène est réalisé. Celui-ci permet de mettre en avant les deux grandes approches utilisées pour caractériser le comportement en fatigue des matériaux : celle en durée de vie et celle en propagation. Ces approches sont détaillées dans un second temps pour le cas spécifique des élastomères. L'utilisation industrielle des élastomères étant relativement récente par rapport aux métaux, le développement des méthodes pour l'étude du comportement en fatigue des matériaux a été guidé dans un premier temps par les métaux.

### 1.3.1 Historique de la fatigue des matériaux

Les recherches sur la rupture en fatigue mécanique des matériaux commencent au 19<sup>ème</sup> siècle avec les métaux. La première étude scientifique traitant de ce phénomène semble être celle de Albert (1838), mais c'est généralement l'ouvrage de Poncelet (1839) qui est crédité pour l'introduction du terme « fatigue ». Plus tard, Wöhler (1860) réalise des essais de rupture en fatigue pour de nombreuses pièces à plusieurs niveaux de chargement mécanique et construit de manière rigoureuse la première courbe de durée de vie en fatigue, aussi appelée « courbe de Wöhler » (ou encore *S-N curve* en anglais). Ce type de courbe représente en abscisse la durée de vie en fatigue (généralement le nombre de cycles) et en ordonnée un paramètre représentatif du phénomène de fatigue (par exemple l'amplitude de contrainte). Durant ces essais, la pièce testée est supposée initialement saine (sans défauts de type fissures), et on cherche à déterminer le nombre de cycles nécessaire à la fin de vie de cette pièce : c'est l'approche en durée de vie.

Au début du 20<sup>ème</sup> siècle, Ewing et Humfrey (1903) réalisent des interruptions régulières de leurs essais de fatigue afin de prendre en photo les pièces testées. Ce protocole permet d'observer et d'analyser la manière dont s'endommage le matériau au cours de sa durée de vie. Ils mettent ainsi en évidence l'existence d'une phase de création de fissures, plus tard dénommée phase d'**amorçage**, qui est suivie d'une phase de **propagation**. L'amorçage d'une fissure de fatigue est un phénomène complexe se déroulant à l'échelle de

la microstructure du matériau considéré. La détection de cet amorçage peut être difficile, tout comme la compréhension des mécanismes physiques mis en jeu à cette échelle. De plus, la frontière entre amorçage et propagation est assez délicate à définir, car très dépendante du moyen d'observation. Ainsi, la prédiction du nombre de cycles de fatigue nécessaire à l'amorçage d'une fissure microscopique peut s'avérer compliquée. Les approches en durée de vie incluent les phases d'amorçage et de propagation dans le nombre de cycles nécessaire à la fin de vie (qui n'est pas nécessairement la rupture finale, comme détaillé dans la section 1.3.2.2).

Concernant la phase de propagation, il faut attendre les travaux de Griffith (1921) pour mieux comprendre ce phénomène. Il introduit la notion de taux de restitution d'énergie qui sert encore aujourd'hui de base pour la prédiction des vitesses de propagation de fissures de fatigue. Dans le cas des métaux, c'est le facteur d'intensité des contraintes introduit par Irwin (1957) qui est toujours utilisé. Dans tous les cas, les essais de propagation nécessitent l'existence d'une fissure dans la structure testée afin de quantifier sa vitesse de propagation sous un chargement donné : c'est l'approche en propagation. En pratique, la fissure peut être introduite soit par la présence d'une forte concentration de contrainte induite par la géométrie de l'éprouvette, soit par l'expérimentateur à l'aide d'un outil de découpe. Dans la suite de cette section, chaque approche est traitée séparément et on se focalise sur le cas particulier des élastomères.

### 1.3.2 Approche en durée de vie en fatigue dans le cas des élastomères

#### 1.3.2.1 Conduite d'un essai

La plupart des essais de fatigue mécanique réalisés sur des élastomères dans la littérature sont pilotés en déplacement. Ce pilotage apparaît le plus pratique en comparaison avec le pilotage en force, car les efforts mis en jeu lors des essais sont très faibles. Dans le cas de géométries d'éprouvettes suffisamment massives, ce dernier peut toutefois être envisagé (Le Gorju Jago et Bathias, 2002; Abraham *et al.*, 2005a). Cependant, les effets de relaxation et fluage décrits dans la section 1.2.3 se manifestent aussi de manière cyclique, ce qui implique une variation des paramètres mécaniques classiques utilisés pour représenter le chargement tout au long de l'essai (cf. Figure 1.14).

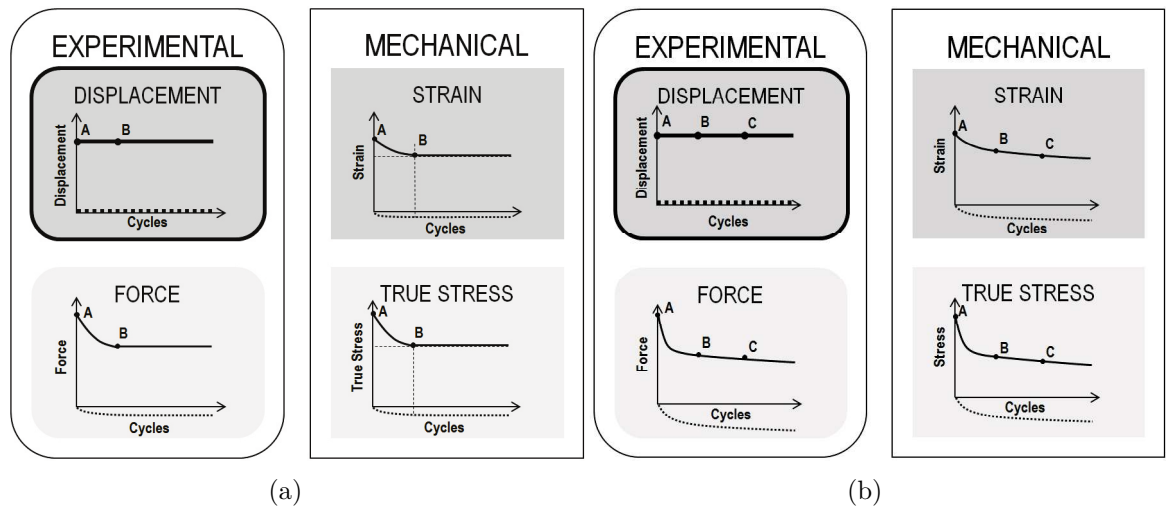


FIGURE 1.14 – Illustration des effets visqueux cycliques (Narynbek Ulu *et al.*, 2017) avec (a) la relaxation cyclique à déplacement imposé et (b) le fluage cyclique à force imposée.

### 1.3.2.2 Critère de fin de vie

Lorsque le pilotage de l'essai est choisi, il faut déterminer la manière dont est mesurée la durée de vie. Trois types de critère de fin de vie sont proposés dans la littérature :

- La rupture totale de l'éprouvette : c'est le critère le plus simple, et historiquement celui choisi dans la première étude en durée de vie sur élastomères (Cadwell *et al.*, 1940). C'est une approche toujours utilisée de nos jours (Poisson, 2012; El Yaagoubi *et al.*, 2018; Ruellan *et al.*, 2019). Cependant, ce critère n'est pas représentatif de la perte de fonctionnalité des pièces industrielles, et il est très dépendant de la géométrie des éprouvettes testées ;
- La détection optique d'une fissure : de nombreux auteurs utilisent ce type d'approche, et détectent généralement des fissures entre 1 mm et 2 mm (Robisson, 2000; Saintier, 2001; Bennani, 2006; Luo *et al.*, 2009; Ayoub, 2010). C'est un critère plus intrinsèque au matériau, mais qui est très dépendant du moyen d'observation et qui nécessite une surveillance avec une instrumentation spécifique régulière et donc coûteuse ;
- L'évolution d'un paramètre macroscopique : c'est un critère qui associe la fin de vie à l'évolution critique d'une grandeur. L'idée derrière ce type de critère est de détecter l'instant où l'endommagement en fatigue affecte les propriétés macroscopiques des matériaux. Il permet de prendre en compte un endommagement qui n'est pas visible optiquement, comme des fissures internes, et s'automatise très facilement. Les différents critères proposés dans la littérature peuvent être associés à une variation, par rapport à la grandeur initiale, de : 15% de la force maximale atteinte au 128<sup>ème</sup> cycle (Mars, 2001), 20% de la force maximale atteinte au 1<sup>er</sup> cycle (Woo *et al.*, 2009; Li *et al.*, 2009), 50% de l'effort de cisaillement stabilisé (Xie, 1995), 20% du déplacement maximal atteint au 1000<sup>ème</sup> cycle pour un essai piloté en force (Neuhaus *et al.*, 2017), ou encore une chute significative de la raideur effective (Ostoja-Kuczynski *et al.*, 2003).

### 1.3.2.3 Paramètre mécanique représentatif

Une fois le critère de fin de vie retenu, il est nécessaire de choisir un paramètre mécanique représentatif du chargement mécanique appliqué afin de construire la courbe de durées de vie. Le Tableau 1.4 rassemble quelques propositions disponibles dans la littérature, aucune ne faisant l'unanimité.

Catégorie de critère	Grandeurs	Références
Déformation	Déformation principale maximale $\varepsilon_{max}$	(Cadwell <i>et al.</i> , 1940; Roberts et Benzies, 1977; Ostoja-Kuczynski, 2005; Li <i>et al.</i> , 2009)
	Déformation de cisaillement octaédrique $\gamma_{oct}$	(Mars et Fatemi, 2005; Shangguan <i>et al.</i> , 2015)
	Contrainte principale maximale $\sigma_{max}$	(Abraham <i>et al.</i> , 2005a)
Contrainte	Contrainte effective $\sigma_{eff}$	(Luo <i>et al.</i> , 2009; Shangguan <i>et al.</i> , 2015)
	Contrainte équivalente $\sigma_{eq}$	(Saintier <i>et al.</i> , 2006b)
	Contrainte configurationnelle $\Sigma$	(Andriyana, 2006; Andriyana et Verron, 2007)
	Adaptation du critère de Van <i>et al.</i> (1986)	(Brunac <i>et al.</i> , 2009)
Énergie	Densité d'énergie de déformation $w$	(Beatty, 1964; Flamm <i>et al.</i> , 2003; Abraham <i>et al.</i> , 2005a)
	Densité d'énergie de fissuration	(Mars, 2001)
	Densité d'énergie dissipée	(Morrow, 1965; Marco <i>et al.</i> , 2017)

Tableau 1.4 – Différents paramètres mécaniques utilisés pour les courbes de durées de vie.



### 1.3.2.4 Critère de fatigue et dispersion de résultats

Une fois la courbe de durée de vie tracée, il est nécessaire de développer une équation mathématique reliant la fin de vie au paramètre mécanique. Généralement, les résultats suivent une loi de Basquin (Basquin, 1910), c'est-à-dire une loi puissance. Cependant, des lois plus complexes prenant en compte plus de paramètres sont aussi utilisées (Castillo et Fernández-Canteli, 2009).

La rupture en fatigue étant un phénomène statistique, il est nécessaire de tester un nombre suffisant d'éprouvettes à chaque niveau de chargement afin d'estimer efficacement la dispersion des durées de vie. L'utilisation de la durée de vie moyenne seulement est insuffisante car elle n'est pas pertinente pour un matériau dont les résultats sont très dispersés. C'est pourquoi un traitement statistique est primordial pour maximiser la fiabilité du dimensionnement des pièces.

La dispersion dans les résultats en fatigue d'un matériau est donc un facteur limitant et crucial dans les prédictions de durées de vie en fatigue, comme nous le verrons par la suite pour les EPDM étudiés dans ces travaux de thèse.

### 1.3.3 Approche en propagation de fissures de fatigue dans le cas des élastomères

#### 1.3.3.1 Théorie

Cette approche se développe dans les années 1950 grâce aux travaux de Rivlin et Thomas (1953) qui étendent la notion de taux de restitution d'énergie introduite par Griffith (1921) aux matériaux élastomères. Ils définissent l'énergie de déchirement  $T$  de la manière suivante :

$$T = -\left.\frac{dU}{dS}\right|_l, \quad (1.2)$$

avec  $U$  l'énergie de déformation,  $S$  la surface de la fissure, et  $|_l$  indiquant que la dérivation s'effectue à un déplacement constant des zones d'application des forces.

$T$  s'exprime donc en  $\text{J/m}^2$  et illustre la quantité d'énergie dépensée de manière irréversible pour faire croître la fissure d'une surface  $dS$ .

La pertinence de cette grandeur pour la prédiction de la vitesse de propagation d'une fissure est validée expérimentalement dans un premier temps dans le cas d'un chargement statique (Rivlin et Thomas, 1953) puis, dans un second temps, dans le cas d'un chargement cyclique (Thomas, 1958). L'énergie de déchirement est supposée intrinsèque au matériau, c'est-à-dire qu'elle permet d'unifier les résultats de fissuration obtenus sur plusieurs géométries différentes. Ceci en fait un paramètre mécanique prédictif adapté à la caractérisation du comportement en fatigue des élastomères.

Plusieurs géométries d'éprouvettes sont proposées dans la littérature pour caractériser les vitesses de propagation de fissures de fatigue. Les deux plus utilisées étant l'éprouvette de cisaillement pur, ou PS pour *Pure Shear* et l'éprouvette de traction uniaxiale, ou SENT pour *Single Edge Notch Tension* (cf. Figure 1.15). Cependant les travaux de Roucou *et al.* (2017) montrent que l'expression mathématique classiquement utilisée pour calculer l'énergie de déchirement pour les géométries SENT (cf. équation 1.3) n'est pas valide lorsque les fissures sont trop petites, c'est-à-dire inférieures à un cinquième de la largeur de l'éprouvette (dans leur cas lorsque  $c < 6 \text{ mm}$ ).

$$T = 2kwc, \quad (1.3)$$

avec  $w$  la densité volumique d'énergie de déformation,  $c$  la longueur de la fissure, et  $k$  un paramètre dépendant du chargement.

Les travaux de Roucou *et al.* (2019) confirment d'autre part la validité de l'équation 1.4 utilisée pour la géométrie PS, et recommandent son utilisation pour les essais de propagation de fissures de fatigue. Pour une éprouvette PS, l'énergie de déchirement s'exprime de la manière suivante :

$$T = wh_0, \quad (1.4)$$

avec  $h_0$  la hauteur de l'éprouvette dans l'état non déformé.

Les éprouvettes de caractérisation étant planes avec une épaisseur constante, la surface de la fissure est souvent exprimée uniquement par son autre dimension, notée  $c$ . Ainsi la vitesse de propagation d'une fissure de fatigue est notée  $\frac{dc}{dN}$ , et s'exprime généralement en m/cycle.

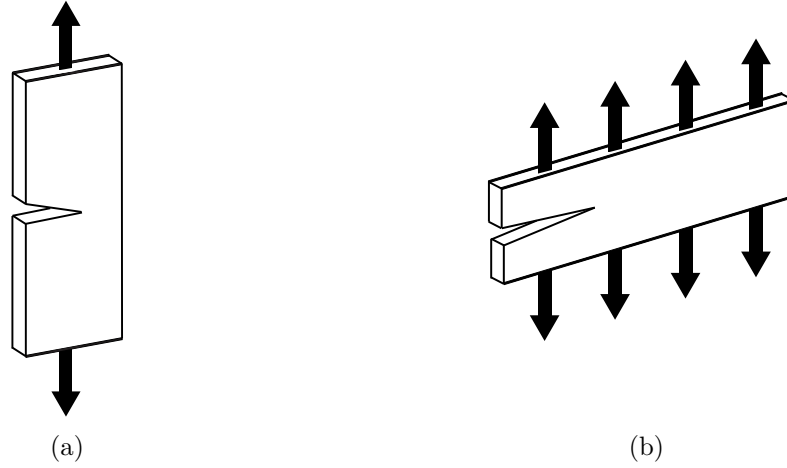


FIGURE 1.15 – Éprouvettes de caractérisation des vitesses de propagation de fissures de fatigue classiquement utilisées dans la littérature (a) éprouvette SENT et (b) éprouvette PS.

### 1.3.3.2 Courbes de propagation de fissures de fatigue

Dans les années 1960, Lake et Lindley (1965) caractérisent le comportement en propagation de fissures de fatigue pour un NR et un SBR à l'aide d'éprouvettes SENT. De cette manière, ils identifient quatre régimes de propagation (cf. Figure 1.16) :

- Régime 1 : pour  $T < T_0$ ,  $\frac{dc}{dN} = D$   
Ce régime correspond à une vitesse de propagation très faible et constante, associée à l'attaque chimique de l'ozone sur le matériau.
- Régime 2 : pour  $T_0 < T < T_t$ ,  $\frac{dc}{dN} = A(T - T_0) + D$   
Ce régime traduit une dépendance linéaire de la vitesse de propagation à l'énergie de déchirement.
- Régime 3 : pour  $T_t < T < T_c$ ,  $\frac{dc}{dN} = BT^\beta$   
La vitesse de propagation varie selon une loi puissance, de manière similaire à la loi de Paris pour les métaux (Paris et Erdogan, 1963).
- Régime 4 : pour  $T > T_c$ ,  $\frac{dc}{dN} = \infty$

Au-delà d'une énergie de déchirement critique  $T_c$ , la propagation de fissure est catastrophique.

Sur la courbe de la Figure 1.16, on peut aussi voir que le SBR (élastomère synthétique ne cristallisant pas sous tension) présente une moins bonne résistance à la propagation de fissure en fatigue que le NR. En effet, pour une énergie de déchirement donnée, la vitesse de propagation de fissure de fatigue du SBR est plus grande que celle du NR.

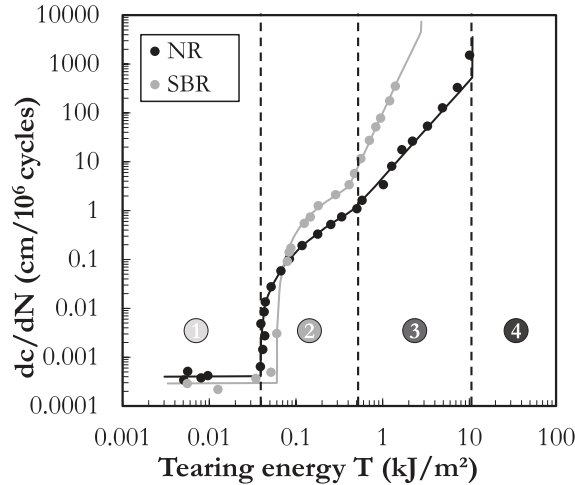


FIGURE 1.16 – Mesures de vitesses de propagation de fissures de fatigue en fonction de l'énergie de déchirement pour un NR et un SBR, retracé par Champy (2016) d'après Lake et Lindley (1965).

### 1.3.3.3 Extension aux durées de vie

De nombreux travaux se sont attachés à trouver un lien entre les approches en durée de vie et celles en propagation (Fielding-Russell et Rongone, 1983; Lake, 1995; Mars et Fatemi, 2003; Ostoja Kuczynski *et al.*, 2005; El Yaagoubi *et al.*, 2017). L'idée principale est que la durée de vie d'une pièce correspond uniquement à la propagation d'une fissure de taille initiale  $c_0$  jusqu'à la fin de vie. C'est notamment l'approche utilisée dans le logiciel commercial Endurica<sup>5</sup> pour prédire la durée de vie de pièces de géométries complexes. Cette taille initiale  $c_0$  est généralement estimée par analyse inverse d'une courbe de durée de vie obtenue sur éprouvettes en intégrant une loi de propagation (par exemple l'équation 1.3 des éprouvettes SENT (Gent *et al.*, 1964)).

Toutefois, ce lien entre durée de vie et propagation nécessite quelques précautions car de nombreuses hypothèses sont faites et restent discutables (Kingston et Muhr, 2012). Tout d'abord, les défauts initialement présents dans la pièce ne sont pas des fissures, et la phase d'amorçage de fissures autour de ces défauts est totalement négligée. De plus, la forme de l'énergie de déchirement dans le cas général est complexe, et l'utilisation de la formule des éprouvettes SENT, souvent utilisée, peut poser problème (Roucous *et al.*, 2017). Enfin les interactions entre les fissures ne sont pas prises en compte, notamment le fait que la rupture d'un élastomère peut être le fruit de la coalescence de nombreuses fissures (Masquelier, 2014).

5. <http://endurica.com/>

### 1.3.4 Influence du rapport de charge sur la résistance en fatigue des élastomères

Le comportement en fatigue des matériaux élastomères est affecté par de nombreux paramètres comme la formulation, le mélangeage, le moulage, les spécificités du chargement mécanique (fréquence, amplitude et moyenne du chargement, multiaxialité, etc.) ou encore les conditions environnementales (température, ozone, oxygène, etc.). Certaines de ces influences sont rassemblées et décrites dans l'article de Mars et Fatemi (2002) et ne sont donc pas détaillées ici. De plus, la matrice polymère est certainement le facteur le plus influent sur le comportement en fatigue d'un élastomère. Par exemple, les propriétés en fatigue d'un NR chutent très vite avec l'augmentation de la température (Flamm, Steinweger et Weltin 2002), alors que celles d'un silicone restent inchangées entre 23°C et 180°C (Gold, Schelenz et Mödder 2009). L'influence de chaque paramètre sur le comportement d'un élastomère donné est en grande partie déterminée par le choix de la matrice polymère. C'est pourquoi un état de l'art plus détaillé et spécifique au comportement en fatigue de l'EPDM sera fait dans le chapitre 3.

Il est tout de même proposé de décrire l'influence du rapport de charge sur les durées de vie en fatigue des élastomères car cette notion en particulier sera utilisée dans les chapitre 3 et chapitre 4 de ces travaux de thèse. Le rapport de charge, noté  $R$ , est une quantité définie par rapport à une grandeur représentative du chargement mécanique. Son expression mathématique générale est la suivante :

$$R = \frac{X_{min}}{X_{max}}, \quad (1.5)$$

avec  $X_{min}$  la valeur de la grandeur en bas de chaque cycle, et  $X_{max}$  celle en haut de chaque cycle. Les différentes caractéristiques du chargement sont illustrées sur le schéma de la Figure 1.17.

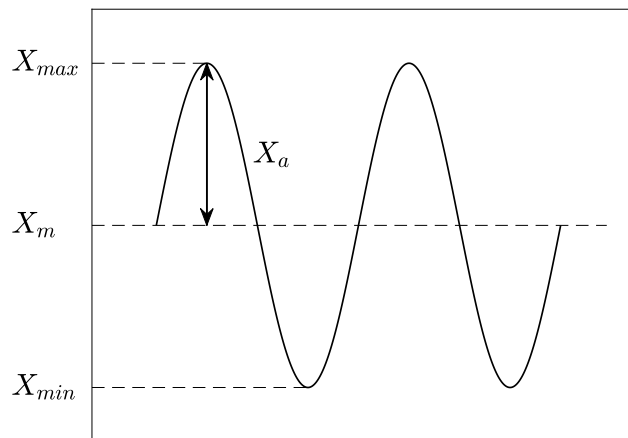


FIGURE 1.17 – Schématisation générale de l'évolution de la grandeur représentative du chargement mécanique au cours d'un essai de fatigue, et définition des différentes caractéristiques de ce chargement.

Les essais de fatigue abordés dans la section 1.3.2 sont généralement effectués à rapport de charge nul, ce qui signifie que la grandeur mécanique représentative est nulle en bas de chaque cycle. Ces conditions de chargement sont parfois appelées « relaxantes ». Il

est pourtant crucial pour certaines applications de caractériser le comportement en fatigue des matériaux pour des conditions dites « non-relaxantes », c'est-à-dire pour  $R \neq 0$ .

L'analyse des résultats se fait alors couramment dans un diagramme de Haigh, sur lequel est représenté en ordonnée l'amplitude de chargement  $X_a$ , en abscisse le chargement moyen  $X_m$ . Les résultats en fatigue sont alors représentés sur ce diagramme par des lignes d'iso-durées de vie. Un exemple de représentation d'un diagramme de Haigh est donné sur la Figure 1.18. Seule la partie de la courbe pour laquelle  $X_m > 0$  est représentée, car c'est généralement la plus étudiée sur les élastomères. Plusieurs conditions de chargement peuvent alors être distinguées en fonction du rapport de charge :

- Zone 1 : traction compression ;
- Zone 2 : traction relaxante ;
- Zone 3 : traction-traction.

Des lignes d'iso-durées de vie de pentes négatives sont généralement trouvées dans la zone 1 pour les matériaux élastomères, comme pour les autres matériaux de structures (métaux notamment). Cela signifie que pour une même durée de vie, l'amplitude de la sollicitation diminue quand la valeur moyenne de celle-ci augmente. En revanche dans la zone 3, la littérature distingue les élastomères dits « renforçants », pour lesquels les pentes d'iso-durées de vie sont positives, des élastomères dits « non-renforçants » pour lesquels les pentes d'iso-durées de vie sont proches de zéro voire négatives (Ostoja-Kuczynski, 2005) (cf. Figure 1.18). Cette capacité de renforcement de certains élastomères est très souvent attribuée à leur faculté à cristalliser sous tension. Par exemple, certains auteurs montrent le « renforcement » en fatigue du NR (Cadwell *et al.*, 1940; Saintier, 2001; Steinweger *et al.*, 2005; Oshima *et al.*, 2007), ou encore du CR (Poisson, 2012), qui tous deux cristallisent sous tension. Par contre, le SBR, qui ne cristallise pas sous tension, ne montre pas de renforcement (Ayoub *et al.*, 2010).

Toutefois, quelques études remettent cette analyse en question. Par exemple, le NR étudié par Bennani (2006) ne montre pas d'effet de renforcement, comme définit dans les présents travaux de thèse, alors qu'il cristallise sous tension. Par ailleurs, Gold *et al.* (2009) montrent que le silicone, qui a priori ne cristallise pas sous tension, est « renforçant ». Ainsi, la cristallisation de l'élastomère pourrait ne pas être l'unique facteur jouant un rôle dans l'effet de renforcement.

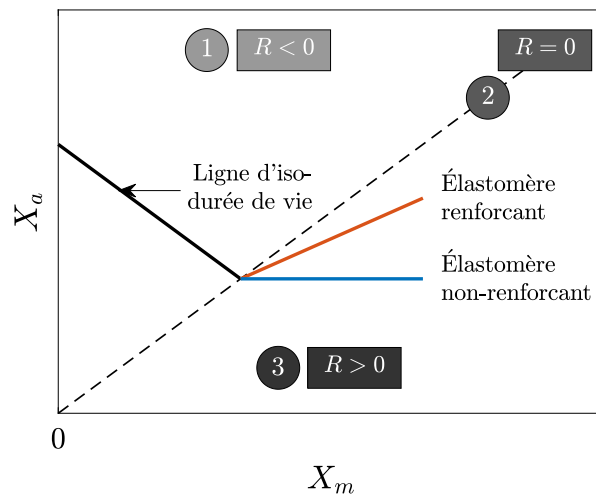


FIGURE 1.18 – Illustration d'un diagramme de Haigh pour les matériaux élastomères.

### 1.4 Conclusions

Pour conclure, ce chapitre a permis de présenter, dans un premier temps, les matériaux élastomères et les étapes de base nécessaires à la fabrication d'une pièce élastomère.

Dans un second temps, la complexité du comportement mécanique des élastomères a été abordée au travers de quelques exemples spécifiques tels que l'hyperélasticité, l'effet Mullins, ou encore la relaxation et le fluage.

Enfin, les concepts généraux de la rupture en fatigue ont été introduits, puis détaillés dans le cas des matériaux élastomères. Cette mise en contexte bibliographique se veut très générale et succincte, car les spécificités liées à l'EPDM seront abordées dans le chapitre 3.



## Chapitre 2

# Matériaux et outils expérimentaux

---

Ce chapitre a pour objectif de présenter les matériaux, ainsi que l'ensemble des outils expérimentaux utilisés pour mener à bien cette étude. Il s'agit d'une description technique, et les procédures expérimentales utilisant ces outils ne sont pas décrites ici, mais dans les chapitres suivants.

Dans un premier temps les différents matériaux étudiés dans ce document sont introduits, puis les éprouvettes nécessaires à la caractérisation de leurs propriétés mécaniques sont présentées. Viennent ensuite les machines d'essais de fatigue, les différentes techniques d'observation, la stéréo-corrélation d'images numériques et enfin la thermographie infrarouge.

---

### Sommaire

---

2.1	Les matériaux de l'étude . . . . .	<b>30</b>
2.2	Les éprouvettes de caractérisation . . . . .	<b>30</b>
2.3	Les machines d'essais mécaniques . . . . .	<b>30</b>
2.3.1	Vérins hydrauliques . . . . .	30
2.3.2	Machines de traction statiques-dynamiques . . . . .	32
2.4	Les techniques d'observations . . . . .	<b>33</b>
2.4.1	Stéréomicroscopie optique . . . . .	33
2.4.2	Caméras numériques . . . . .	33
2.4.3	Microscopie électronique à balayage (MEB) . . . . .	34
2.4.4	Tomographie . . . . .	37
2.5	La stéréo-corrélation d'images numériques . . . . .	<b>38</b>
2.6	La thermographie infrarouge . . . . .	<b>40</b>
2.7	Conclusions . . . . .	<b>43</b>

---



## 2.1 Les matériaux de l'étude

Deux variantes d'un même EPDM sont étudiées dans ces travaux de thèse. Ces élastomères ont une formulation identique (cf. Tableau 2.1), mais diffèrent en terme de procédé après l'étape de mélangeage. En effet, à la fin de ce processus, le cru est séparé en deux, et une des deux parties est forcée à passer dans un *strainer* disposant d'une taille de grille de 150  $\mu\text{m}$  (cf. chapitre 1). Ainsi, les deux EPDM proviennent du même lot de matériau, mais une partie, notée par la suite EPDM\_S, est dite *strained* car elle est passée dans le *strainer*, et l'autre moitié, notée EPDM\_NS, est dite *non-strained*.

Composants	Quantité (phr)
EPDM	100
Noir de carbone	37,5
Soufre	0,35
Oxyde de zinc	2,5
Acide stéarique	1
Accélérateur	4,5

Tableau 2.1 – Formulation des EPDM de l'étude

## 2.2 Les éprouvettes de caractérisation

Dans ces travaux de thèse, quatre géométries d'éprouvettes sont utilisées. La première est appelée plot Goodrich (cf. Figure 2.1a). Il s'agit d'un simple cylindre, permettant d'effectuer des essais de compression. Ces plots servent à identifier un coefficient de compressibilité du matériau, nécessaire à la détermination des paramètres de la loi de comportement statique de celui-ci.

La deuxième géométrie est appelée éprouvette AE2 (cf. Figure 2.1b). Il s'agit d'une éprouvette en forme de diabol, axisymétrique, avec une réduction de section permettant de localiser les déformations lors de sollicitations mécaniques. Cette dernière est utilisée comme éprouvette standard de caractérisation des durées de vie en fatigue au sein de l'entreprise Vibracoustic Nantes. Des inserts aluminium, permettant de fixer l'éprouvette dans les machines d'essais, sont encollés avec l'élastomère lors du procédé de moulage.

La troisième géométrie est une éprouvette de cisaillement pur, dite éprouvette PS pour Pure Shear (cf. Figure 2.1c). Elle est utilisée à la fois pour l'identification des paramètres des lois de comportement statiques des matériaux, mais aussi pour les essais de propagation de fissures de fatigue. Les bourrelets d'élastomère sur les parties supérieure et inférieure permettent d'assurer la fixation de l'éprouvette dans les machines d'essais.

Enfin, la quatrième géométrie est une version réduite de l'éprouvette PS, appelée par la suite mini-PS (cf. Figure 2.1d). Elle est utilisée pour certains essais de fatigue spécifiques sur les défauts calibrés étudiés dans le chapitre 6.

## 2.3 Les machines d'essais mécaniques

### 2.3.1 Vérins hydrauliques

La technologie hydraulique permet d'atteindre de hautes fréquences d'essais (10 Hz à 20 Hz) même pour de grandes amplitudes de déplacement. Vibracoustic Nantes possède plusieurs montages dédiés aux essais de durée de vie, chacun étant composé d'une enceinte thermique, d'un vérin hydraulique, et de cinq capteurs de force indépendants montés en

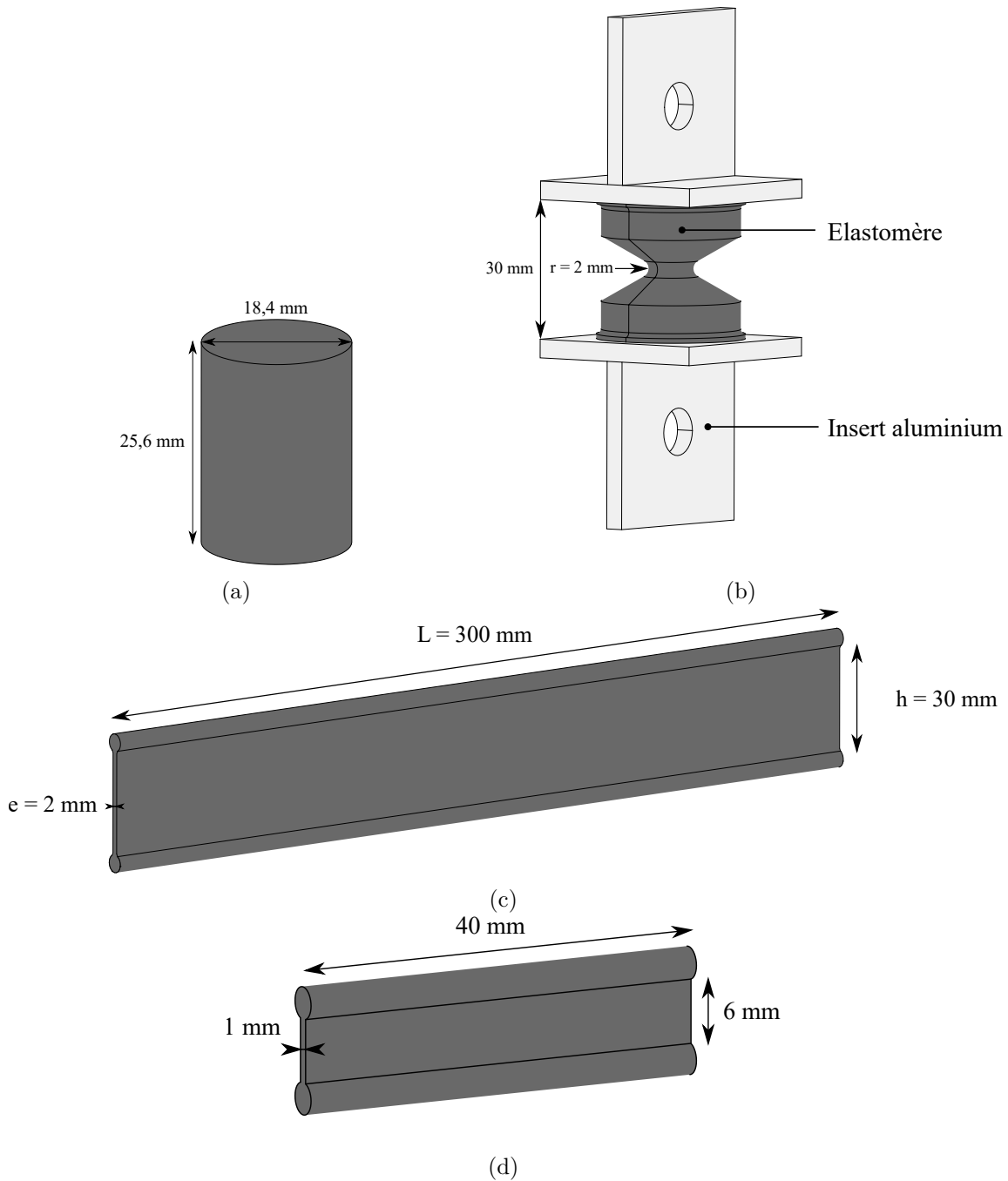


FIGURE 2.1 – Géométrie des éprouvettes de caractérisation utilisées dans ces travaux de thèse, avec (a) le plot Goodrich, (b) l'éprouvette AE2, (c) l'éprouvette PS et (d) l'éprouvette mini-PS.

parallèle permettant de tester cinq éprouvettes en même temps (cf. Figure 2.2). Un capteur infrarouge ponctuel est de plus installé dans l'enceinte thermique afin de suivre l'évolution de la température dans la zone utile d'une des éprouvettes AE2 testées. Ces montages sont utilisés pour réaliser l'ensemble des essais de durées de vie en fatigue de ces travaux de thèse.

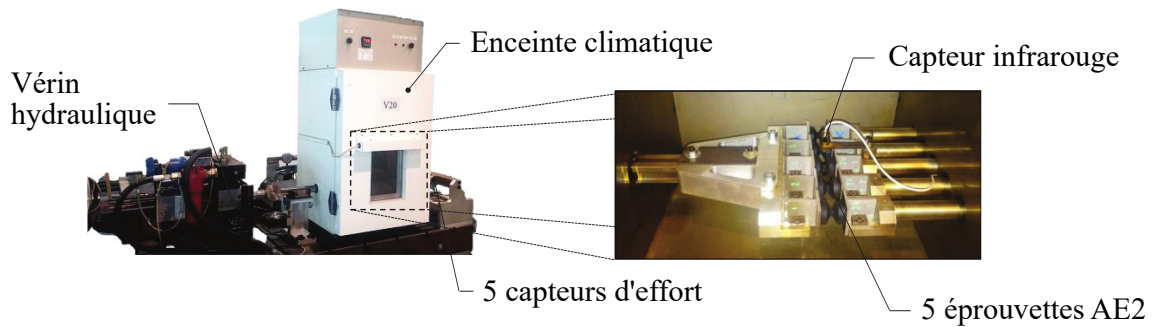


FIGURE 2.2 – Montage d’essais de fatigue pour des éprouvettes AE2 sur un vérin hydraulique.

### 2.3.2 Machines de traction statiques-dynamiques

Deux machines de traction statiques-dynamiques sont utilisées dans ces travaux de thèse. La première est une machine électromécanique INSTRON E10 000 (cf. Figure 2.3), disponible au GeM à l’École Centrale de Nantes. Elle est utilisée pour les essais de propagation de fissures de fatigue présentés dans le chapitre 3, et pour les essais de fatigue interrompus sur les défauts calibrés du chapitre 6. Deux capteurs de force de 1 kN et 10 kN sont disponibles, et la course de déplacement maximale du vérin est de  $\pm 30$  mm. Cette machine dispose aussi d’un pilotage en torsion mais cette option n’a pas été utilisée.



FIGURE 2.3 – Machine de traction INSTRON E10 000.

La seconde est une machine hydraulique MTS Landmark (cf. Figure 2.4), disponible à Vibracoustic Nantes. Elle est utilisée pour les essais de caractérisation statique, et pour l’ensemble des essais d’auto-échauffement du chapitre 4. Seul un capteur de force de 25 kN est disponible, et la course de déplacement maximale du vérin est de  $\pm 60$  mm.

Pour les deux machines, il est possible d’installer une enceinte thermique pour contrôler la température pendant l’essai.



FIGURE 2.4 – Machine de traction MTS Landmark.

## 2.4 Les techniques d'observations

### 2.4.1 Stéréomicroscopie optique

La stéréomicroscopie optique permet d'effectuer des observations surfaciques à faible grossissement. Le principe général est d'accoler deux oculaires fournissant une image différente pour chaque œil, ce qui permet ainsi une vision en relief.

La loupe binoculaire utilisée dans ce travail est le modèle Stemi 2 000-C de la marque Zeiss, disponible à Vibracoustic Nantes (cf. Figure 2.5). Elle est équipée d'une caméra qui permet de prendre des photos numériques des échantillons observés. La gamme de grossissement est comprise entre  $\times 6,5$  et  $\times 50$ . Cette loupe est principalement utilisée pour réaliser des analyses fractographiques rapides des éprouvettes et pièces préalablement testées en fatigue.



FIGURE 2.5 – Loupe binoculaire Zeiss Stemi 2 000-C.

### 2.4.2 Caméras numériques

Les caméras numériques sont très souples d'utilisation, et peuvent être facilement installées en face d'une machine d'essais dans le but de faire des observations in situ des échantillons testés. Elles sont généralement équipées d'un capteur CCD, et permettent de prendre des images de bonnes résolutions avec une fréquence d'acquisition relativement élevée.

Deux types de caméras sont utilisés dans ces travaux de thèse. La première caméra, au GeM, est un modèle Prosilica GT6 600 fabriquée par l'entreprise Allied Vision (cf. Figure 2.6). Elle est utilisée pour les mesures de vitesses de propagation sur éprouvettes PS et mini-PS des chapitre 3 et 6. Son capteur fait  $6\,576 \times 4\,384$  pixels (29 Mpx). Deux objectifs sont utilisés : un objectif Zeiss Makro-Planar 2/100 ZF T\* (cf. Figure 2.6a)), et un objectif bi-télécentrique TC16M056 de chez OPTO engineering (cf. Figure 2.6b)). Cet objectif bi-télécentrique, à focale fixe, permet une très faible distorsion de l'image (inférieure à 0,1%) avec une taille de pixel sur image d'environ  $8,55\,\mu\text{m}$ .



(a)



(b)

FIGURE 2.6 – Caméra Allied Vision Prosilica GT6 600 montée avec (a) un objectif Makro-Planar 2/100 ZF T\* et (b) un objectif bi- télécentrique TC16M056.

Le deuxième type de caméra utilisé est le modèle Vision CC-0044 de chez Kilonewton (cf. Figure 2.7). Son capteur fait  $2\,048 \times 2\,048$  pixels (4 Mpx). Deux caméras de ce type sont disponibles à Vibracoustic Nantes, avec des objectifs de 28 mm. Elles sont utilisées pour réaliser les images numériques nécessaires à la mesure des champs cinématiques par stéréo-corrélation d'images.

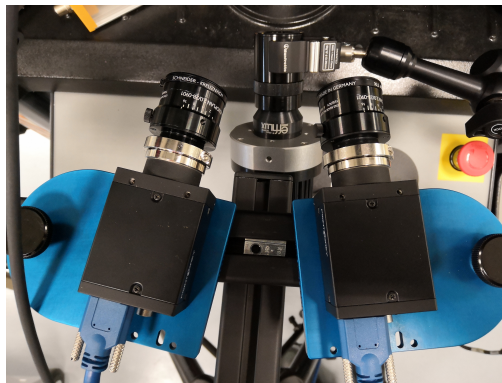


FIGURE 2.7 – Caméras Vision CC-0044.

### 2.4.3 Microscopie électronique à balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage (MEB) est une technique capable de produire des images haute résolution à fort grossissement (environ  $\times 20\,000$ ) de la surface d'un échantillon en utilisant le principe des interactions entre électrons et matière (Esnouf,

2011). Les premiers travaux sur ces appareils sont réalisés dans les années 1930, et la commercialisation de MEB commence en 1965.

Le faisceau d'électrons est produit par un canon à électrons, et accéléré par un champ électrique. Lorsque ce faisceau arrive sur la matière à analyser, il interagit avec cette dernière de différentes manières dans un volume appelé la poire d'interaction (cf. Figure 2.8). Les principaux rayonnements analysés sont :

- Les électrons secondaires, provenant des atomes de l'échantillon et ayant été éjectés par une collision avec les électrons du faisceau (cf. Figure 2.9a). Ils sont très faibles en énergie ( $< 50$  eV) et sont donc émis proche de la surface ( $< 10$  nm) ;
- Les électrons rétrodiffusés, qui sont des électrons provenant du faisceau et ayant réagi de façon quasi élastique avec les atomes de l'échantillon (cf. Figure 2.9b)). Ils sont renvoyés dans une direction proche de leur direction d'incidence, et sont très énergétiques (de l'ordre de l'énergie des électrons incidents). En comparaison avec les électrons secondaires, ils sont émis à partir d'un grand volume sous la surface de l'échantillon, ce qui implique une plus faible résolution d'images lorsqu'ils sont utilisés ;
- Les photons X, produits par le retour à l'état fondamental d'un atome ionisé par le faisceau incident (cf. Figure 2.9c). L'analyse de ces photons X permet d'obtenir des informations sur la nature chimique de l'atome.

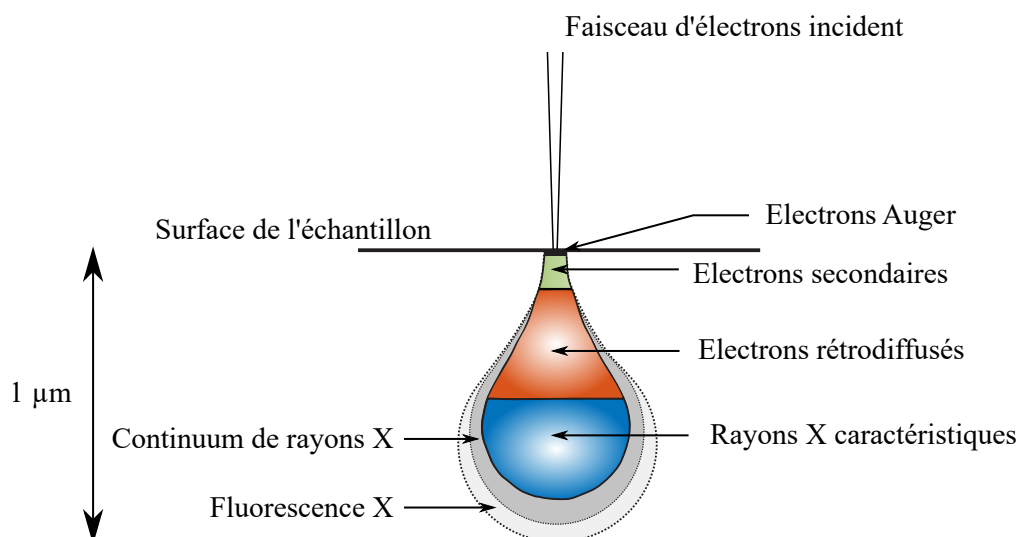


FIGURE 2.8 – Poire d'interactions électrons/matière (Goldstein *et al.*, 2003).

A l'aide de détecteurs adaptés, il est possible d'obtenir des informations à la fois topographiques, grâce aux électrons secondaires et rétrodiffusés, et chimiques grâce aux photons X. Cependant, un vide suffisant est nécessaire dans la chambre du MEB pour ne pas perturber les électrons. Ainsi, un vide secondaire ( $P < 10^{-3}$  Pa) est généralement fait, et fonctionne bien pour les échantillons conducteurs. Pour les échantillons non-conducteurs, une accumulation d'électrons peut se produire en surface, ce qui rend toute observation impossible. Deux solutions sont alors envisagées : soit travailler en vide partiel ( $P \simeq 10$  Pa), pour aider l'évacuation des électrons en surface par ionisation de l'atmosphère résiduelle, soit recouvrir l'échantillon d'une couche métallique pour le rendre conducteur. Les élastomères étudiés étant chargés au noir de carbone, ils sont généralement suffisamment conducteurs pour être observés en vide secondaire. Si cela n'est pas le cas, la solution du vide partiel est préférée car elle ne nécessite pas d'étape supplémentaire de préparation de l'échantillon.



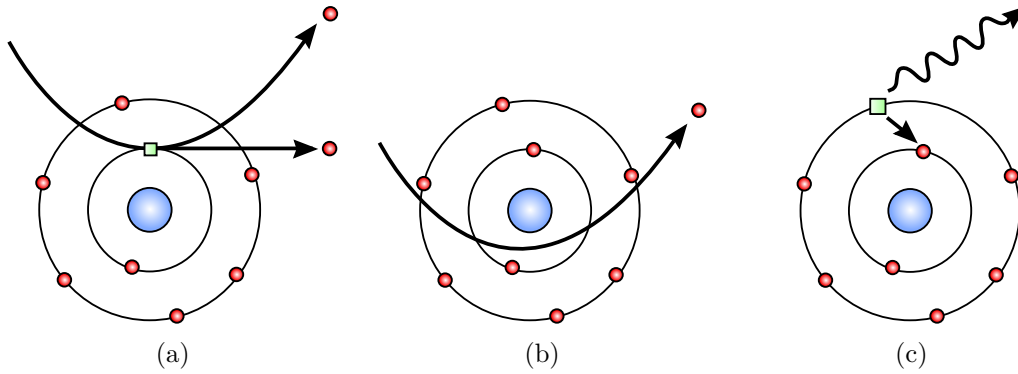


FIGURE 2.9 – Principe de production de quelques rayonnements<sup>1</sup> pour (a) les électrons secondaires, (b) les électrons rétrodiffusés et (c) les rayons X.

Deux MEB sont utilisés dans ces travaux de thèse. Le premier est un modèle JEOL JSM-6 060LA présent au GeM (cf. Figure 2.10a). Il dispose d'un détecteur d'électrons secondaires, d'un détecteur d'électrons rétrodiffusés et d'une sonde EDS (*Energy Dispersive Spectroscopy*) capable d'analyser les photons X par mesure de leur énergie. Le second est un MEB de table JEOL JCM 6 000plus présent à Vibracoustic Nantes (cf. Figure 2.10b). Il dispose d'un détecteur d'électrons secondaires et d'un détecteur d'électrons rétrodiffusés, mais d'aucune sonde EDS. Ainsi, toutes les analyses chimiques par EDS réalisées dans ces travaux sont effectuées sur le premier MEB. Les différentes observations topographiques sont en revanche faites sur les deux MEB en fonction de leur disponibilité.

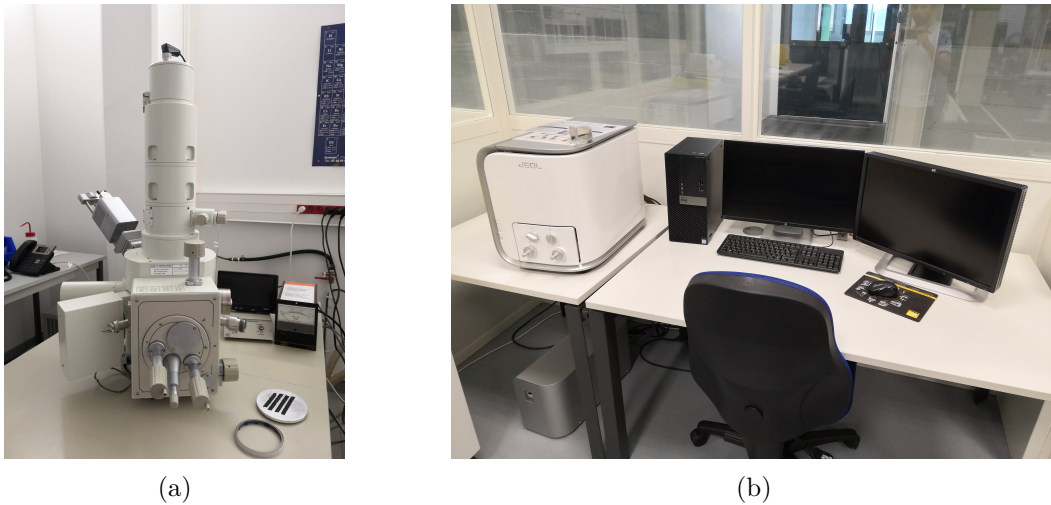


FIGURE 2.10 – Photos des MEB utilisés durant ces travaux de thèse avec (a) le MEB JEOL JSM-6 060LA au GeM à l'Ecole Centrale de Nantes et (b) le MEB JEOL JCM 6 000plus à Vibracoustic Nantes.

Il est important de noter que le faisceau d'électrons produit par le MEB pour effectuer les observations est susceptible d'endommager le matériau (Beurrot *et al.*, 2010). Dans le cas où des sollicitations mécaniques doivent être réalisées sur un échantillon préalablement analysé au MEB, il est nécessaire d'adapter la procédure. Plusieurs leviers sont alors disponibles pour limiter cet endommagement parasite. Tout d'abord, la tension d'accélération et la taille du spot sont réduites afin de diminuer l'énergie des électrons incidents. Ensuite, le temps d'exposition est limité en effectuant l'analyse MEB le plus rapidement possible, et en éteignant le faisceau lorsque cela est possible. Enfin, le grossissement maximal est

1. [https://fr.wikipedia.org/wiki/Microscopie\\_%C3%A9lectronique\\_%C3%A0\\_balayage](https://fr.wikipedia.org/wiki/Microscopie_%C3%A9lectronique_%C3%A0_balayage)

borné à une valeur raisonnable pour ne pas focaliser le faisceau sur une trop petite surface. Toutefois, si aucune sollicitation mécanique n'est effectuée à la suite des observations, ces précautions ne sont pas nécessaires. L'ensemble des paramètres utilisés dans les deux cas sont résumés dans le Tableau 2.2.

Paramètres	Valeurs	
	Pas d'essais mécaniques après observation	Essais mécaniques après observation
Tension d'accélération	15 - 20 kV	10 kV
Taille de spot	Grand	Petit
Temps d'exposition au faisceau	$\infty$	Faible
Grossissement maximal	5 000	1 000

Tableau 2.2 – Paramètres d'observations pour le MEB.

#### 2.4.4 Tomographie

La tomographie est une technique d'imagerie non-destructive très utilisée en science des matériaux qui a vu le jour dans les années 1970. Elle permet de reconstruire le volume d'un objet à partir d'une série d'images radiographiques 2D (Maire et Withers, 2013). Dans le cadre de ce travail de thèse, un micro-tomographe à rayons X MicroXCT-400 de chez Xradia est utilisé (cf. Figure 2.11).



FIGURE 2.11 – Micro-tomographe Xradia MicroXCT-400 du GeM.

Le fonctionnement de ce type de tomographe repose sur le principe d'absorption des rayons X par la matière. Une source émet un faisceau incident de rayons X sur l'objet à analyser, qui atténue ces rayons selon la loi de Beer-Lambert (cf. Figure 2.12) :

$$I = I_0 \exp(-\mu x), \quad (2.1)$$

avec  $I$  l'intensité du faisceau émergent,  $I_0$  celle du faisceau incident,  $\mu$  le coefficient d'absorption du matériau traversé, et  $x$  l'épaisseur traversée.

Le détecteur reçoit les rayons X ayant traversés l'objet et produit une image dont le contraste provient des différences de coefficient d'absorption au sein du matériau. De cette manière, le tomographe fait apparaître un grand nombre d'hétérogénéités telles que les porosités, les inclusions, les différentes phases, etc. Cependant, si une hétérogénéité possède un coefficient d'absorption trop proche de celui du reste du matériau, alors toute détection de cette dernière est impossible avec cette technique.



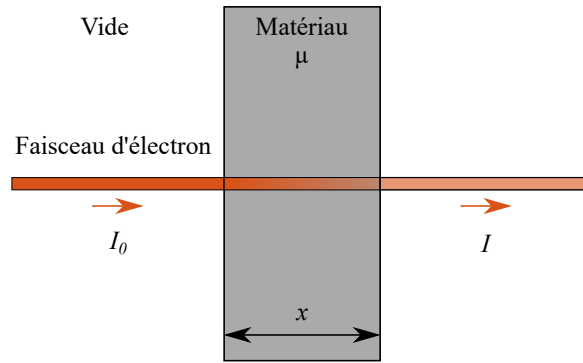


FIGURE 2.12 – Illustration de la loi d'absorption de Beer-Lambert.

L'échantillon à analyser est positionné sur une platine tournante, qui permet de prendre un grand nombre de clichés 2D avec des angles d'incidence différents (cf. Figure 2.13). La reconstruction volumique se fait donc grâce à l'ensemble de ces projections.

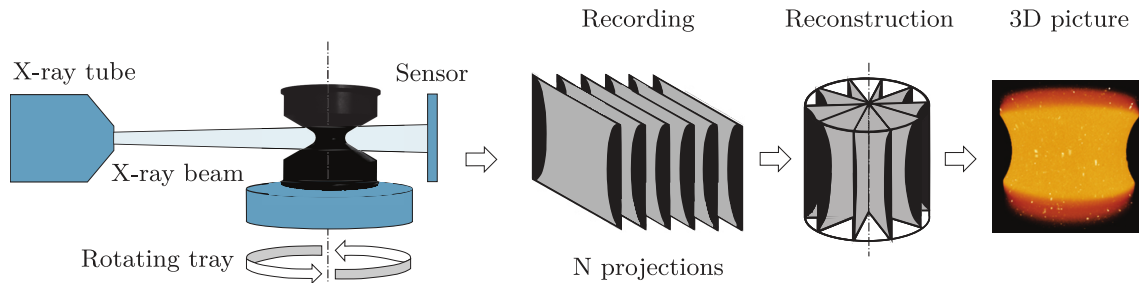


FIGURE 2.13 – Principe de fonctionnement du tomographe (Glanowski, 2019).

Les paramètres d'acquisition typiquement utilisés pour réaliser les tomographies des éprouvettes AE2 sont donnés dans le Tableau 2.3. La taille du capteur étant fixe, la résolution dépend de la taille du volume analysé. Il est important de noter que le faisceau d'électrons du tomographe est susceptible d'endommager les élastomères, de la même manière que celui du MEB. Il est donc déconseillé de tester en fatigue une éprouvette préalablement tomographiée.

Paramètres	Valeurs
Tension	45 kV
Puissance	4 W
Temps d'exposition	20 secondes
Grossissement	0,993
Distance source - objet	60 mm
Distance objet - détecteur	40 mm
Nombre d'images	1 000
Bining	1
Résolution	8,157x8,157x8,157 $\mu\text{m}$
Temps d'acquisition	7 heures

Tableau 2.3 – Paramètres d'acquisition pour une tomographie sur une éprouvette AE2.

## 2.5 La stéréo-corrélation d'images numériques

La corrélation d'images numériques (abrégée en CIN, ou DIC en anglais pour *Digital Image Correlation*) est une technique optique de mesure des champs cinématiques. Déve-

loppée au début des années 1980, elle est aujourd'hui bien établie (Sutton *et al.*, 2009) et fait partie des outils de mesures standards en mécanique.

Le principe simplifié est le suivant : à partir de deux images numériques d'une éprouvette avant et après déformation, la CIN consiste à retrouver le déplacement de chaque point par comparaison entre les deux images. En pratique, un mouchetis est déposé sur la zone utile de l'éprouvette, c'est-à-dire un motif aléatoire de niveaux de gris. Dans l'image de référence (avant déformation), la zone utile est découpée en « imagerie ». Le motif de niveau de gris de chaque imagerie est ensuite retrouvé dans la seconde image, moyennant une certaine translation et une déformation. Cette translation de l'imagerie fournit la valeur du déplacement en un point (son centre). L'ensemble des déplacements des centres des imageries constitue une discrétisation du champ de déplacement de la zone utile de l'éprouvette (cf. Figure 2.14). Dans le but de faciliter la recherche des imageries dans l'état déformé, il est nécessaire d'avoir un petit déplacement entre les deux images.

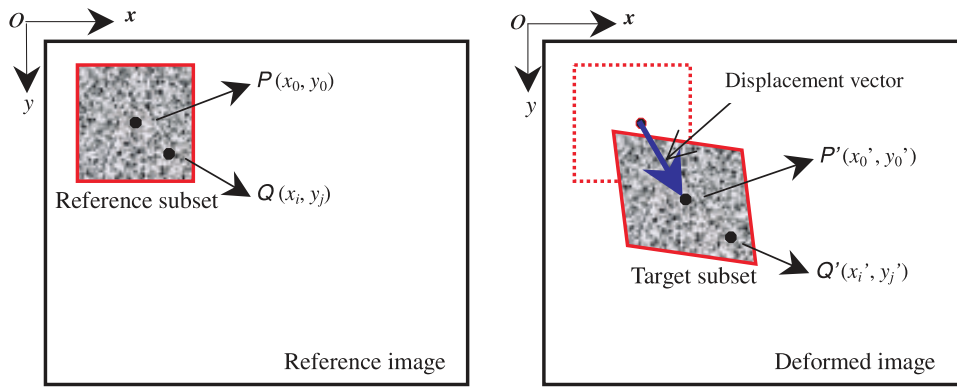


FIGURE 2.14 – Principe de la corrélation d'images numériques (Pan *et al.*, 2009).

La taille de l'imagerie (aussi appelée *subset*) est donc un paramètre clé de la corrélation d'images. Il est nécessaire d'avoir un petit *subset* pour obtenir une mesure des champs de déplacements la plus locale possible, mais ce dernier doit rester suffisamment grand pour rester riche en informations et être facilement détectable dans l'état déformé. L'ajustement de ce paramètre se fait au cas par cas en fonction des conditions d'essai.

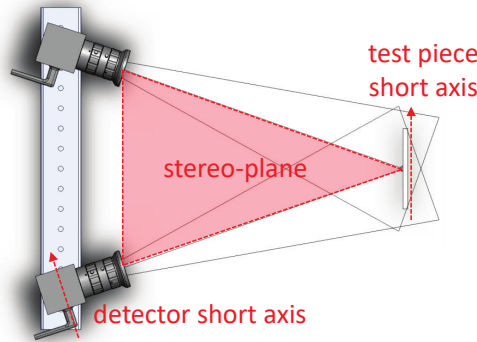


FIGURE 2.15 – Installation des caméras pour une stéréo-CIN (Jones *et al.*, 2018).

La stéréo-corrélation d'images numériques (stéréo-CIN) utilise les mêmes principes que la CIN, mais avec deux caméras dans le but de capter en plus les déplacements hors-plan. Ces deux caméras doivent être écartées d'une certaine distance et former un certain angle (cf. Figure 2.15). L'ajustement de ces paramètres dépendent de l'ensemble du dispositif expérimental (caméras, objectifs, taille de l'objet à observer, distance de

travail, etc.). Une calibration des caméras est alors nécessaire afin d'être en mesure de calculer les coordonnées spatiales de tout point situé dans l'espace de corrélation. Cette calibration est réalisée à l'aide d'une mire de calibration standard connue par le logiciel (cf. Figure 2.16). Elle s'effectue de la manière suivante : une série d'images est prise par les deux caméras en même temps avec différentes positions et différents angles de mire. Le logiciel se charge ensuite de retrouver les points de contrôle sur les deux caméras pour en déduire une calibration.

Dans le cadre des présents travaux de thèse, les caméras Vision CC-0044 présentées dans la section 2.4.2 sont utilisées. Le logiciel VIC 3D est retenu pour effectuer la stéréo-CIN.

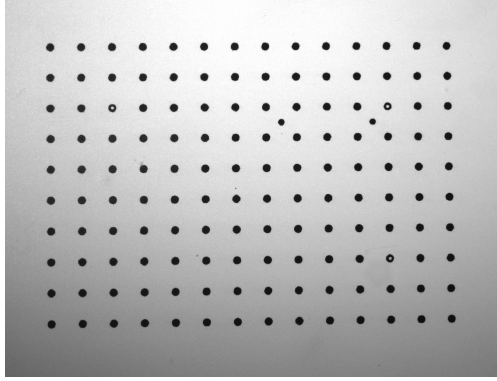


FIGURE 2.16 – Mire de calibration pour la stéréo-CIN.

## 2.6 La thermographie infrarouge

La thermographie infrarouge est une technique de mesure de champ de flux rayonnant. Elle permet d'obtenir, au moyen d'un appareillage approprié, l'image thermique d'une scène observée dans une bande spectrale de l'infrarouge (Papini et Gallet, 1994).

Tout corps ayant une température supérieure à 0 K émet un rayonnement électromagnétique de flux  $\phi_{objet}$  dans une gamme de longueurs d'onde allant de 0,1  $\mu\text{m}$  à 1 000  $\mu\text{m}$ . Dans le cas général, ce corps réfléchit de plus une partie du rayonnement venant du milieu ambiant  $\phi_a$  dans lequel il se trouve, et transmet une portion du rayonnement émis par le fond de la scène thermique  $\phi_f$ . Le schéma de la Figure 2.17 illustre ces contributions. Dans ces conditions, il est possible d'écrire le flux rayonnant total  $\phi$  grâce à l'équation :

$$\phi = \varepsilon\phi_{objet}(T) + \rho\phi_a(T_a) + \tau\phi_f(T_f), \quad (2.2)$$

avec  $\varepsilon$  le coefficient d'émissivité de l'objet,  $\rho$  le coefficient de réflexion de l'objet et  $\tau$  celui de transmission de l'objet.

Dans notre cas, l'élastomère étudié est opaque, ce qui implique que  $\tau = 0$ . De plus, étant chargé au noir de carbone, son émissivité est très proche de 1 (environ 0,98 (Le Saux, 2010)). Enfin, si les conditions expérimentales sont soigneusement travaillées pour éviter toutes interactions avec l'environnement extérieur, alors l'équation 2.2 se réduit à :

$$\phi = \phi_{objet}(T). \quad (2.3)$$

L'outil permettant de mesurer ce flux rayonnant  $\phi$  est appelé caméra infrarouge, et sa commercialisation a commencé en 1965. Cette caméra a pour rôle de convertir le flux

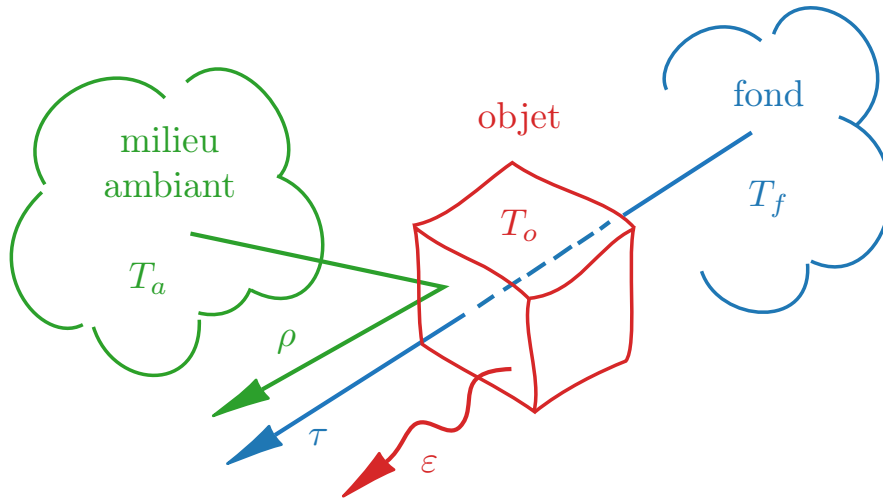


FIGURE 2.17 – Décomposition des différentes contributions au rayonnement mesuré par thermographie infrarouge, d’après Gaussorgues (1999).

rayonnant incident en une tension dont la valeur est proportionnelle au flux mesuré. Elle ne mesure donc pas directement une température. L’étape de transcription de ce flux en température est appelée calibration.

Deux grandes étapes se distinguent dans ce processus de calibration :

- La correction de non uniformité du capteur, ou NUC pour *Non Uniformity Correction* ;
- La définition d’une règle de conversion entre les DL (*Digital Level*) enregistrés par le capteur de la caméra et la température.

Dans les deux cas, un corps noir est placé en face de la caméra infrarouge pour différentes températures dans le but d’avoir plusieurs images thermiques de référence. Dans ces travaux de thèse, une calibration combinant une NUC 2 points, une correction des pixels défectueux ainsi qu’une conversion polynomiale pixel à pixel compensée en température a été effectuée, comme décrit dans les travaux de Le Saux et Doudard (2017).



FIGURE 2.18 – Caméra infrarouge InfraTec ImageIR 8 320.

Concernant le matériel, une caméra InfraTec ImageIR 8 320 (cf. Figure 2.18) dont les principales caractéristiques sont détaillées dans le Tableau 2.4 est utilisée. Le *pitch* correspond à la distance physique entre deux capteurs sur la matrice du détecteur, et la bande spectrale est la gamme de longueurs d’onde sur laquelle le détecteur est sensible. Le temps d’intégration est l’équivalent du temps d’exposition en photographie classique et il dépend de la gamme de températures à analyser. Par exemple, pour des mesures autour de

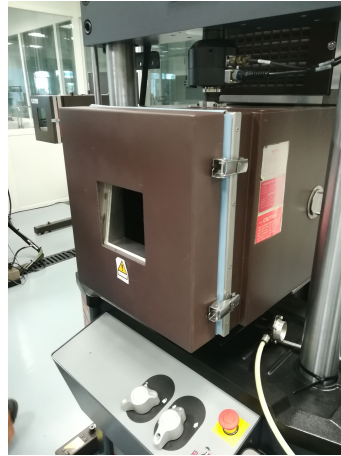


FIGURE 2.19 – Enceinte thermique équipée d’une vitre transparente aux rayonnements infrarouges en  $\text{CaF}_2$ .

$23^\circ\text{C}$ , un temps d’intégration de  $1\,800\,\mu\text{s}$  est classiquement choisi, mais si la température de la scène thermique observée devient trop grande, il est impératif de diminuer le temps d’intégration. Il est important de noter que la calibration effectuée précédemment n’est valable que pour un temps d’intégration donné.

Caractéristiques	Valeurs
Type de détecteur	Antimoniure d’Indium ( $\text{InSb}$ )
Résolution	$640 \times 512$ pixels
<i>Pitch</i>	$15\,\mu\text{m}$
Bande spectrale	$2 - 5,7\,\mu\text{m}$
Temps d’intégration	$1 - 20\,000\,\mu\text{s}$
Fréquence d’acquisition	$1 - 100\,\text{Hz}$
Objectifs	$50\,\text{mm}$

Tableau 2.4 – Caractéristiques de la caméra infrarouge Infratech 8 320.

De plus une enceinte thermique dont l’intérieur est peint en noir mat est utilisée dans le but d’isoler le plus efficacement possible l’éprouvette testée des rayonnements extérieurs. Cette enceinte est équipée d’une vitre en fluorure de calcium ( $\text{CaF}_2$ ) transparente aux rayonnements infrarouges, et légèrement inclinée pour éviter « l’effet narcisse » (cf. Figure 2.19). Ce dernier est dû au fait que le capteur de la caméra rayonne à travers l’objectif. Ce rayonnement se reflète dans la vitre et, si son orientation est normale à la caméra, il est susceptible d’être mesuré.

## 2.7 Conclusions

Pour conclure, deux EPDM ayant la même formulation sont étudiés : l'EPDM\_NS, et l'EPDM\_S, dont la matière en sortie de mélangeage a été forcée à passer à travers une grille de 150  $\mu\text{m}$ . L'ensemble des outils expérimentaux utilisés pour analyser le comportement de ces deux matériaux sont décrits dans ce chapitre. Tout d'abord, les différentes éprouvettes de caractérisation sont exposées. Puis, les machines d'essais mécaniques sont présentées. Par la suite les différentes techniques d'observations utilisées dans ces travaux de thèse sont montrées. La technique de corrélation d'images numérique est ensuite introduite, et enfin la mesure de température par thermographie infrarouge est abordée. Les procédures se servant de ces outils seront détaillées dans les prochains chapitres.

Dans la partie suivante, les propriétés en fatigue sont caractérisées en termes de durées de vie et de vitesses de propagation de fissures. Les essais mécaniques classiques sont dans un premier temps employés dans le chapitre 3, puis une procédure de caractérisation rapide des durées de vie en fatigue par auto-échauffement est développée dans le chapitre 4.



## Deuxième partie

# Caractérisation des matériaux





## Chapitre 3

# Caractérisation des propriétés en fatigue des EPDM de l'étude par essais mécaniques

---

L'objectif de ce chapitre est de caractériser les propriétés en fatigue des deux EPDM de l'étude en employant les outils classiquement utilisés pour les élastomères. Dans un premier temps, un état de l'art spécifique aux propriétés en fatigue des EPDM est fait. Une courte section présente ensuite quelques propriétés quasi-statiques des matériaux de l'étude. Enfin, dans le but de caractériser les matériaux de la manière la plus complète possible, les deux approches de la fatigue sont explorées. L'approche en durées de vie est étudiée à l'aide des procédures standards déjà mises en place dans l'entreprise Vibracoustic, et un protocole est développé pour l'approche en propagation de fissures de fatigue.

---

### Sommaire

3.1	État de l'art sur les propriétés en fatigue des EPDM . . . . .	<b>48</b>
3.1.1	Les approches en durées de vie en fatigue de l'EPDM . . . . .	48
3.1.2	Les approches en propagation de fissures de fatigue . . . . .	53
3.2	Caractérisation des propriétés quasi-statiques des EPDM_S et EPDM_NS	<b>57</b>
3.3	Durées de vie en fatigue des EPDM_S et EPDM_NS . . . . .	<b>58</b>
3.3.1	Procédures expérimentales de caractérisation des durées de vie en fatigue . . . . .	59
3.3.2	Résultats des durées de vie en fatigue . . . . .	61
3.4	Propagation de fissures de fatigue pour l'EPDM_S et l'EPDM_NS . .	<b>66</b>
3.4.1	Établissement d'un protocole expérimental de mesure de vitesse de propagation de fissures de fatigue . . . . .	66
3.4.2	Courbes de propagation de fissures de fatigue des EPDM de l'étude	71
3.5	Conclusions . . . . .	<b>74</b>

---

### 3.1 État de l'art sur les propriétés en fatigue des EPDM

L'EPDM est un élastomère dont le comportement en fatigue est peu étudié dans la littérature, surtout en comparaison avec le NR. Pour illustrer ce constat, la courbe de la Figure 3.1 représente le nombre d'articles scientifiques publiés annuellement traitant de la fatigue du NR et de celle de l'EPDM depuis 1940 et jusque 2018, référencés sur la plateforme *Web of Science*. Bien qu'approximative, cette courbe montre que les premiers travaux sur la fatigue des EPDM commencent tardivement dans les années 1980 et, qu'aujourd'hui encore, le nombre de publications scientifiques liées à la fatigue de l'EPDM reste faible en comparaison à celui concernant le NR. De plus, parmi l'ensemble de ces études, toutes ne traitent pas rigoureusement du phénomène de rupture en fatigue. Durant ces travaux de thèse, une sélection a été réalisée pour ne conserver que celles abordant le comportement en fatigue de l'EPDM en termes de durées de vie ou de résistance à la propagation de fissures de fatigue. A l'issu de ce tri, seules 33 publications scientifiques ont été retenues. Dans ce contexte, certaines des données de la littérature ont fait l'objet ici d'une nouvelle analyse qui amène à des interprétations complémentaires de celles initialement proposées par les auteurs de ces travaux.

Dans la suite de cette section, il est proposé de présenter les principaux résultats pertinents par rapport aux présents travaux de thèse. Dans un premier temps, les résultats des approches en durées de vie sont présentés, et l'influence du rapport de charge est analysée. Puis, les différents résultats des approches en propagation de fissures sont discutés.

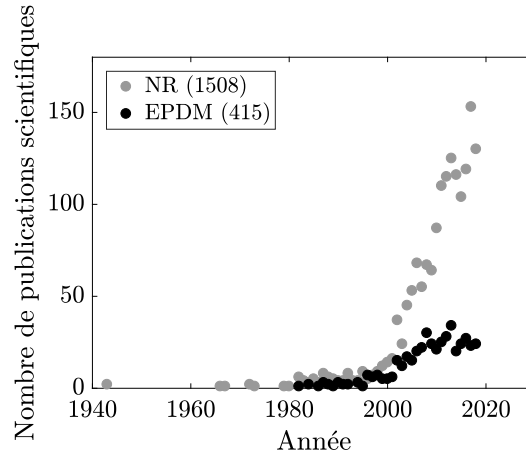


FIGURE 3.1 – Courbe représentant le nombre de publications scientifiques traitant de la fatigue du NR et de l'EPDM estimé par les mots clés *fatigue natural rubber* et *fatigue EPDM rubber* sur la base de données Web Of Science, par année depuis 1940 jusque 2018, avec dans la légende le nombre total de publications.

#### 3.1.1 Les approches en durées de vie en fatigue de l'EPDM

##### 3.1.1.1 Courbes de Wöhler et dispersion des résultats en fatigue

Tout d'abord, pour la construction de courbes de Wöhler, Abraham *et al.* (2005b) étudient les propriétés en fatigue d'un EPDM réticulé au soufre et chargé au noir de carbone avec 70 phr de N550 et 40 phr de N772. A l'aide d'éprouvettes haltères axisymétriques, des essais de fatigue sont effectués à température ambiante à une fréquence de  $f = 1$  Hz avec un pilotage en force. Les résultats sont tracés sur la Figure 3.2 avec une courbe de Wöhler représentant la contrainte nominale maximale en fonction du nombre de

cycles à rupture. Globalement, la durée de vie augmente lorsque le niveau de chargement diminue, ce qui est attendu. La dispersion des nombres de cycles à rupture pour un niveau de chargement donné est très importante. Par exemple, pour le niveau de chargement  $\sigma_{nom\ max} = 0,35$  MPa, les durées de vie mesurées sont comprises entre 10 000 cycles et 200 000 cycles. Cela signifie que la dispersion des résultats est supérieure à une décade.

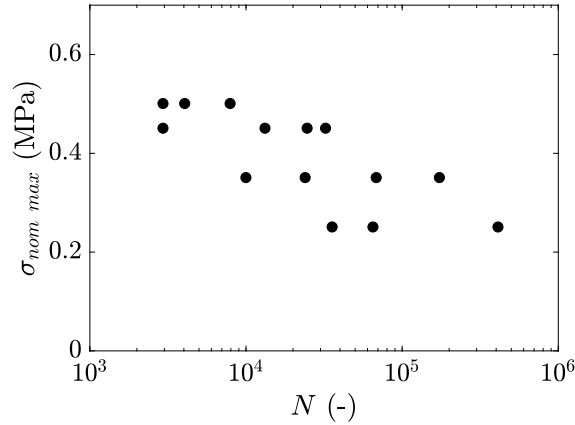


FIGURE 3.2 – Courbe de Wöhler d'un EPDM construite à l'aide d'éprouvettes haltères axisymétriques avec en abscisse le nombre de cycles à rupture et en ordonnée la contrainte nominale, retracée d'après Abraham *et al.* (2005b).

Par ailleurs, Flamm *et al.* (2008) étudient et comparent la tenue en fatigue d'un EPDM de dureté 50 ShA avec un NR de dureté 60 ShA. La dureté Shore A, notée ShA, est une échelle de dureté couramment utilisée pour les matériaux mous tels que les élastomères. A l'aide d'éprouvettes diabolos, des essais de fatigue sont effectués à température ambiante avec un pilotage en déplacement. Les résultats sont présentés sur la Figure 3.3 avec en abscisse le nombre de cycles à rupture des éprouvettes et en ordonnée le déplacement imposé. La dispersion des résultats en fatigue de l'EPDM est cette fois si grande qu'il est difficile de voir une tendance. Pour le plus haut niveau de chargement, une dispersion des durées de vie supérieure à trois décades est trouvée. En comparaison, le NR, testé avec la même géométrie d'éprouvette, montre une très faible dispersion des résultats en fatigue pour tous les niveaux de chargement.

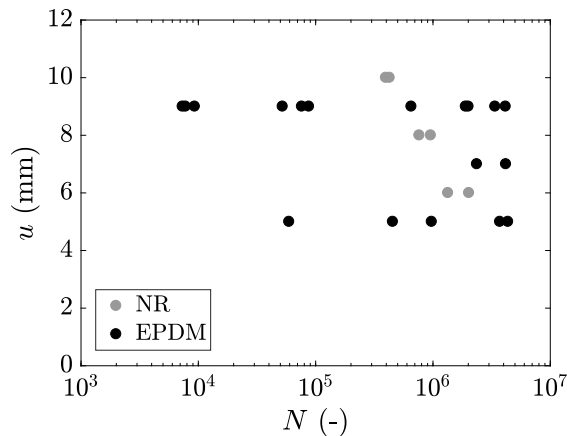


FIGURE 3.3 – Courbes de Wöhler d'un EPDM, en noir, et d'un NR, en gris, construites à l'aide d'éprouvettes diabolos avec en abscisse le nombre de cycles à rupture et en ordonnée le déplacement imposé, retracées d'après Flamm *et al.* (2008).

Enfin, dans les travaux de Royo (1992), la dispersion des résultats en fatigue de plusieurs matériaux est évaluée. Les essais de fatigue sont effectués sur des géométries d'éprouvettes annulaires pour une elongation de  $\lambda = 2,5$ . 60 éprouvettes sont testées, et les résultats pour un NR et un EPDM sont présentés sur les histogrammes des Figure 3.4a et Figure 3.4b. Pour le NR, un facteur environ égal à 2 est trouvé entre les plus petites durées de vie et les plus grandes, alors que pour l'EPDM, on trouve un facteur d'environ 6.

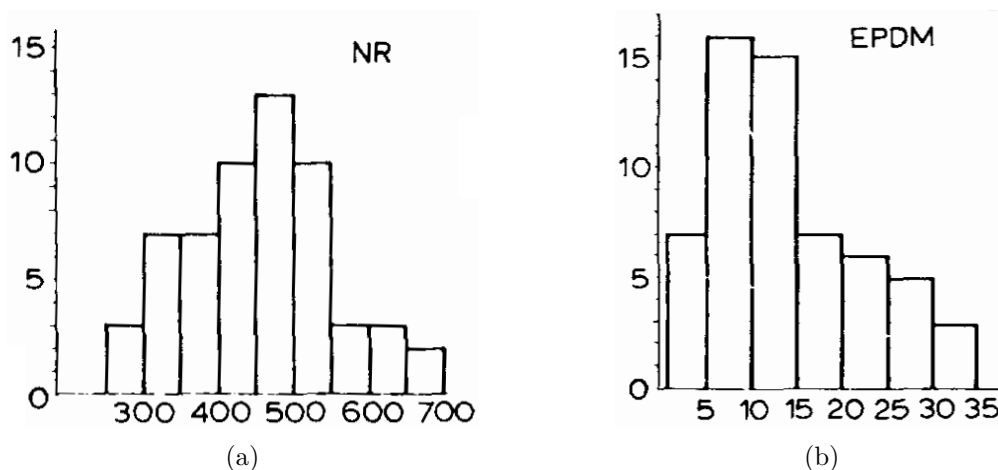


FIGURE 3.4 – Histogrammes représentant le nombre d'éprouvettes en ordonnée et le nombre de cycles à rupture en kilocycles en abscisse pour (a) un NR et (b) un EPDM (Royo, 1992).

### 3.1.1.2 Influence du rapport de charge sur les durées de vie en fatigue

Il est rappelé que la notion de rapport de charge, notée  $R$ , a été abordée dans le chapitre 1 (cf. § 1.3.4). Il est crucial de prendre en compte l'influence de cette grandeur pour certaines applications dans lesquelles les pièces sont soumises à une précharge constante, comme les supports de ligne d'échappement. L'objectif de cette section est de regrouper les différentes études traitant de l'influence du rapport de charge sur les durées de vie en fatigue d'élastomères EPDM. Afin de simplifier la lecture, l'ensemble des résultats de la littérature est retracé dans des diagrammes de Haigh. Il faut noter que les analyses de ces travaux bibliographiques proposées ici vont au-delà de celles proposées par les auteurs. Aucun ajustement de lignes d'iso-durées de vie n'est proposé. Seuls des encadrements des durées de vie avec un code couleur sont effectués. L'analyse du renforcement se fait donc de la manière suivante : si pour une amplitude de sollicitation fixée, l'accroissement de la moyenne du chargement se traduit par une augmentation des durées de vie, alors l'élastomère est considéré comme renforçant. Dans le cas contraire, il est dit non-renforçant.

Tout d'abord, Abraham *et al.* (2005a) étudient l'effet d'un rapport de charge  $R = \frac{F_{min}}{F_{max}}$  positif sur les durées de vie d'un EPDM non chargé et chargé en noir de carbone à l'aide d'éprouvettes haltères axisymétriques soumises à un chargement de fatigue piloté en force. Les durées de vie moyennes sont représentées sur des diagrammes de Haigh sur les Figures 3.5a et 3.5b. Pour l'EPDM non chargé, il semble que, pour une amplitude de sollicitation fixée, l'augmentation de la moyenne induise une diminution des durées de vie, ce qui signifie qu'il n'y a pas d'effet de renforcement. En revanche pour l'EPDM chargé, pour une amplitude fixée, l'augmentation de la moyenne de la sollicitation se traduit par un accroissement des durées de vie, ce qui correspond à un léger effet de renforcement en comparaison avec un NR à 23°C. Les charges pourraient donc jouer un rôle sur le renforcement mécanique de l'EPDM.

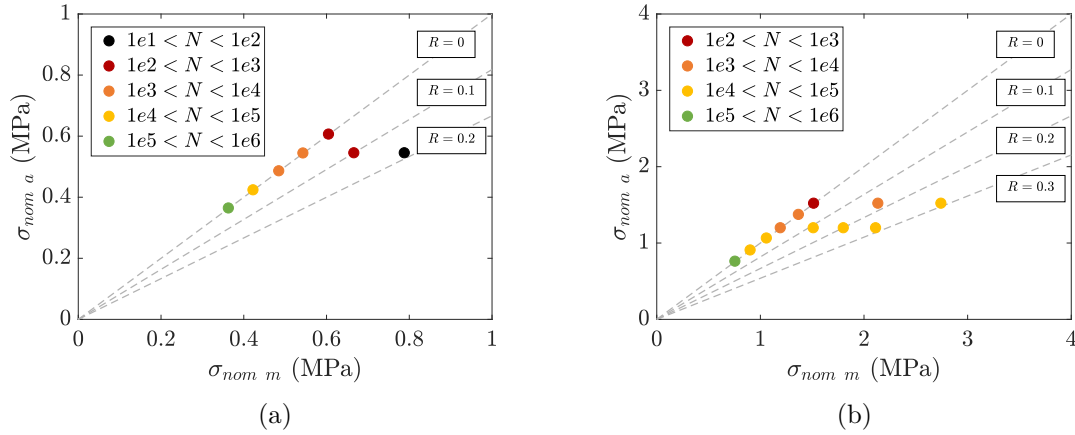


FIGURE 3.5 – Diagrammes de Haigh représentant les durées de vie en fonction de l'amplitude de contrainte nominale et de la contrainte nominale moyenne dans des éprouvettes haltères axisymétriques pilotées en force pour (a) un EPDM non chargé et (b) un EPDM chargé, courbes retracées d'après Abraham *et al.* (2005a).

Par ailleurs, Murphy *et al.* (2005) teste la résistance en fatigue d'un EPDM chargé au noir de carbone en utilisant un système de gonflement de membrane permettant des chargements équi-biaxiaux (cf. Figure 3.6a). Les essais sont ici pilotés en pic de pression maximale à une fréquence de  $f = 1$  Hz. Seulement deux rapports de charge ont été testés,  $R = 0$  et  $R = 0,1$ . Les durées de vie sont présentées sur un diagramme de Haigh sur la Figure 3.6b et aucun effet de renforcement n'est visible. Toutefois, les rapports de charge atteints restent modérés, et le paramètre utilisé pour représenter les résultats n'est pas une description mécanique locale mais uniquement la grandeur de pilotage de l'essai.

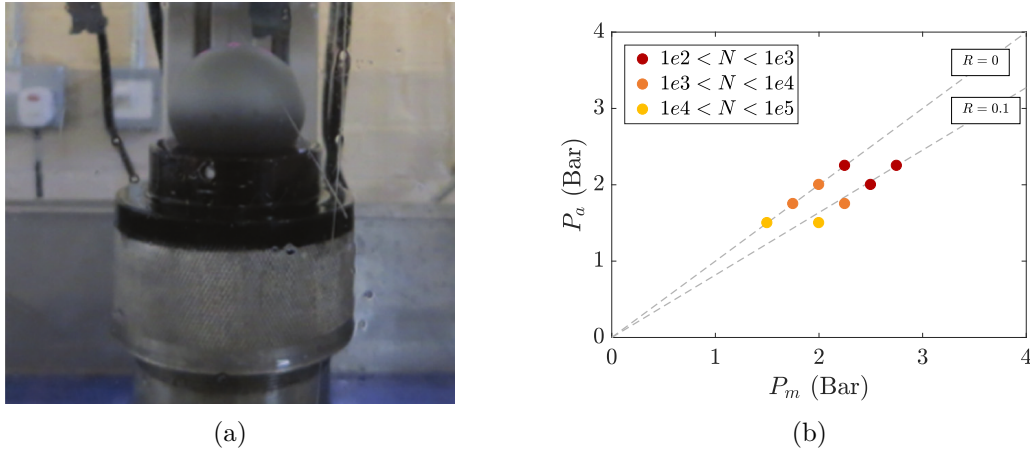


FIGURE 3.6 – (a) Dispositif expérimental de gonflement de membrane utilisé pour reproduire des chargement équi-biaxiaux (Zhou *et al.*, 2013) et (b) diagramme de Haigh représentant les durées de vie en fonction de l'amplitude de pression et de la pression moyenne pour des éprouvettes « bulles » en EPDM, retracé d'après Murphy *et al.* (2005).

Dans la continuité des travaux de Murphy *et al.* (2005), l'influence du type de pilotage sur le renforcement du matériau est étudié par Murphy *et al.* (2009). Une première campagne d'essais est effectuée avec un pilotage des pics de pression à une fréquence de  $f = 1$  Hz. Les résultats sont alors représentés par une contrainte de Cauchy, notée  $\sigma$  telle que :

$$\sigma = \frac{Pr}{2e}, \quad (3.1)$$

avec  $P$  la pression,  $r$  le rayon de la membrane dans l'état déformé et  $e$  l'épaisseur de la membrane dans l'état déformé.

Une deuxième campagne d'essais est effectuée en pilotant cette fois la contrainte nominale  $\sigma_{nom}$  s'exprimant par :

$$\sigma_{nom} = \frac{Pr\lambda_1}{2e_0}, \quad (3.2)$$

avec  $\lambda_1$  l'élongation en haut de la membrane déformée et  $e_0$  l'épaisseur initiale de la membrane.

Les résultats de l'ensemble des éprouvettes testées sont présentés respectivement sur les Figures 3.7a et 3.7b. Le faible nombre d'éprouvettes testées ainsi que la grande dispersion des durées de vie en fatigue ne permettent cependant pas de dégager une quelconque tendance sur les résultats, si ce n'est qu'il ne semble pas exister de renforcement significatif.

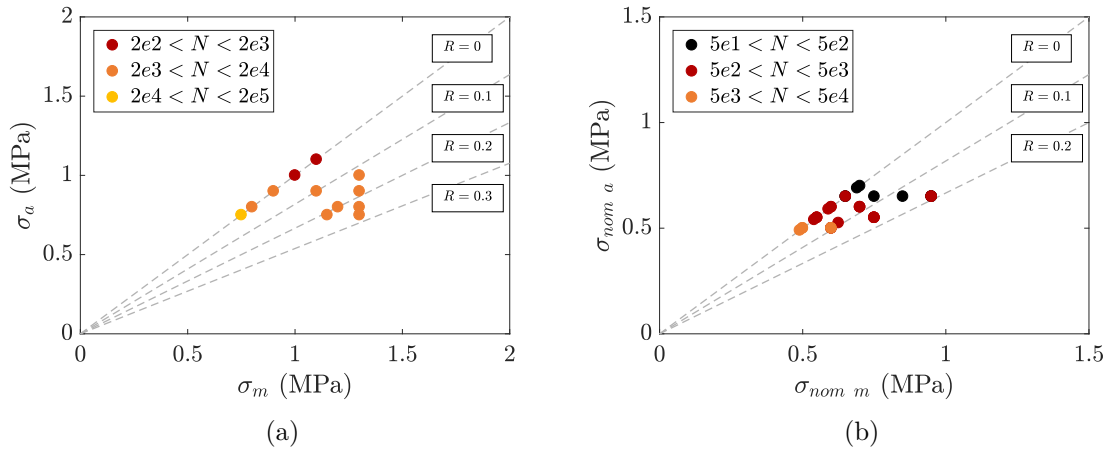


FIGURE 3.7 – Diagrammes de Haigh d'un EPDM chargé au noir de carbone construits avec des essais de fatigue équi-biaxiaux représentant les durées de vie en fonction des amplitudes et moyennes des grandeurs utilisées pour le pilotage des essais avec (a) un pilotage de la contrainte de Cauchy  $\sigma$  et (b) un pilotage de la contrainte nominale  $\sigma_{nom}$ , courbes retracées d'après Murphy *et al.* (2009).

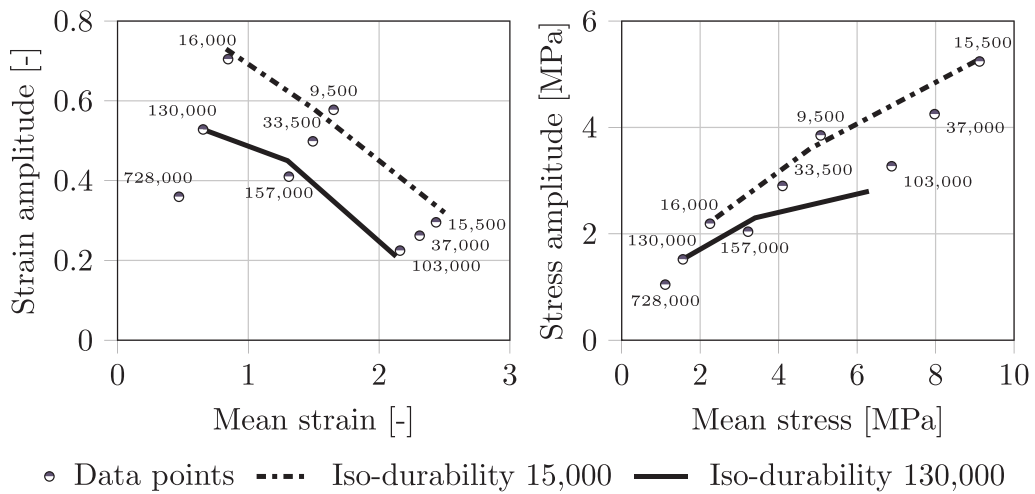


FIGURE 3.8 – Diagrammes de Haigh d'un EPDM renforcé au noir de carbone, à gauche en déformations nominales principales et à droite en contraintes de Cauchy principales (Gehrmann *et al.*, 2019).

Enfin, Gehrman *et al.* (2019) étudient l'influence de l'augmentation du rapport de charge sur les durées de vie d'un EPDM renforcé avec 50 phr de noir de carbone N347. La géométrie de l'éprouvette haltère axisymétrique employée par Abraham *et al.* (2005a) est utilisée, et les essais de fatigue sont pilotés en force. Les durées de vie en fatigue moyennes sont représentées sur différents diagrammes de Haigh sur la Figure 3.8. Le diagramme de gauche est en déformation nominale principale, et celui de droite en contrainte de Cauchy principale. Ces grandeurs sont estimées par simulations numériques par éléments finis. Les pentes d'iso-durées de vie sont décroissantes sur le diagramme en déformation, et croissantes sur le diagramme en contrainte. Il apparaît alors que différentes conclusions peuvent être tirées sur la capacité de renforcement du matériau en fonction de la grandeur mécanique utilisée pour représenter les données. Les auteurs indiquent de plus qu'en retraitant les données de Abraham *et al.* (2005a) en termes de déformations nominales principales, ils n'ont trouvé aucun effet de renforcement de l'EPDM.

### 3.1.2 Les approches en propagation de fissures de fatigue

Comme décrit dans le chapitre 1, les courbes de propagation sont classiquement construites à l'aide d'éprouvettes PS ou SENT. Contrairement aux courbes de durées de vie, le même paramètre mécanique est utilisé dans les différents travaux pour représenter les vitesses de propagation de fissures de fatigue : l'énergie de déchirement, qui correspond au taux de restitution d'énergie. Une courbe de propagation construite à partir d'éprouvettes SENT représentant les résultats d'un NR et d'un EPDM est donnée sur la Figure 3.9. Il apparaît alors que pour n'importe quelle énergie de déchirement donnée, les vitesses de propagation associées à l'EPDM sont supérieures à celles du NR. De plus, les pentes des lois puissances ajustées sur les résultats sont d'environ 3,2 pour l'EPDM et 2,1 pour le NR, ce qui signifie que l'augmentation des vitesses de propagation associée à l'augmentation de l'énergie de déchirement est bien plus grande pour l'EPDM que pour le NR. Ainsi, il peut être conclut dans cette étude que l'EPDM est moins résistant à la propagation de fissures de fatigue que le NR.

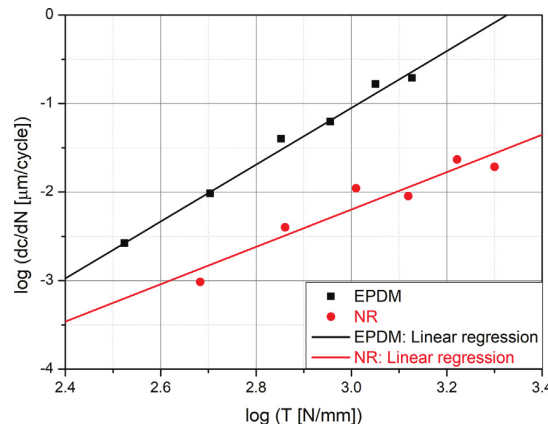


FIGURE 3.9 – Courbe représentant les vitesses de propagation de fissures de fatigue en fonction de l'énergie de déchirement à partir d'éprouvettes SENT pour un NR et un EPDM (El Yaagoubi *et al.*, 2017).

Toutefois, la comparaison des résultats entre les différentes études de la littérature peut être délicate en raison de la grande variabilité existante dans les procédures d'essais. En effet, malgré l'existence d'une norme (ISO 27727, 2008), la plupart des études utilisent leur propre protocole. Chacun d'entre eux possède ses spécificités, notamment concernant la géométrie des éprouvettes, le pilotage des essais, la manière de calculer l'énergie de dé-



chirement, ou encore la méthode de mesure de la vitesse de propagation. Dans ce contexte, il est délicat de comparer, pour plusieurs études, les vitesses de propagation obtenues pour une énergie de déchirement donnée. La pente des lois puissances ajustées dans le régime linéaire des courbes de fissuration est alors un outil de comparaison intéressant afin d'estimer la sensibilité du matériau à la propagation de fissures. L'ensemble des pentes trouvées dans la littérature sur l'EPDM est reporté dans le Tableau 3.1. A titre de comparaison, les résultats de deux NR testés dans les mêmes conditions que certains EPDM du tableau sont fournis (Chung et Chang, 2001; El Yaagoubi *et al.*, 2017). Il est important de noter que de nombreuses études portent sur la construction de courbes de propagation du NR, mais ne sont pas présentées ici. Globalement, les pentes liées aux EPDM sont d'environ 3 à 4 et celles du NR d'environ 2. L'élastomère synthétique EPDM présente donc de moins bonnes propriétés à la propagation de fissures de fatigue que le NR, ayant de manière générale les meilleures propriétés à la résistance à la fissuration en fatigue.

Matériau	EPDM					NR	
Référence	(Abraham <i>et al.</i> , 2005b)	(Chou <i>et al.</i> , 2007)	(Chung et Chang, 2001)	(Royo, 1992)	(El Yaa- goubi <i>et al.</i> , 2017)	(Chung et Chang, 2001)	(El Yaa- goubi <i>et al.</i> , 2017)
Éprouvette	SENT	SENT	PS	SENT	SENT	PS	SENT
Pente de la loi puissance	2,3	2,7	3,4	3,4	3,2	1,7	2,1

Tableau 3.1 – Tableau comparatif des pentes des lois puissances associées à l'ajustement des données de vitesses de propagation de fissures de fatigue en fonction de l'énergie de déchirement, trouvées dans la littérature sur des EPDM et un NR.

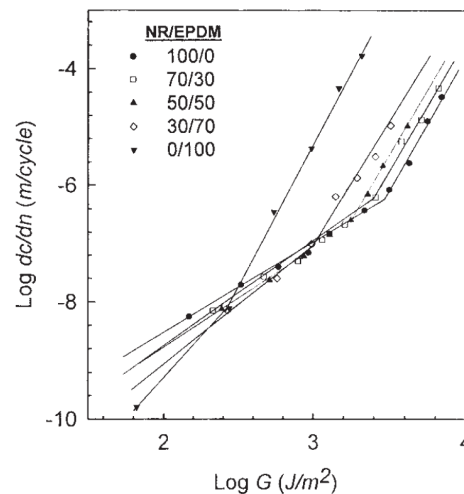


FIGURE 3.10 – Courbe représentant la vitesse de propagation de fissures de fatigue en fonction de l'énergie de déchirement construite à l'aide d'éprouvettes PS pour 5 matériaux non chargés constitués de différents ratios de matrices élastomères NR et EPDM (Chung et Chang, 2001).

En complément, quelques études permettent d'analyser plus en détails le comportement en propagation de l'EPDM. En premier lieu, Chung et Chang (2001) étudient et comparent les vitesses de propagation de fissures de fatigue de différents coupages de matrices NR/EPDM pour différents ratios de chaque matrice élastomère. Cinq matériaux non chargés sont testés à l'aide d'éprouvettes PS. Les résultats sont présentés sur la courbe

de la Figure 3.10. Cette dernière montre que, pour les faibles niveaux d'énergie de déchirement, les vitesses de propagation mesurées sont comparables pour tous les matériaux. En revanche, lorsque l'énergie de déchirement augmente, une tendance claire apparaît. La courbe la plus haute correspond au matériau contenant 100% d'EPDM, et plus le pourcentage de NR dans le matériau est grand, plus la courbe de propagation est basse. Ainsi, l'ajout de NR dans un EPDM permet d'améliorer de manière significative sa résistance à la propagation de fissures de fatigue.

Par ailleurs, Abraham *et al.* (2005b) étudient le comportement en fatigue d'un EPDM réticulé au soufre et chargé au noir de carbone avec 70 phr de N550 et 40 phr de N772. Afin de quantifier l'influence de la taille des défauts sur les propriétés en fatigue, 10 phr de billes de verre non encollées de différents diamètres (35  $\mu\text{m}$ , 71  $\mu\text{m}$ , 119  $\mu\text{m}$  et 203  $\mu\text{m}$ ) sont ajoutés à la formulation. Des essais de propagation de fissures sont ensuite réalisés avec des éprouvettes SENT sur un dispositif expérimental appelé *Tear analyzer*<sup>1</sup> permettant de tester 10 éprouvettes en parallèle. Les chargements sont pilotés en amplitude de déplacement constante avec une consigne de force minimale égale à  $F = 2$  N et une fréquence de  $f = 10$  Hz. Les résultats sont présentés sur la Figure 3.11, et montrent que la taille des défauts n'influence pas de manière significative la phase de propagation de fissures de fatigue. Cela suggère que la vitesse de propagation de fissures est une propriété en grande partie liée à la matrice homogène plutôt qu'aux caractéristiques de la microstructure du matériau.

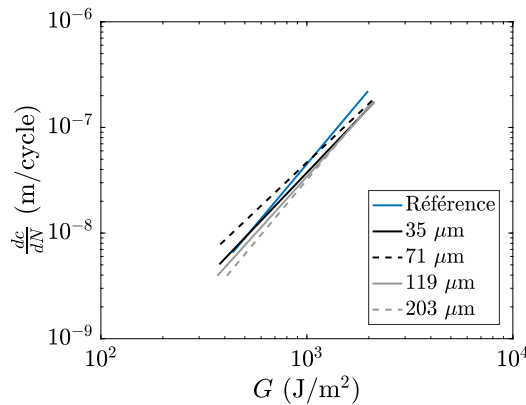


FIGURE 3.11 – Courbes représentant la vitesse de propagation de fissures de fatigue en fonction de l'énergie de déchirement construites à l'aide d'éprouvettes SENT pour le matériau EPDM de référence ainsi que 4 EPDM chargés avec 10 phr de billes de verres de diamètres 35  $\mu\text{m}$ , 71  $\mu\text{m}$ , 119  $\mu\text{m}$  et 203  $\mu\text{m}$ , retracée d'après Abraham *et al.* (2005a).

Enfin, il est intéressant de noter que, comme décrit dans le chapitre 1, certains auteurs essaient d'expliquer les résultats de durées de vie en fatigue de l'EPDM avec les approches en propagation de fissures. Ces derniers supposent que la rupture en fatigue n'est due qu'à la propagation d'une petite fissure initialement présente dans le matériau. Deux approches équivalentes sont alors employées pour tenter d'expliquer les durées de vie. Soit la loi de propagation des éprouvettes SENT (cf. chapitre 1) est intégrée en utilisant directement les durées de vie des courbes de Wöhler pour en déduire une taille de fissure initiale, soit la taille des défauts initialement présents dans le matériau est estimée (par tomographie par exemple) puis est utilisée comme taille de fissure initiale afin de prédire une durée de vie. Pour la première méthode, Chou *et al.* (2007) trouvent par exemple des tailles de fissures initiales d'environ 10  $\mu\text{m}$ , alors que Robin et Alshuth (2013) l'estiment plutôt autour de

1. [http://products.coesfeld.com/epages/44402782.sf/en\\_GB/?ObjectPath=/Shops/44402782/Products/61-471-e...](http://products.coesfeld.com/epages/44402782.sf/en_GB/?ObjectPath=/Shops/44402782/Products/61-471-e...)

400  $\mu\text{m}$ . Toutefois, aucune mesure de la taille des défauts menant réellement à la rupture n'est effectuée. Concernant la deuxième méthode, un exemple des durées de vie prédites numériquement et mesurées expérimentalement par El Yaagoubi *et al.* (2017) sont données sur la Figure 3.12. Les résultats obtenus ne sont alors pas dans un bon ordre de grandeur ni en termes de valeur moyenne, ni en termes de dispersion des durées de vie.

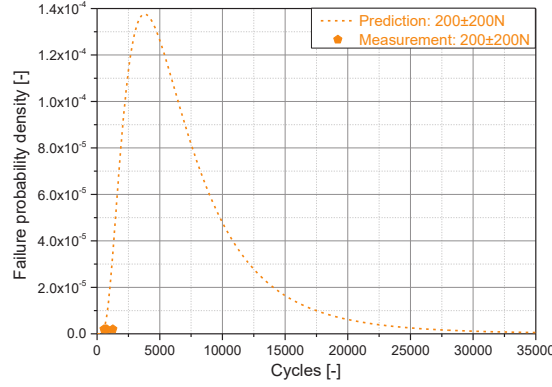


FIGURE 3.12 – Prédiction de la durée de vie en fatigue d'une éprouvette haltère axisymétrique en EPDM au niveau de chargement  $F = 400 \text{ N}$  avec l'approche en propagation, la droite pointillée représente la probabilité de rupture prédite par la méthode numérique, et les points correspondent aux nombres de cycles à rupture expérimentaux.

### Bilan de la section 3.1

En somme, l'approche en durées de vie peut être délicate à mettre en œuvre pour l'EPDM à cause de la grande dispersion des mesures. Cette dispersion est observée sur une large gamme de géométries d'éprouvettes. Elle n'est toutefois pas expliquée pour le moment, ce qui en pratique, pour des pièces industrielles, mène à un surdimensionnement souvent mal maîtrisé. De plus, l'influence du rapport de charge sur les durées de vie en fatigue des EPDM n'est pas encore claire dans la littérature. L'EPDM étant une matrice élastomère synthétique ne cristallisant pas sous tension, aucun renforcement n'est attendu. C'est ce que montrent certaines études, mais un léger effet de renforcement est parfois observé (Abraham *et al.*, 2005a). Toutefois, Gehrmann *et al.* (2019) montrent que la grandeur mécanique utilisée pour représenter les durées de vie a une grande influence sur l'interprétation des résultats. Il apparaît alors que, pour des essais de fatigue pilotés en force, aucun renforcement n'est observé lorsque les données sont tracées en utilisant la déformation. En revanche, lorsqu'elles sont représentées en termes de contraintes, l'EPDM semble renforcer.

Par ailleurs, les courbes de propagation établies dans la littérature montrent que l'EPDM est un matériau qui résiste mal à la propagation de fissures de fatigue par rapport au NR. De plus, l'ajout de caoutchouc naturel dans l'EPDM améliore grandement ses propriétés en fatigue, ce qui suggère que la matrice polymère NR est bien responsable de la bonne résistance à la propagation de fissures de fatigue. En comparaison avec les résultats de durées de vie, les courbes de propagation sont très peu dispersés. De plus, les vitesses de propagation de fissures de fatigue semblent indépendantes de la taille des défauts présents dans les matériaux. L'ensemble des résultats de cet état de l'art suggère que la vitesse de propagation est une propriété, en grande partie, liée à la matrice élastomère plus qu'aux défauts microstructuraux du matériau. Malgré le développement de ces approches en propagation, il semble délicat de les utiliser directement pour expliquer les durées de vie en fatigue des élastomères EPDM.

### 3.2 Caractérisation des propriétés quasi-statiques des EPDM\_S et EPDM\_NS

Dans ces travaux de thèse, le modèle de Mooney-Rivlin est choisi pour représenter le comportement mécanique du matériau. Ce dernier est stable numériquement et permet généralement de représenter convenablement le comportement des élastomères pour les petites et moyennes déformations : c'est pourquoi c'est un des modèles standards utilisés par l'entreprise Vibracoustic. La forme mathématique retenue par le logiciel de calcul Abaqus est la suivante :

$$W = C_{10}(I_1 - 3) + C_{01}(I_2 - 3) + \frac{1}{D_1}(J^{el} - 1)^2, \quad (3.3)$$

avec  $D_1$  le coefficient de compressibilité et  $J^{el}$  la variation de volume élastique.

Ces termes supplémentaires par rapport à la forme présentée dans le chapitre 1 permettent de prendre en compte la compressibilité du matériau, qui est nécessaire au calcul numérique dans le cas général en trois dimensions. Ainsi, trois paramètres doivent être identifiés. Pour ce faire, deux types d'essais sont réalisés :

- Des essais de cisaillement pur à l'aide des éprouvettes PS et des essais de compression simple sur des plots Goodrich qui permettent l'identification des paramètres  $C_{10}$  et  $C_{01}$  ;
- Des essais de compression confinée à l'aide des mêmes plots Goodrich, qui permettent l'identification du paramètre  $D_1$ .

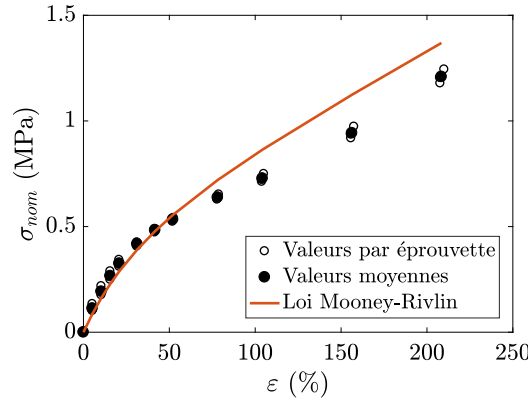


FIGURE 3.13 – Essais de cisaillement pur pour l'identification des paramètres du modèle de Mooney-Rivlin sur l'EPDM\_S.

Pour les essais de cisaillement pur, les travaux de thèse portant sur le phénomène de fatigue, il est nécessaire de caractériser le matériau de manière adaptée, c'est-à-dire accommodé à l'effet Mullins. La stratégie adoptée pour l'identification des paramètres du modèle de Mooney-Rivlin est gardée confidentielle par Vibracoustic. Les paramètres du modèle sont alors ajustés sur les valeurs moyennes de 3 éprouvettes (cf. Figure 3.13). Pour les essais de compression, le dispositif expérimental présenté sur la Figure 3.14a est utilisé. Le coefficient  $D_1$  est identifié grâce à la courbe de la Figure 3.14b. Les valeurs des paramètres identifiés sur les matériaux de l'étude pour le modèle de Mooney-Rivlin sont données dans le Tableau 3.2. Par ailleurs, quelques propriétés physico-chimiques de ces matériaux sont répertoriées dans le Tableau 3.2. Une mesure systématique de cette dureté est réalisée à la réception d'un matériau à Vibracoustic Nantes afin d'évaluer rapidement la raideur de l'élastomère reçu, et donc vérifier sa conformité. La densité  $\rho$  est mesurée à

l'aide d'un pycnomètre. Enfin, la capacité thermique massique à pression constante  $c_p$  est mesurée par calorimétrie différentielle à balayage (DSC).

Matériaux	$C_{10}$ (MPa)	$C_{01}$ (MPa)	$D_1$ (MPa <sup>-1</sup> )	ShA	$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> ) à 23°C	$c_p$ (J/kg/K) à 23°C
EPDM_S	0,224	1e-5	7,69e-4	41	1,0045	2,25
EPDM_NS	0,236	1e-5	8,90e-4	41	1,0043	2,09

Tableau 3.2 – Paramètres des lois de comportement retenues pour les matériaux de l'étude, et quelques propriétés physico-chimiques.

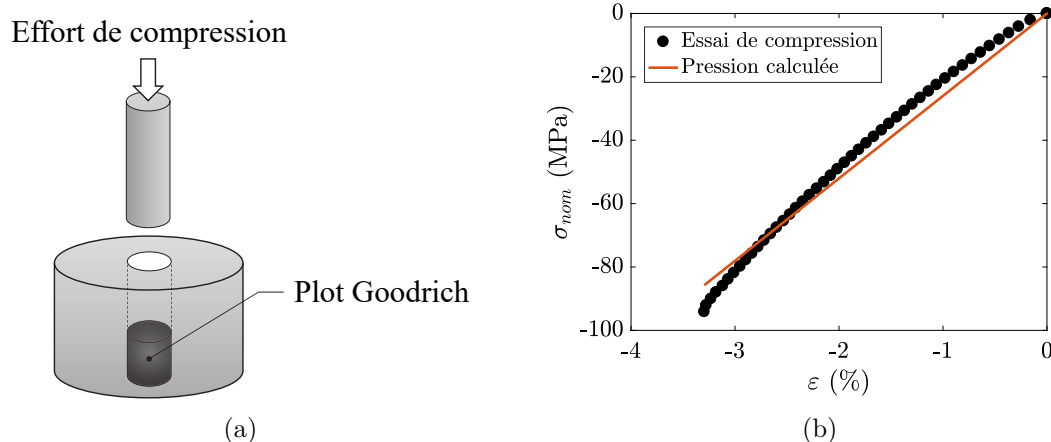


FIGURE 3.14 – Essais de compression confinée pour l'identification du coefficient de compressibilité  $D_1$  avec (a) un schéma du dispositif expérimental utilisé et (b) la courbe représentant la contrainte nominale en fonction de la déformation nominale pour l'EPDM\_S.

### Bilan de la section 3.2

En résumé, cette section a permis de décrire quelques propriétés quasi-statiques des matériaux de l'étude. Ces dernières sont par la suite utilisées dans les sections et chapitres suivants. Finalement, peu de différences apparaissent entre les matériaux EPDM\_S et EPDM\_NS, aussi bien pour leurs propriétés statiques mécaniques que physico-chimiques.

## 3.3 Durées de vie en fatigue des EPDM\_S et EPDM\_NS

L'approche en durées de vie est le standard de caractérisation des propriétés en fatigue au sein de l'entreprise Vibraoustic. La procédure d'essai est donc établie depuis plusieurs années et effectuée par un technicien d'essai. Dans un premier temps, le protocole de caractérisation est détaillé, puis les différents résultats associés aux matériaux de l'étude sont présentés.

### 3.3.1 Procédures expérimentales de caractérisation des durées de vie en fatigue

Deux types d'essais sont proposés dans cette section. Tout d'abord, les durées de vie en fatigue sont caractérisées pour différents cas de chargement relaxant, c'est-à-dire pour  $R = 0$ . Puis, l'influence du rapport de charge sur les durées de vie est estimée grâce à la construction d'un diagramme de Haigh.

#### 3.3.1.1 Protocole de caractérisation standard des durées de vie en fatigue à rapport de charge nul utilisé à Vibracoustic Nantes

Les éprouvettes AE2 sont utilisées pour tous les essais de durées de vie en fatigue. Ces dernières sont installées cinq par cinq en parallèle sur un des bancs de fatigue hydrauliques de Vibracoustic Nantes (cf. Figure 2.2). Les essais sont pilotés en déplacement, et la fréquence est adaptée en fonction du niveau de chargement pour limiter l'auto-échauffement du matériau. Le critère de fin de vie appliqué dans ces travaux de thèse est la chute de raideur effective, initialement proposé par Ostoja-Kuczynski *et al.* (2003). La raideur  $K$  est ici définie par :

$$K = \frac{F_{max} - F_{min}}{u_{max} - u_{min}}, \quad (3.4)$$

avec  $F$  la force,  $u$  le déplacement, et  $max$  et  $min$  faisant référence respectivement aux valeurs en haut et en bas des cycles.

La décroissance de raideur uniquement due à la relaxation cyclique peut se modéliser par une loi semi-logarithmique, ce qui signifie que :

$$N \frac{dK}{dN} = C, \quad (3.5)$$

avec  $N$  le nombre de cycles et  $C$  une constante.

La fin de vie de l'éprouvette, notée  $N_i$  par la suite, est alors définie au moment où l'équation 3.5 n'est plus vérifiée, et que la chute de raideur n'est plus uniquement due à la relaxation cyclique (cf. Figure 3.15). Ce critère permet donc de détecter l'instant où l'endommagement en fatigue est suffisamment important pour influencer le comportement macroscopique de l'éprouvette. En pratique, sur les éprouvettes AE2, la détection de  $N_i$  correspond à la présence d'une fissure d'environ 1 mm ou 2 mm.

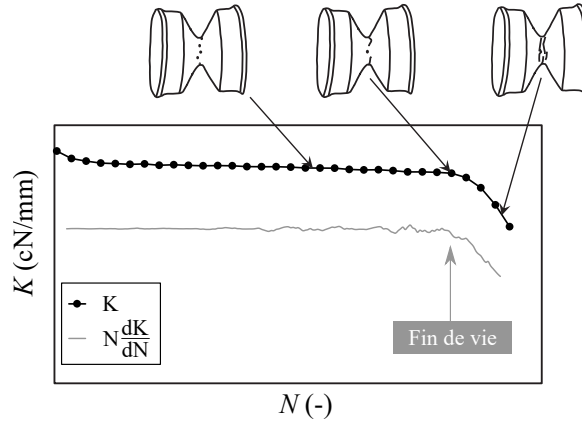


FIGURE 3.15 – Courbe représentant l'évolution de la raideur  $K$  et de la grandeur  $N \frac{dK}{dN}$  pour une éprouvette AE2 en fonction du nombre de cycles, d'après Ostoja-Kuczynski *et al.* (2003).

Enfin, le paramètre mécanique représentatif utilisé pour construire les courbes de durées de vie est la déformation nominale principale maximale  $\varepsilon_I$ . Pour simplifier, cette dernière sera notée  $\varepsilon$  dans la suite de ces travaux de thèse. Cette grandeur est choisie car il est montré par Ostoja-Kuczynski (2005) qu'elle permet de rassembler de manière satisfaisante les résultats en durées de vie pour différents types de sollicitations mécaniques. Pour les essais de durées de vie à rapport de charge nul,  $\varepsilon$  est estimé numériquement en utilisant le calcul par éléments finis. Les simulations sont effectuées sur le logiciel Abaqus, en quasi-statique avec la non-linéarité géométrique activée. La loi de comportement Mooney-Rivlin ajustée dans la section 3.2 est utilisée, et l'éprouvette AE2 est modélisée en axisymétrie par des éléments de type rectangulaire hybride avec intégration complète (CAX4H). La valeur de  $\varepsilon$  est maximale dans l'entaille de l'éprouvette AE2, et c'est cette dernière qui est retenue pour représenter les résultats de durées de vie en fatigue. Elle sera notée dans la suite  $\varepsilon_{max}$ .

En utilisant cette procédure standard, plusieurs essais de fatigue à rapport de charge nul sont effectués pour les deux matériaux de l'étude. Dans un premier temps, six niveaux de chargement sont sélectionnés, et cinq éprouvettes par niveau sont testées en fatigue jusqu'à la rupture finale. Ensuite, dans le but d'estimer de manière plus complète la dispersion des résultats, un niveau de chargement particulier est choisi et 25 éprouvettes supplémentaires sont rompues. L'ensemble des niveaux de chargement et des éprouvettes testées par niveau est résumé sur le Tableau 3.3.

$\varepsilon_{max}$ (estimé numériquement)	Nombre d'éprouvette AE2
150%	5
175%	5
200%	5 + 25
225%	5
250%	5
275%	5

Tableau 3.3 – Tableau récapitulatif des niveaux de chargement effectués et du nombre d'éprouvettes AE2 utilisées pour construire les courbes de Wöhler des EPDM\_S et EPDM\_NS.

### 3.3.1.2 Protocole de caractérisation des durées de vie à rapport de charge positif

Pour étudier l'influence du rapport de charge, les essais mécaniques sont réalisés de la même manière que ceux servant à la construction des courbes de Wöhler détaillés précédemment. Les éprouvettes AE2 sont installées sur un des bancs de fatigue hydrauliques. Les essais sont pilotés en déplacement et la fréquence est adaptée avec le niveau de déplacement pour limiter l'auto-échauffement. Le critère de fin de vie est la chute de la raideur effective. Il est important de noter que les niveaux de déplacement effectués pour construire ce diagramme sont très élevés en comparaison de ceux choisis pour la construction des courbes de Wöhler à rapport de charge nul. C'est pourquoi, pour la construction du diagramme de Haigh en particulier, il est proposé d'utiliser la déformation principale maximale mesurée par stéréo-corrélation d'images numériques. Une procédure de mesure de ces déformations sur les éprouvettes AE2 a donc été mise en place dans les locaux de Vibracoustic Nantes au cours de ces travaux de thèse. Les caméras Vision CC-0044 sont utilisées, et le logiciel VIC-3D est employé pour post-traiter les images. Les détails de la procédure sont fournis en Annexe A.

L'influence du rapport de charge sur les durées de vie en fatigue est estimée en effectuant différents types de sollicitations pour lesquelles  $R = \frac{\varepsilon_{min}}{\varepsilon_{max}} > 0$ . Plusieurs conditions d'essais sont proposées dans le cadre de ces travaux de thèse. Dans un premier temps,  $\varepsilon_{max}$  est fixé, et cinq niveaux de  $\varepsilon_{min}$  différents et supérieurs à zéro sont effectués. Pour compléter le diagramme, un niveau  $\varepsilon_a$  (amplitude de déformation) est choisi et trois niveaux de  $\varepsilon_m$  (déformation moyenne) sont sélectionnés. Pour chaque condition d'essai, cinq éprouvettes sont testées, et la durée de vie moyenne de ces dernières est utilisée pour représenter l'ensemble des résultats dans un diagramme de Haigh. Finalement, les niveaux de chargement effectués sont résumés sur le Tableau 3.4.

$\varepsilon_a$ (estimé par CIN)	$\varepsilon_m$ (estimé par CIN)
193%	212%
181%	224%
168%	237%
154%	251%
138%	267%
202%	291%
202%	402%
202%	607%

Tableau 3.4 – Tableau récapitulatif des niveaux de chargement effectués pour étudier l'influence du rapport de charge sur les durées de vie en fatigue des EPDM\_S et EPDM\_NS avec  $\varepsilon_a$  l'amplitude de déformation et  $\varepsilon_m$  la déformation moyenne.

### 3.3.2 Résultats des durées de vie en fatigue

#### 3.3.2.1 Courbes de Wöhler à rapport de charge nul des EPDM\_S et EPDM\_NS

Dans un premier temps, l'évolution de la force maximale atteinte en haut des cycles de chargement en fonction du nombre de cycles est tracée sur la Figure 3.16. Une première chute de force, attribuée à l'accommodation du matériau, notamment à l'effet Mullins, est visible au début de l'essai. S'en suit une légère décroissance de la force due à la relaxation cyclique visible sur une grande partie de l'essai. Enfin, une chute de force plus prononcée est visible sur la fin de l'essai. Le nombre de cycles correspondant à la fin de vie détectée par le critère,  $N_i$ , est représenté par un rond. Le nombre de cycles correspondant à la rupture totale de l'éprouvette, noté  $N_r$ , est représenté par un triangle. On définit alors le nombre de cycles  $N_{p\ macro}$  tel que  $N_{p\ macro} = N_r - N_i$  (cf. Figure 3.16). Cette phase correspond à la propagation macroscopique de fissures de fatigue entre la fin de vie, où il existe l'équivalent d'une fissure d'environ 1 mm ou 2 mm, et la rupture totale de l'éprouvette. La phase entre le début de l'essai de fatigue et la fin de vie correspond alors à ce que l'on appellera l'endommagement microscopique (cf. Figure 3.16). Ce dernier n'est pas détectable sur les propriétés macroscopiques de l'éprouvette, et c'est pourquoi la partie III de ce travail de thèse cherche à le caractériser à l'aide d'observations microscopiques.



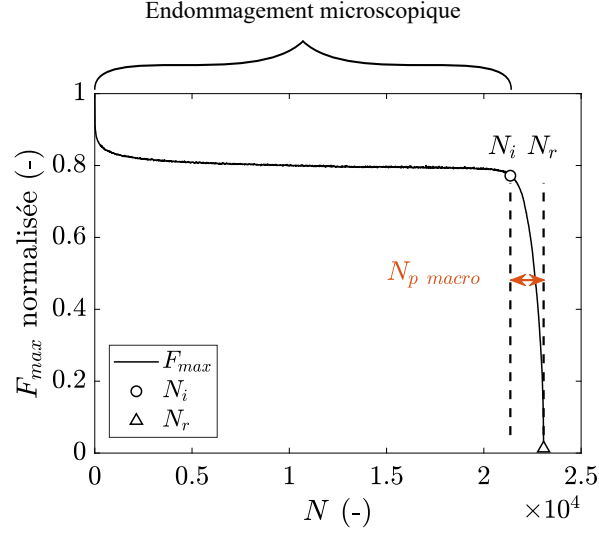


FIGURE 3.16 – Évolution de la force maximale atteinte à chaque cycle au cours d'un essai de fatigue et illustration des nombres de cycles  $N_i$ ,  $N_r$ ,  $N_{p\ macro}$ .

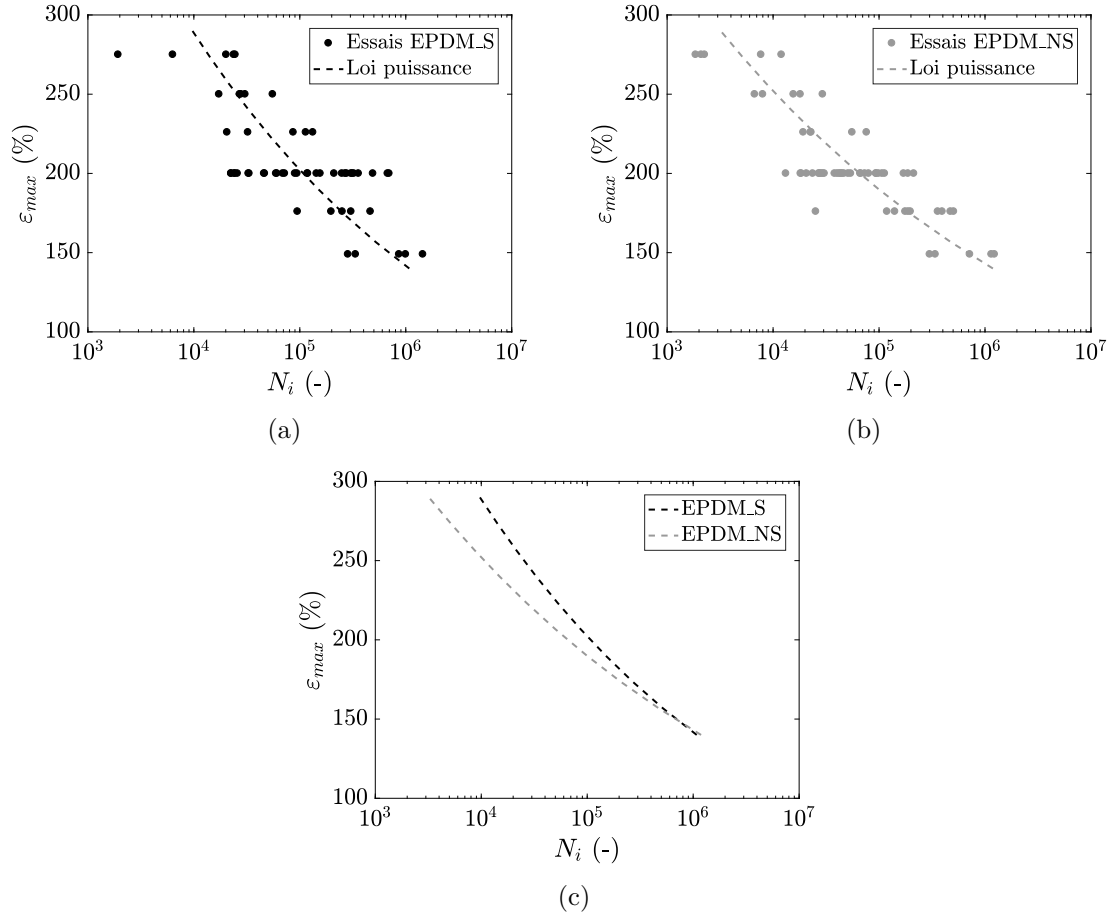


FIGURE 3.17 – Courbes de Wöhler représentant  $\epsilon_{max}$  en fonction du nombre de cycles à la fin de vie  $N_i$  pour (a) l'EPDM\_S, (b) l'EPDM\_NS et (c) les lois puissances ajustées sur les résultats des deux matériaux.

Les courbes de durées de vie en fatigue des EPDM\_S et EPDM\_NS sont respectivement tracées sur les Figures 3.17a et 3.17b. Ces dernières représentent l'évolution du nombre de cycles  $N_i$  en fonction de  $\varepsilon_{max}$ . Pour les deux matériaux, une dispersion des résultats supérieure à une décade est observée. Cet ordre de grandeur est cohérent avec les études de la littérature montrant des dispersions comprises entre une et trois décades (Royo, 1992; Abraham *et al.*, 2005a; Flamm *et al.*, 2008).

Malgré cette forte dispersion, une tendance est visible sur les durées de vie des deux matériaux (cf. Figure 3.17c). Lorsque le niveau de chargement augmente, les durées de vie diminuent, ce qui est attendu. De plus, la courbe moyenne de l'EPDM\_S est globalement plus à droite que celle de l'EPDM\_NS, ce qui signifie que pour les mêmes niveaux de chargement, les durées de vie en fatigue des éprouvettes AE2 en EPDM\_S sont plus grandes que celles de l'EPDM\_NS. Ainsi, l'étape dite de *strainer* effectuée dans le but de réduire la taille des défauts présents dans le matériau (procédé présenté dans la section 1.1.3.2 du chapitre 1) a un effet bénéfique sur les durées de vie. Toutefois, cet effet est surtout visible pour les hauts niveaux de chargement pour lesquels une augmentation d'un facteur environ 3 sur les durées de vie est observée. Cet écart entre les deux matériaux diminue lorsque le niveau de chargement diminue jusqu'à devenir négligeable.

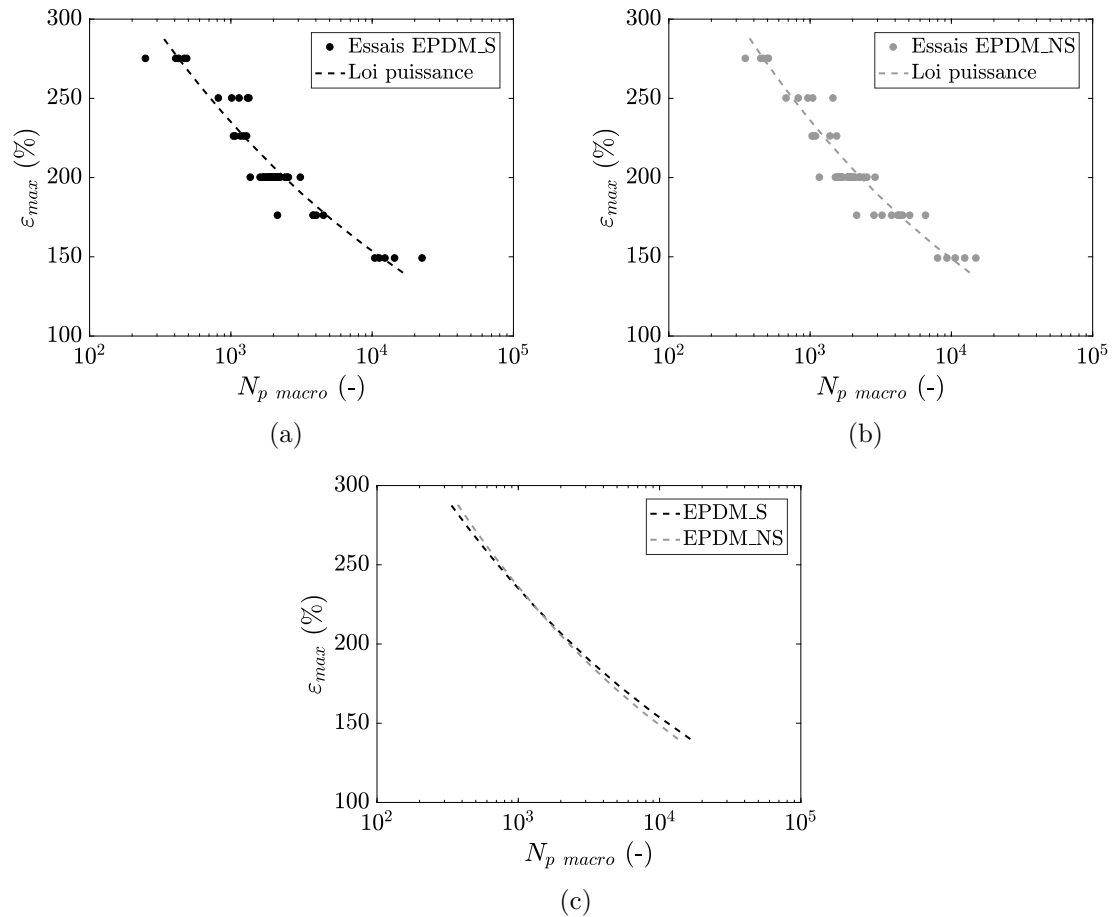


FIGURE 3.18 – Courbes représentant  $\varepsilon_{max}$  en fonction du nombre de cycles correspondant à la phase de propagation macroscopique  $N_{p\ macro}$  pour (a) l'EPDM\_S, (b) l'EPDM\_NS et (c) les lois puissances ajustées sur les résultats des deux matériaux.

Les courbes des Figures 3.18a et 3.18b représentent les nombres de cycles  $N_p$  *macro* en fonction du niveau de chargement pour les deux EPDM de l'étude. Tout d'abord, il apparait que les résultats sont très peu dispersés en comparaison avec les nombres de cycles  $N_i$  (cf. Figure 3.17a et Figure 3.17b). De plus, les résultats des deux matériaux sont très similaires pour tous les niveaux de chargement (cf. Figure 3.18c). Cela montre que l'étape de *strainer* réalisée dans le but de réduire la taille des défauts n'a pas d'influence significative sur la phase de propagation macroscopique. Cette analyse va dans le sens de l'étude de Abraham *et al.* (2005b) montrant que la taille des défauts n'influence pas les courbes de propagation.

### 3.3.2.2 Influence du rapport de charge sur les durées de vie en fatigue des EPDM\_S et EPDM\_NS

Concernant l'influence du rapport de charge sur les durées de vie en fatigue  $N_i$ , l'ensemble des résultats est synthétisé dans les diagrammes de Haigh des Figures 3.19a et 3.19b. Les résultats des courbes de Wöhler présentés précédemment se retrouvent sur la droite correspondant à  $R = 0$ . Les points situés sur la droite de pente  $-1$  correspondent aux essais à  $\varepsilon_{max}$  constant, et ceux sur la droite horizontale correspondent à  $\varepsilon_a$  constant. Il est rappelé que les déformations dans cette section sont estimées par stéréo-corrélation d'image. Les durées de vie en fatigue sont représentées par un code couleur sur un intervalle de valeurs. Les résultats des deux EPDM sont comparables, mais aucun ajustement de lignes d'iso-durées de vie n'est réalisé.

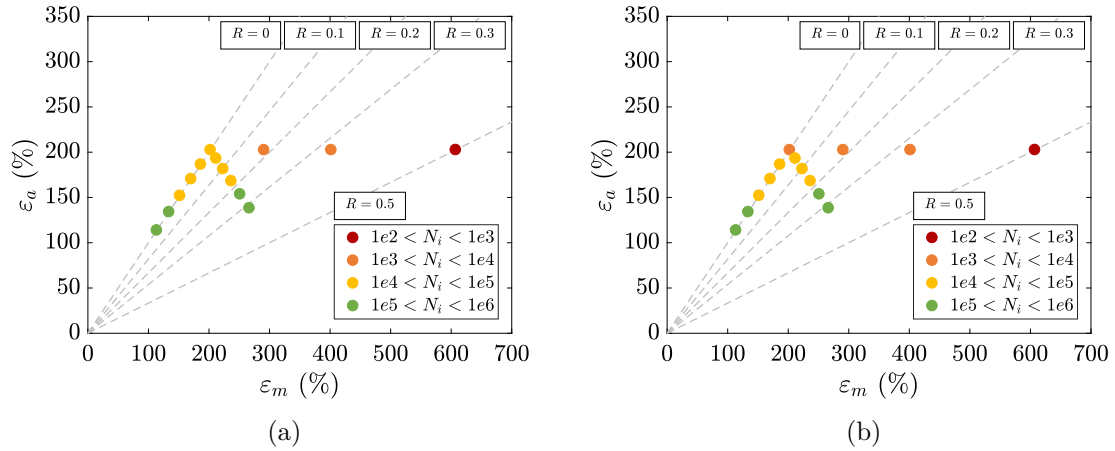


FIGURE 3.19 – Diagrammes de Haigh obtenus sur des éprouvettes AE2 représentant les durées de vie moyennes sur cinq éprouvettes à l'aide d'un code couleur sur un intervalle de valeurs pour différentes conditions d'essais avec en abscisse  $\varepsilon_m$  et en ordonnée  $\varepsilon_a$  pour (a) l'EPDM\_S et (b) l'EPDM\_NS.

Par ailleurs, les conditions de chargement réalisées dans cette section sont telles qu'elles peuvent être représentées simplement par une seule déformation (cf. Figure 3.19) :

- Pour le cas de chargement  $R = 0$ , on a  $\varepsilon_a = \varepsilon_m$ . Cela signifie que l'utilisation de  $\varepsilon_a$  seulement permet de représenter l'intégralité du chargement ;
- De la même manière, pour le cas de chargement  $\varepsilon_{max}$  constant, l'amplitude et la moyenne sont reliées par  $\varepsilon_a = \varepsilon_{max} - \varepsilon_m$ , ce qui signifie que  $\varepsilon_a$  seulement permet de représenter l'intégralité du chargement ;
- Enfin, pour le cas de chargement  $\varepsilon_a$  constant,  $\varepsilon_m$  seulement permet de représenter l'intégralité du chargement.

Ainsi, pour chacun de ces trois cas de chargement, les durées de vie peuvent être tracées uniquement en fonction de la déformation représentative proposée ci-dessus. Il est alors possible d'ajuster ces deux variables par des lois puissances. Cela permet d'extrapoler, pour chaque condition d'essai, les iso-durées de vie souhaitées. Afin de ne pas extrapoler des valeurs trop éloignées de celles réellement mesurées, le choix est fait de ne représenter que les iso-durées de vie ( $10^3, 10^4, 10^5, 10^6$ ). De cette manière, l'influence du rapport de charge sur les durées de vie en fatigue peut être analysée plus aisément.

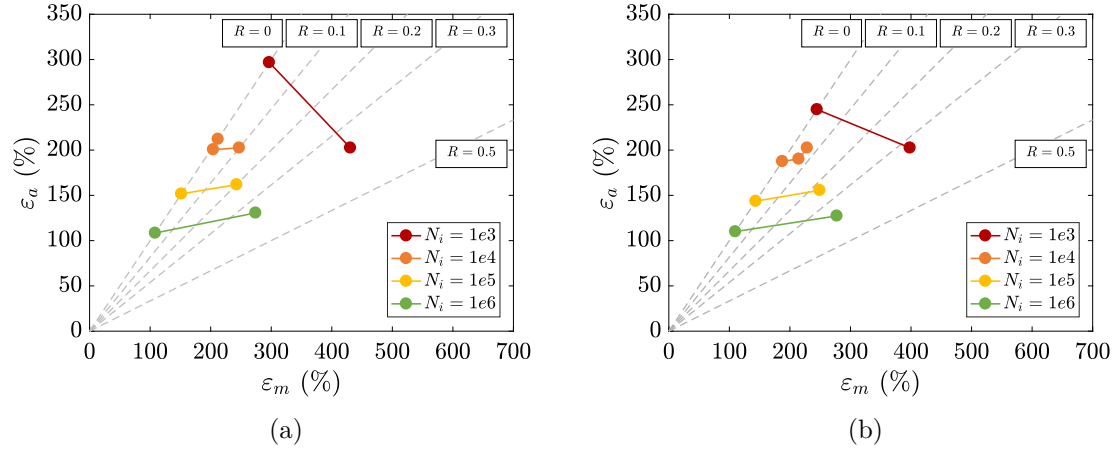


FIGURE 3.20 – Diagrammes de Haigh obtenus sur des éprouvettes AE2 représentant les durées de vie moyennes ajustées par des lois puissance avec en abscisse  $\varepsilon_m$  et en ordonnée  $\varepsilon_a$  pour (a) l'EPDM\_S et (b) l'EPDM\_NS.

Les nouveaux diagrammes de Haigh obtenus grâce à ces extrapolations sont donnés sur la Figure 3.20a pour l'EPDM\_S et Figure 3.20b pour l'EPDM\_NS. Ces deux derniers semblent comparables, à l'exception de l'iso-durée de vie  $10^3$  située sur la droite  $R = 0$ , correspondant à l'écart visible sur la Figure 3.17 de la section 3.3.2.1. Les tendances n'en restent pas moins les mêmes. Tout d'abord, pour les grands niveaux d'amplitude de déformation, les lignes d'iso-durées de vie sont décroissantes, ce qui signifie qu'il n'y a pas d'effet de renforcement. Pour les faibles niveaux d'amplitude de déformation, les lignes d'iso-durées de vie sont légèrement croissantes, mais leurs pentes restent proche de zéro. Les pentes mesurées sur la ligne correspondant à  $N_i = 10^6$  cycles sont d'environ 0,13 pour l'EPDM\_S et 0,10 pour l'EPDM\_NS. A titre de comparaison, le diagramme de Cadwell *et al.* (1940) construit sur un NR est utilisé. Ce dernier a été retracé dans un diagramme de Haigh en déformation nominale par Champy (2016) afin d'être comparé avec les résultats de ses travaux. La pente mesurée pour  $N = 10^6$  cycles sur le début de la portion  $R > 0$  est alors d'environ 0,55 ce qui est bien plus grand. Ainsi, les pentes des iso-durées de vie associées aux deux EPDM de l'étude ne semblent pas suffisamment importantes pour être associées à un effet de renforcement. Par conséquent, les EPDM\_S et EPDM\_NS sont considérés dans le cadre de ces travaux de thèse comme des élastomères **non-renforçants**, même si cela reste discutable.

Ces résultats sont comparables à ceux obtenus par Murphy *et al.* (2005, 2009), mais contredisent les conclusions de Abraham *et al.* (2005a). Au vu des analyses effectuées par Gehrmann *et al.* (2019), il est important de noter que seule la déformation principale maximale a été utilisée comme paramètre mécanique pour représenter les données dans un diagramme de Haigh. Comme cette dernière a été mesurée par stéréo-CIN, elle est considérée comme fiable. En comparaison, le passage à une contrainte nécessiterait une loi de comportement et donc un biais supplémentaire dans son estimation.

### Bilan de la section 3.3

Pour conclure, la dispersion des résultats en fatigue observée sur les nombres de cycles à la fin de vie des deux EPDM de l'étude est supérieure à une décade, ce qui est cohérent avec ce que montre la littérature. Cette grande dispersion dans les résultats en fatigue n'est cependant pas expliquée pour le moment. L'étape de *strainer*, effectuée pour diminuer la taille des défauts dans le matériau, semble avoir une influence bénéfique sur les durées de vie en fatigue, en particulier pour les hauts niveaux de chargement. En revanche, cet effet bénéfique diminue lorsque le niveau de chargement diminue.

Concernant la phase de propagation macroscopique, elle est très peu dispersée en comparaison avec les nombres de cycles à la fin de vie. De plus, les résultats des deux matériaux sont très similaires quel que soit le niveau de chargement, ce qui signifie que l'étape de *strainer* ne semble pas influencer la propagation macroscopique de fissures de fatigue.

Enfin, pour l'influence du rapport de charge sur les durées de vie en fatigue, aucun des deux matériaux ne semble montrer d'effet de renforcement significatif. L'EPDM\_S et l'EPDM\_NS sont donc considérés comme des élastomères non-renforçants.

## 3.4 Propagation de fissures de fatigue pour l'EPDM\_S et l'EPDM\_NS

Afin de caractériser les matériaux de l'étude en fissuration par fatigue de la manière la plus complète possible, un protocole permettant de construire les courbes de vitesses de propagation de fissures de fatigue a été développé durant ces travaux de thèse par l'encadrement d'un projet d'étudiants à l'École Centrale de Nantes. Il est important de noter qu'un grand nombre d'études s'intéresse à la résistance à la propagation de fissures de fatigue, sans qu'il n'y ait de consensus sur le protocole expérimental à adopter. Malgré l'existence d'une norme ISO 27727 (2008), chaque étude propose généralement un protocole qui lui est propre Lake et Lindley (1965); Young (1985); Kaang *et al.* (2006). C'est pourquoi, en s'inspirant de ces études, un protocole adapté aux outils expérimentaux disponibles a été développé. Dans un premier temps, ce protocole de mesure est détaillé, puis les résultats associés aux deux EPDM de l'étude sont présentés.

### 3.4.1 Établissement d'un protocole expérimental de mesure de vitesse de propagation de fissures de fatigue

Les éprouvettes PS précédemment utilisées pour identifier la loi de comportement Mooney-Rivlin sont de nouveau employées dans cette section. Comme il a été montré dans le chapitre 1, pour cette géométrie d'éprouvette, l'énergie de déchirement ne dépend pas de la longueur de la fissure. C'est pourquoi la procédure développée dans cette section se divise en deux étapes. Dans un premier temps, une éprouvette non entaillée est utilisée pour estimer l'énergie de déchirement pour différents niveaux de chargement : c'est l'étape de caractérisation énergétique. Ensuite, une nouvelle éprouvette est sélectionnée, puis est entaillée à l'aide d'un outil de découpe dans le but de mesurer les vitesses de propagation de fissures pour différents niveaux de chargement. La combinaison de ces deux étapes permet de tracer les courbes de vitesses de propagation de fissures de fatigue en fonction de l'énergie de déchirement. Dans la suite de cette section, chacune de ces étapes est détaillée.

Tous les essais de cette section sont effectués sur la machine de traction INSTRON E10 000. Les essais de fatigue sont pilotés simplement en déplacement, sans consigne particulière sur la force, pour un rapport de charge  $R = \frac{u_{min}}{u_{max}} = 0$ . Les fréquences sont ajustées en fonction du niveau de déplacement dans le but de garder constant le produit de la fréquence par le déplacement imposé  $fu = 30$ , ce qui correspond à une vitesse de déformation constante pour l'ensemble des niveaux de chargement. Les dimensions des éprouvettes PS sont initialement mesurées à l'aide d'un pied à coulisse.

### 3.4.1.1 Caractérisation énergétique

Dans cette partie, une éprouvette PS est sollicitée en fatigue pendant 10 000 cycles pour dix niveaux de déplacements imposés compris entre 3 mm et 30 mm, appliqués successivement par ordre croissant. Cette étape permet de mesurer l'énergie de déchirement, notée par la suite  $T$ , sur un matériau dont le comportement est considéré comme stabilisé par rapport à l'effet Mullins et à la relaxation cyclique. Cette valeur de 10 000 cycles est arbitraire, et a été choisie pour être globalement comparable avec le nombre de cycles réalisé lors des mesures de vitesses de propagation de fissures. La procédure est schématisée sur la Figure 3.21.

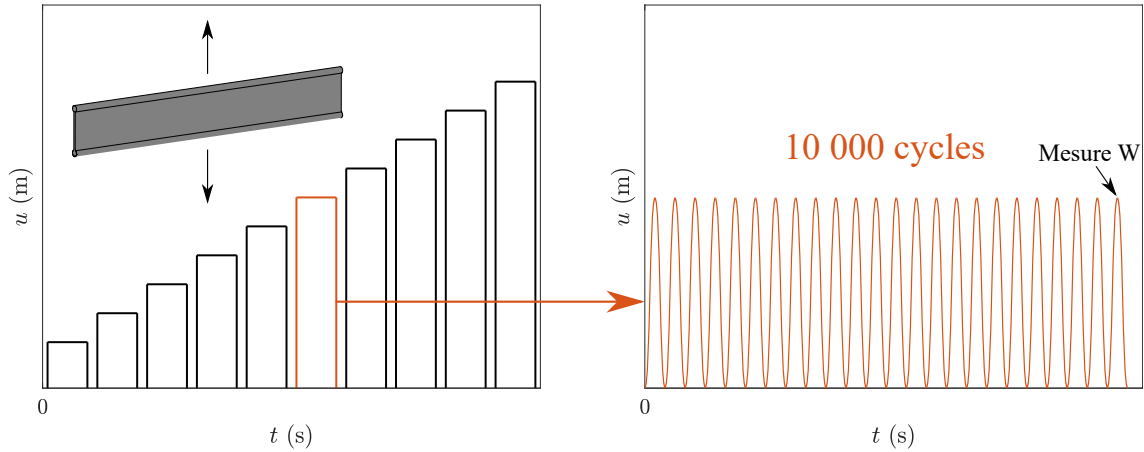


FIGURE 3.21 – Schématisation de la procédure de mesure de l'énergie de déformation associée à chaque niveau de chargement.

Pour chaque niveau de chargement, les valeurs de déplacement et de force du dernier cycle sont récupérées grâce aux différents capteurs de la machine de traction. L'élongation et la contrainte nominale sont déduites de ces valeurs de la manière suivante :

$$\lambda = \frac{l}{l_0} = \frac{u + h}{h}, \quad (3.6)$$

$$\sigma_{nom} = \frac{F}{S_0} = \frac{F}{eL}, \quad (3.7)$$

avec  $u$  le déplacement imposé par la machine de traction,  $h$  la hauteur de l'éprouvette PS dans la direction de traction,  $F$  la force mesurée par le capteur de force de la machine de traction,  $e$  l'épaisseur et  $L$  la longueur de l'éprouvette PS.

La Figure 3.22 représente l'évolution de  $\lambda$  en fonction de  $\sigma_{nom}$  pour le dernier des 10 000 cycles effectués à un niveau de chargement donné. Puisqu'un pilotage simple en déplacement est réalisé, on remarque que l'éprouvette PS est en compression en bas du cycle à cause de la relaxation cyclique et de l'effet Mullins. Aucune correction de cette

compression n'a été envisagée car cet effet a été considéré comme négligeable sur les vitesses de propagation de fissures de fatigue.

L'énergie de déformation totale, notée  $W$ , est alors calculée par intégration de la partie positive de la décharge de cette courbe comme préconisé par la norme (ISO 27727, 2008).  $W$  correspond donc à ce qui est classiquement appelé l'énergie restituée, l'énergie fournie étant l'aire sous la courbe de charge. Ainsi, les vitesses de propagation de fissures mesurées par la suite sont associées à une énergie de déchirement qui est inférieure à celle qui serait calculée avec l'énergie fournie. L'utilisation de cette dernière aurait pour effet de décaler la courbe de propagation sur la gauche (moins d'énergie nécessaire pour une même vitesse, ou vitesse supérieure pour une même énergie). La présente approche est donc conservative.

En divisant l'énergie totale  $W$  par le volume de l'éprouvette testée, la densité d'énergie de déformation  $w = \frac{W}{eLh}$  est obtenue. Enfin, en utilisant l'équation mathématique analytique donnée dans le chapitre 1 (cf. équation 1.4), l'énergie de déchirement  $T = wh$  est obtenue pour le niveau de déplacement considéré. En effectuant la même procédure pour dix niveaux de chargement, l'évolution de  $T$  en fonction du déplacement imposé est estimée.

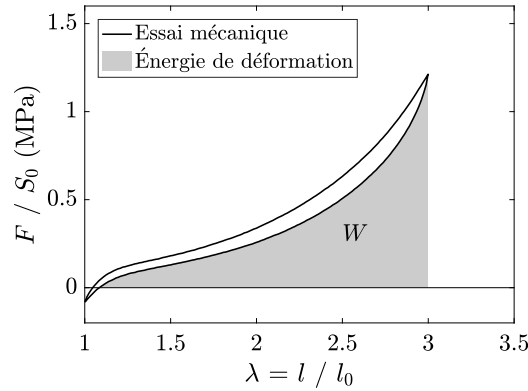


FIGURE 3.22 – Courbe représentant la contrainte nominale en fonction de l'élongation d'une éprouvette PS en EPDM\_S pour le dernier des 10 000 cycles du niveau de chargement  $\lambda = 3$ , avec illustration du calcul de l'énergie de déformation totale.

### 3.4.1.2 Mesures de vitesses de propagation de fissures de fatigue

Pour les mesures de vitesses de propagation, une nouvelle éprouvette est installée dans la machine de traction. Un déplacement de 5 mm est alors imposée à l'éprouvette pour faciliter l'introduction de l'entaille. Cette dernière est effectuée manuellement à l'aide d'un scalpel sur un des bords de l'éprouvette (cf. Figure 3.23). Yeoh (2001) montre que la longueur de la fissure, notée  $c$ , doit respecter la relation  $c > 0,75h$  pour être dans les conditions expérimentales où la vitesse de propagation ne dépend plus de la longueur de la fissure. Ainsi, pour la géométrie d'éprouvette PS utilisée dans ces travaux de thèse, l'entaille doit mesurer au moins 25 mm de long. Une fois que cette dernière est introduite dans l'éprouvette, la tension est relâchée.

L'éprouvette est ensuite soumise à un premier chargement de fatigue afin de créer une fissure de fatigue naturelle à partir de l'entaille. L'essai est arrêté lorsque la fissure s'est propagée d'environ 5 mm. Dans ces travaux de thèse le niveau de chargement  $u = 12$  mm est choisi, et environ 10 000 cycles sont effectués.



FIGURE 3.23 – Introduction d'une entaille dans une éprouvette PS en EPDM\_S à l'aide d'un scalpel.

Pendant ce temps, le dispositif expérimental de mesure des vitesses de propagation de fissures peut être installé. Ce dernier est présenté sur la Figure 3.24. Une caméra Allied Vision GT6600 avec l'objectif Zeiss Makro-Planar 2/100 ZF T\* est positionnée d'un côté de la machine, sur la droite de la photo. Cette dernière est reliée à un ordinateur permettant le réglage de la caméra, ainsi que le déclenchement de la prise de photo et la récupération des données. Cet ordinateur est relié à un boîtier d'acquisition qui est connecté à une des sorties analogiques de la machine de traction à l'aide d'un câble BNC. Ainsi, lorsque la machine de traction envoie une tension de  $U = 5 \text{ V}$  dans la sortie analogique, le boîtier d'acquisition transmet l'information à l'ordinateur qui déclenche la prise d'une photo.

Deux éclairages LED sont installés du côté opposé à la caméra, et un papier calque diffuseur est utilisé pour homogénéiser l'éclairage et limiter l'incidence directe de rayons lumineux dans la caméra. Le fait d'avoir le système d'éclairage du côté opposé à la caméra permet de faciliter le traitement d'image réalisé par la suite pour séparer numériquement la fissure du reste de l'éprouvette.

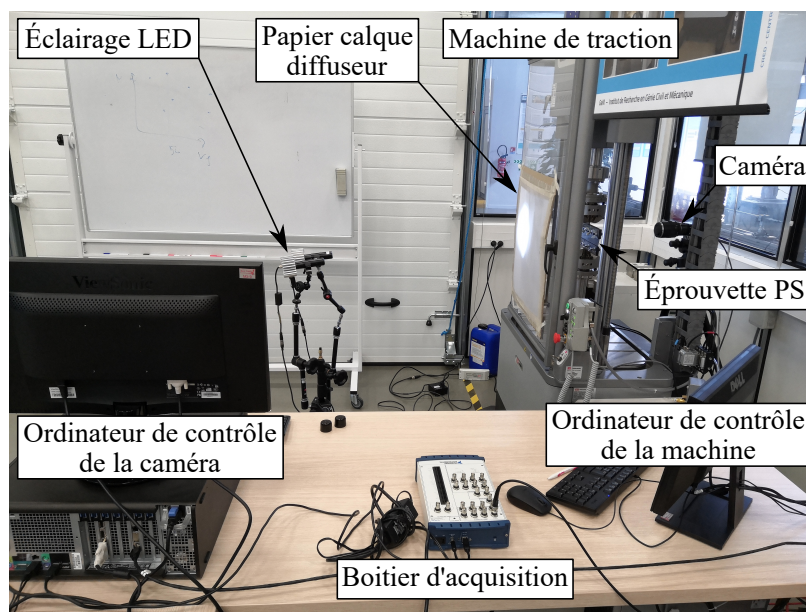


FIGURE 3.24 – Photo du dispositif expérimental permettant la mesure de vitesses de propagation de fissures de fatigue.



Par la suite, un autocollant d'une taille calibrée est positionné sur l'éprouvette (cf. Figure 3.25). Ce dernier permet de fournir une échelle de conversion entre la taille physique des objets et le nombre de pixels qui les définissent sur les photos. Avec le dispositif expérimental utilisé dans ces travaux de thèse, la résolution est d'environ 1 pixel = 24,8  $\mu\text{m}$ . A partir de cette étape, il est crucial qu'aucun élément du dispositif expérimental ne bouge.

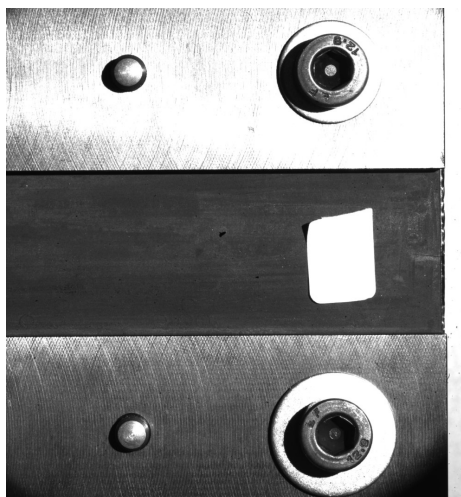


FIGURE 3.25 – Prise de photo avec l'autocollant servant d'étalonnage pour la taille physique représentée par les pixels.

L'essai de propagation de fissures de fatigue peut maintenant débuter. Dix niveaux de chargement sont alors sélectionnés. Ces derniers peuvent être différents de ceux choisis pour la caractérisation énergétique, car l'énergie de déchirement peut être déduite pour tous les niveaux de déplacement par interpolation. Pour chaque niveau de chargement, dix interruptions sont effectuées. Lors de chaque interruption, l'éprouvette est étirée de 3 mm pendant 3 secondes afin d'ouvrir la fissure, et la prise d'une photo est déclenchée automatiquement par la machine de traction grâce à l'envoi d'une tension  $U = 5 \text{ V}$  dans le boîtier d'acquisition. Les différents niveaux de chargement s'enchainent ensuite de manière totalement automatisée par ordre croissant. L'ensemble de la procédure est schématisé sur la Figure 3.26. Sa durée est d'environ dix jours consécutifs, en particulier à cause des petits niveaux de chargement. Le paramètre le plus difficile à choisir est le nombre de cycles à effectuer entre chaque interruption. Ce dernier dépend du niveau de chargement imposé et de la résolution du système optique. Il est nécessaire que la fissure se propage de quelques pixels entre chaque photo afin d'être en mesure de calculer une vitesse de propagation. C'est pourquoi des vitesses de propagation sont estimées grâce aux résultats disponibles dans la littérature, pour en déduire un nombre de cycles à effectuer entre chaque interruption.

Enfin, un traitement d'image automatique est réalisé sous le logiciel Matlab pour extraire les vitesses de propagation de fissures de fatigue. Pour ce faire, les images sont dans un premier temps binarisées à l'aide de la fonction *imbinarize* permettant un seuillage automatique à l'aide de la méthode d'Otsu (cf. Figure 3.27a). Cette binarisation se fait aisément et permet d'obtenir directement la bonne géométrie des lèvres de la fissure grâce aux conditions expérimentales d'éclairage. Les coordonnées  $(x,y)$  de la pointe de fissure, illustrée à l'aide d'une croix bleue sur la Figure 3.27a, sont relevées pour chaque image. Une loi linéaire est ensuite ajustée sur la coordonnée  $x$  en fonction du nombre de cycles (cf. Figure 3.27b). La pente de cette loi fournit la valeur de la vitesse de propagation  $\frac{dx}{dN} = \frac{dc}{dN}$  pour chaque niveau de chargement considéré. Il est important de noter que la propagation n'est pas rigoureusement rectiligne en pratique, ce qui fait que la vitesse mesurée n'est

qu'une approximation de la vitesse réelle. De plus, la vitesse de propagation mesurée est moyennée sur les dix points de mesure par l'ajustement d'une droite.

Finalement, l'énergie de déchirement associée à un niveau de déplacement étant connue grâce à l'étape de caractérisation énergétique, il est possible de tracer la vitesse de propagation mesurée pour un niveau de déplacement donné en fonction de l'énergie de déchirement.

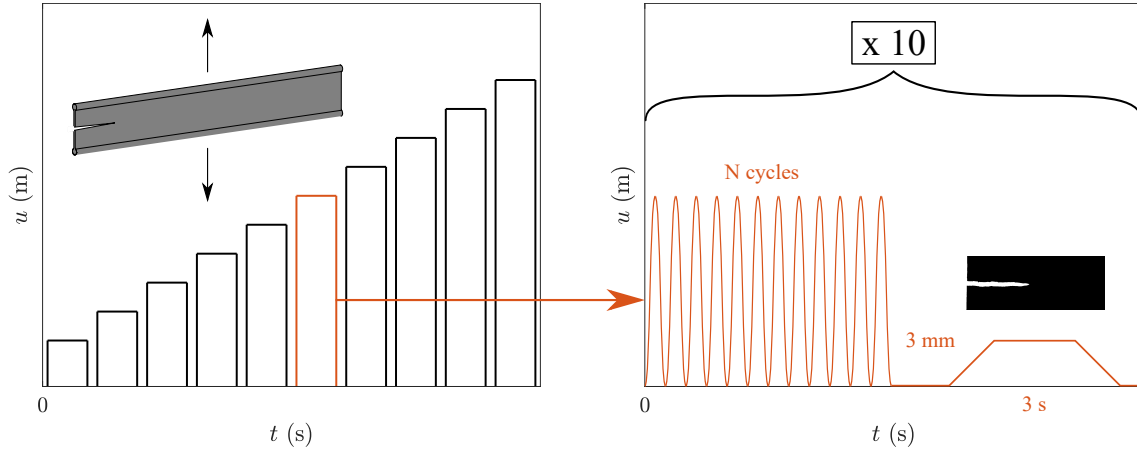


FIGURE 3.26 – Schématisation de la procédure d'essai automatique de mesure de vitesses de propagation de fissures de fatigue développée dans le cadre de ces travaux de thèse.

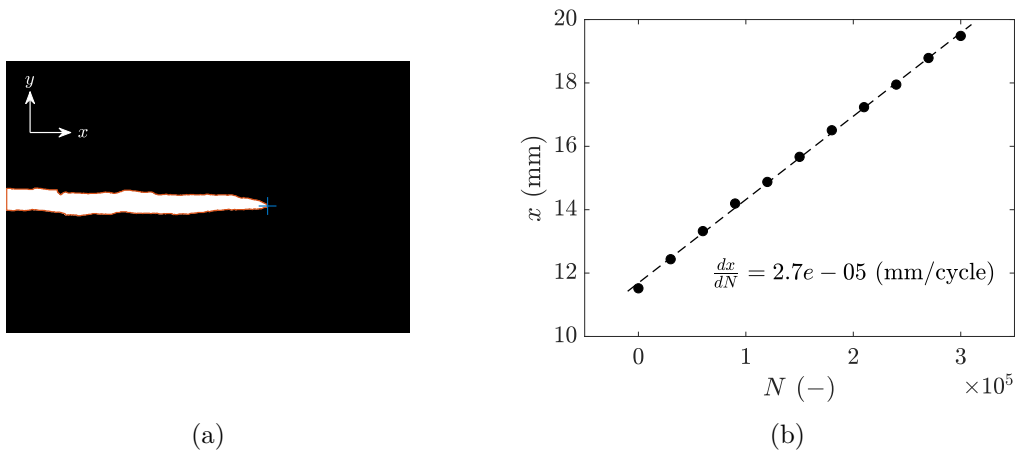


FIGURE 3.27 – Méthode de mesure de la vitesse de propagation de fissures de fatigue pour une éprouvette PS en EPDM\_S avec (a) résultat de la binarisation d'une photo avec la croix bleue correspondant à la pointe de la fissure et le contour rouge correspondant au contour de la fissure tous deux détectés automatiquement par un traitement d'image et (b) évolution de la coordonnée de la pointe de fissure en fonction du nombre de cycles et ajustement d'une droite dont la pente correspond à la vitesse de propagation de fissures de fatigue moyennée sur dix points de mesure.

#### 3.4.2 Courbes de propagation de fissures de fatigue des EPDM de l'étude

Tout d'abord, les caractérisations énergétiques des deux matériaux de l'étude sont effectuées. Les courbes représentant l'énergie de déchirement  $T$  en fonction du déplacement imposé  $u$  pour l'EPDM\_S et l'EPDM\_NS sont présentées sur les Figures 3.28a et 3.28b.

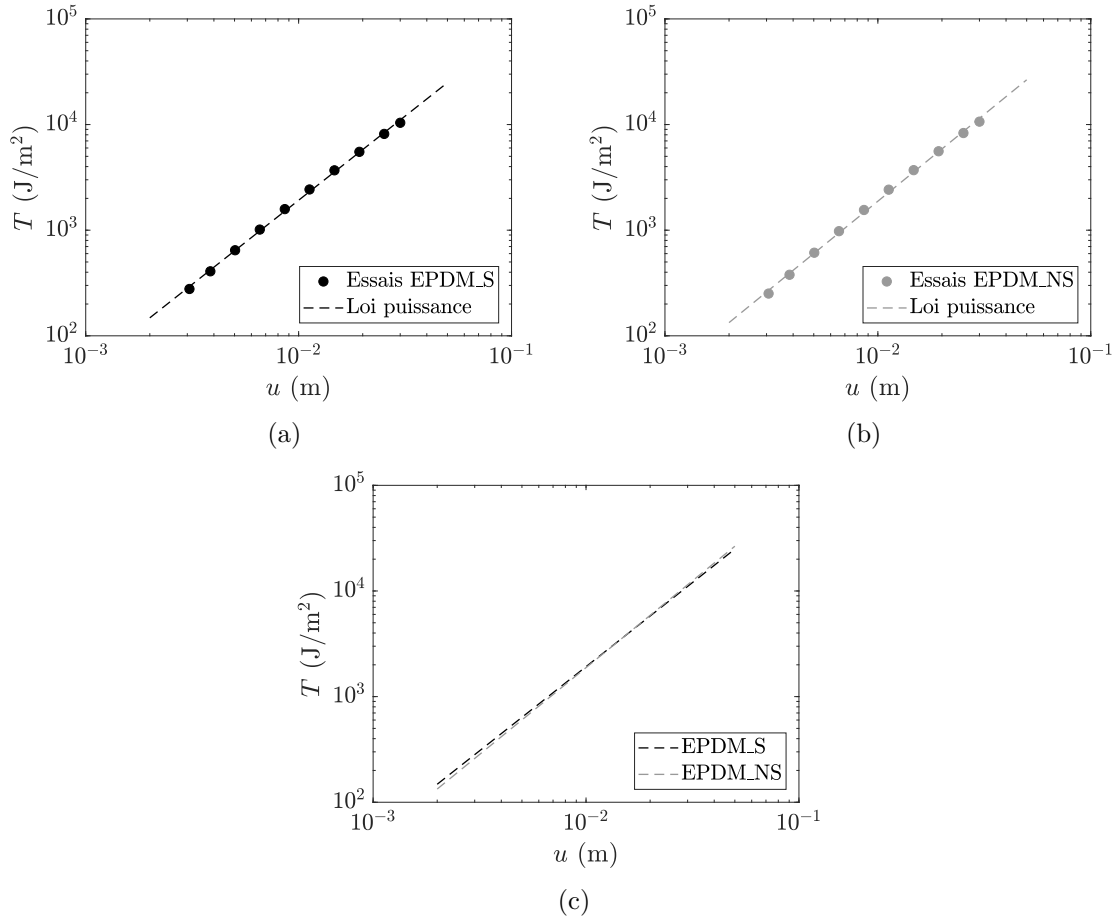


FIGURE 3.28 – Caractérisation énergétique représentant l'évolution de l'énergie de déchirement en fonction du déplacement imposé à l'éprouvette PS pour (a) l'EPDM\_S, (b) l'EPDM\_NS et (c) les lois puissances ajustées sur les résultats des deux matériaux.

Sur ces deux courbes, une loi puissance est ajustée de manière satisfaisante sur les données expérimentales, ce qui permet d'interpoler l'énergie de déchirement pour tous les niveaux de déplacement. Les courbes des deux matériaux sont superposées sur la Figure 3.28c, et aucune différence significative n'apparaît entre l'EPDM\_S et l'EPDM\_NS. Ainsi, comme la caractérisation des propriétés quasi-statiques le suggérait (cf. § 3.2), l'étape de *strainer* ne modifie pas le comportement mécanique du matériau.

Les courbes de propagation de l'EPDM\_S et l'EPDM\_NS sont données sur les Figures 3.29a et 3.29b. Ces dernières représentent les vitesses de propagation de fissures de fatigue en fonction de l'énergie de déchirement. Les résultats des deux matériaux sont superposés sur la Figure 3.29c. Une loi puissance est ajustée sur les résultats de chaque matériau. Les pentes mesurées sont alors de  $\beta_{EPDM\_S} = \beta_{EPDM\_NS} = 3,3$ . D'une part, il apparaît que les résultats des deux EPDM sont très proches, ce qui montre que l'étape de *strainer* réalisée dans le but de réduire la taille des défauts présents dans le matériau n'a pas d'influence détectable sur les vitesses de propagation de fissures de fatigue (cf. Figure 3.29c). Cela confirme les résultats de la Figure 3.18 montrant que la phase de propagation macroscopique de fissure sur éprouvettes AE2 est très peu dispersée et similaire pour les deux matériaux de l'étude. D'autre part, les pentes mesurées sont comparables avec celles obtenues dans la littérature (cf. Tableau 3.1). Cela permet donc de valider la procédure expérimentale développée dans ces travaux de thèse pour construire les courbes de propagation des matériaux élastomères.

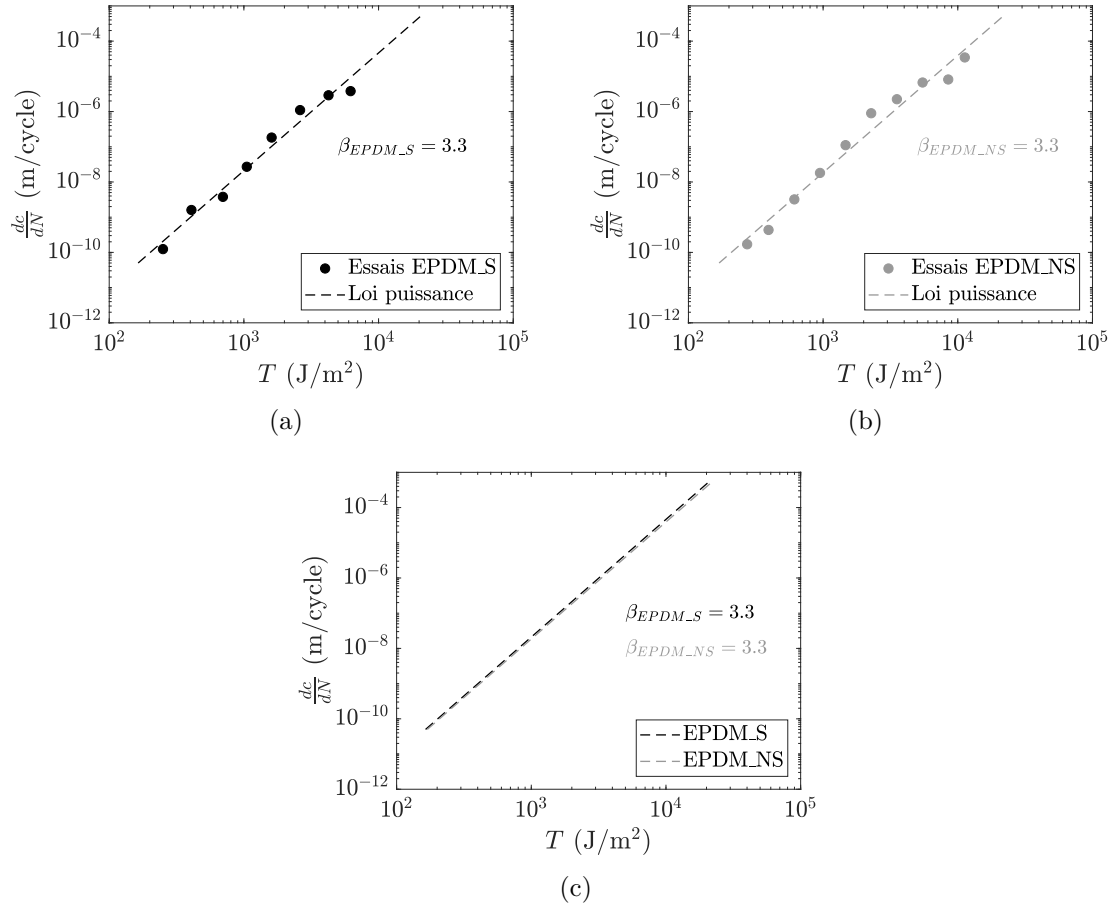


FIGURE 3.29 – Courbes de propagation représentant les vitesses de propagation de fissures de fatigue en fonction de l'énergie de déchirement avec l'ajustement d'une loi puissance pour (a) l'EPDM\_S, (b) l'EPDM\_NS et (c) les lois puissances ajustées sur les résultats des deux matériaux.

Quelques améliorations peuvent être proposées pour la procédure. Tout d'abord, pour l'étape de caractérisation énergétique,  $T$  est estimé sur le dernier des 10 000 cycles effectués. Ce nombre de cycles est arbitraire, et il pourrait être intéressant de l'ajuster en fonction du niveau de chargement, car le nombre de cycles effectué lors de la mesure de vitesses de propagation varie grandement en fonction de ce dernier.

Ensuite, pour les mesures des vitesses de propagation, une meilleure fixation du dispositif de prise d'images pourrait être réalisée afin de s'affranchir de tout mouvement parasite lors des essais de fatigue. Par ailleurs, la création d'une fissure naturelle à partir de l'entaille réalisée au scalpel est effectuée à un niveau de chargement grand par rapport au premier niveau effectué pour les mesures de vitesses de propagation, et cela pourrait avoir une influence.

Enfin, dans le but d'optimiser le nombre de mesures de vitesses de propagation, certains auteurs proposent de suivre la propagation de plusieurs fissures sur une même éprouvette en réalisant des entailles des deux côtés de celle-ci, voire au centre de cette dernière (Rublon, 2013). Ainsi, quatre pointes de fissures peuvent être suivies en même temps, ce qui permet d'augmenter le nombre de mesures expérimentales sans changer la durée de l'essai. Il est cependant nécessaire de s'assurer que cela n'a pas d'influence sur les mesures de vitesses de propagation.

#### Bilan de la section 3.4

En somme, un protocole de caractérisation des vitesses de propagation de fissures de fatigue est mis en place en utilisant les éprouvettes PS moulées par l'entreprise Vibracoustic et les outils expérimentaux disponibles au laboratoire GeM. Ce protocole est automatisé au maximum, que ce soit concernant les procédures d'essais mécaniques ou le post-traitement des données afin de le rendre facilement industrialisable. De cette manière, des essais longs peuvent être réalisés et des mesures régulières de la position de la pointe de fissures peuvent être effectuées sans immobiliser de personnel, à l'exception de l'étape d'installation du montage expérimental prenant environ une demi-journée.

Le protocole développé se divise en deux étapes : la caractérisation énergétique, permettant d'estimer l'énergie de déchirement disponible dans l'éprouvette PS en fonction du déplacement imposé, et la mesure de la vitesse de propagation de fissures. L'énergie de déchirement est ici mesurée de manière cyclique, pour être dans des conditions comparables avec celles effectuées durant les essais de propagation de fissures. La mesure des vitesses de propagation de fissures se fait quant à elle grâce à la prise régulière de photos par la suite analysées à l'aide d'un traitement d'images numériques automatique. Les vitesses ainsi calculées sont moyennées sur une dizaine de valeurs de la coordonnée de la pointe de fissure.

Finalement, aucune différence notable n'est observée entre les deux EPDM de l'étude, ce qui signifie que l'étape de *strainer* n'influence pas la phase de propagation de fissures de fatigue. Elle apparaît donc comme une propriété plus liée à la matrice homogène qu'aux défauts microstructuraux.

### 3.5 Conclusions

Dans ce chapitre, un état de l'art des propriétés en fatigue de l'EPDM est proposé à travers les deux approches du phénomène de fatigue : les durées de vie et la propagation de fissures. Tout d'abord, il apparaît que l'EPDM est peu étudié dans la littérature scientifique, surtout en comparaison avec le NR. Concernant les durées de vie en fatigue, les différentes études mettent en avant la grande dispersion des résultats, allant d'une à trois décades. L'influence du rapport de charge n'est pas encore clairement établie pour l'EPDM, certains auteurs montrant un effet renforçant et d'autres non. D'autre part, pour la résistance à la propagation de fissures de fatigue, toutes les études montrent que l'EPDM est un matériau présentant globalement de moins bonnes propriétés que le NR. Les pentes des lois puissances ajustées sur les courbes de vitesses de propagation sont d'environ 3 pour l'EPDM et de 2 pour le NR.

A la suite de cet état de l'art, quelques propriétés quasi-statiques mécaniques et physico-chimiques nécessaires à la caractérisation des matériaux sont définies. Notamment, les ajustements des lois de comportement Mooney-Rivlin utilisées pour l'ensemble des simulations numériques de ces travaux de thèse sont présentés.

Ensuite, les propriétés en fatigue de l'EPDM\_S et de l'EPDM\_NS sont caractérisées en utilisant les deux approches décrites dans l'état de l'art : les durées de vie et la propagation de fissures. Tout d'abord, pour les durées de vie, la procédure standard de l'entreprise Vibracoustic Nantes est utilisée. Il apparaît que la dispersion des résultats en fatigue observée sur les nombres de cycles à la fin de vie des deux EPDM de l'étude est supérieure à une décade, ce qui est cohérent avec ce que montre la littérature. L'étape de *strainer*, effectuée dans le but de diminuer la taille des défauts dans le matériau, semble avoir une influence bénéfique sur les durées de vie en fatigue, en particulier pour les hauts

niveaux de chargement. De plus, l'influence du rapport de charge sur les durées de vie est estimée par des essais complémentaires. Les résultats obtenus suggèrent que les EPDM\_S et EPDM\_NS peuvent être considérés comme des élastomères « non-renforçants ».

Par ailleurs, pour la propagation de fissures, un protocole automatisé de mesure des vitesses de propagation de fissures de fatigue est développé. Ce dernier se divise en deux parties. La première correspond à la caractérisation énergétique des éprouvettes, et la deuxième à la mesure de vitesses de propagation de fissures. Les résultats obtenus par cette méthode semblent en accord avec ceux de la littérature, ce qui permet de valider la procédure. Finalement, aucune différence notable n'est observée entre les courbes de l'EPDM\_S et de l'EPDM\_NS, ce qui signifie que l'étape de *strainer* n'influence pas la phase de propagation de fissures.

Finalement, les propriétés en fatigue macroscopique des deux EPDM de l'étude ont été caractérisées en utilisant les outils classiquement utilisés pour les élastomères. Il est ainsi montré que l'étape de *strainer* effectuée pour réduire la taille des défauts influence les durées de vie en fatigue, mais pas la phase de propagation de fissures de fatigue, ce qui confirme que cette dernière est une propriété de la matrice homogène. Toutefois, les résultats en durées de vie présentés dans ce chapitre sont obtenus par essais mécaniques classiques. Ces derniers sont très longs, fastidieux et coûteux pour l'entreprise Vibracoustic. La construction d'un diagramme de Haigh complet prend par exemple environ quatre mois d'essais. C'est pourquoi, dans le chapitre suivant, il est proposé de retrouver ces durées de vie par une méthode de caractérisation rapide utilisant la mesure de l'auto-échauffement du matériau par thermographie infrarouge.



## Chapitre 4

# Prédiction des durées de vie en fatigue par auto-échauffement

Dans le chapitre précédent, les durées de vie en fatigue des deux EPDM de l'étude ont été obtenues par une approche conventionnelle reposant sur des essais mécaniques classiques. Différentes conditions de chargement ont alors été effectuées dans le but de construire un diagramme de Haigh. Toutefois, cette approche est d'une part consommatrice en temps, mais aussi en matériau car le nombre d'éprouvettes à tester est très important (de l'ordre d'une centaine). C'est pourquoi ces dernières années, des méthodes de caractérisation rapides utilisant la mesure de l'auto-échauffement des matériaux ont été développées pour les élastomères (Le Saux, 2010; Masquelier, 2014; Champy, 2016).

L'objectif de ce chapitre est de retrouver les durées de vie en fatigue obtenues dans le chapitre précédent en utilisant cette méthodologie. Dans un premier temps, un état de l'art dans le cas des élastomères est fait. Ensuite, le protocole développé dans ces travaux de thèse pour effectuer les mesures d'auto-échauffement est décrit. Enfin, les prédictions réalisées par cette méthode sont présentées et comparées aux durées de vie obtenues par essais mécaniques.

### Sommaire

4.1	État de l'art sur la prédiction des durées de vie en fatigue par la méthode d'auto-échauffement . . . . .	<b>78</b>
4.1.1	Cadre théorique . . . . .	79
4.1.2	Méthode d'identification des termes sources dans le cas d'essais cycliques sur des élastomères . . . . .	79
4.1.3	Construction des courbes d'auto-échauffement . . . . .	81
4.1.4	Lien avec les durées de vie en fatigue . . . . .	84
4.2	Procédures développées pour prédire les durées de vie en fatigue via l'auto-échauffement . . . . .	<b>86</b>
4.2.1	Protocole expérimental de mesure de l'auto-échauffement . . . . .	86
4.2.2	Construction des courbes d'auto-échauffement . . . . .	88
4.2.3	Stratégie de dépouillement des courbes d'auto-échauffement . . . . .	91
4.3	Résultats . . . . .	<b>92</b>
4.4	Conclusions . . . . .	<b>95</b>



## 4.1 État de l'art sur la prédiction des durées de vie en fatigue par la méthode d'auto-échauffement

De manière générale, l'évolution de la température d'un matériau sous sollicitation mécanique est un phénomène connu depuis le 19<sup>ème</sup> siècle (Gough, 1805; Joule, 1859; Thomson, 1878). Cette variation de la température est liée à des sources de chaleur de différentes natures qui sont intrinsèques au matériau. Historiquement, la première étude établissant un lien entre l'élévation de température d'un matériau métallique due à un chargement cyclique et la limite de fatigue est celle de Stromeier (1914). La mise en place de cette méthode comme outil de prédiction rapide des durées de vie en fatigue se développe plus tard, dans un premier temps sur les matériaux métalliques, notamment avec les travaux de Luong (1992), Krapez (1999), La Rosa et Risitano (2000), Boulanger *et al.* (2004) ou encore Doudard *et al.* (2005). Le principe général est d'estimer les termes de sources de chaleur cycliques pour différents niveaux d'amplitude de chargement, puis de relier leurs évolutions à des durées de vie en fatigue. Un exemple de procédure est fourni sur la Figure 4.1. Cette dernière consiste à appliquer à une éprouvette une succession de blocs de chargement de fatigue d'amplitude de chargement croissante (cf. Figure 4.1a). Pour chacun de ces blocs, la température stabilisée  $\bar{\theta}$  est mesurée (cf. Figure 4.1b) puis tracée en fonction de l'amplitude de chargement (cf. Figure 4.1c). Une variation brutale de la température est alors observée à partir d'un certain niveau de contrainte, correspondant à la limite de fatigue du matériau testé (cf. Figure 4.1d).

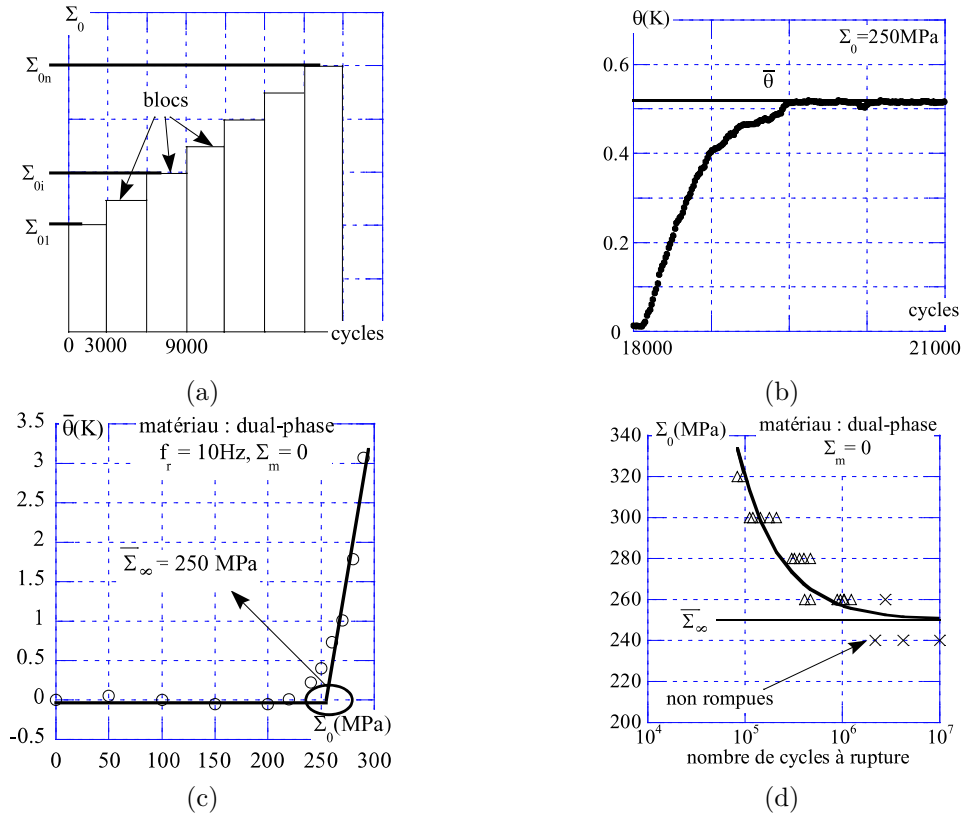


FIGURE 4.1 – Exemple du principe de la méthode d'auto-échauffement pour un matériau métallique avec (a) succession de blocs de chargement à amplitude de contrainte croissante, (b) évolution de la température de l'éprouvette pour un bloc, (c) courbe d'auto-échauffement représentant la température stabilisée en fonction de l'amplitude de contrainte et (d) courbe de Wöhler présentant une asymptote correspondant à limite de fatigue du matériau (Doudard, 2004).

Par la suite, cette méthodologie est étendue, et adaptée, à d'autres familles de matériaux, comme les polymères, avec notamment les thermoplastiques (Berrehili *et al.*, 2010; Jégou, 2012; Serrano, 2015) ou encore les thermodurcissables (Westphal, 2014). En particulier, pour les élastomères, Le Saux (2010); Le Saux *et al.* (2010) sont les premiers à l'utiliser pour prédire les durées de vie en fatigue à rapport de charge nul de différents NR et CR. Masquelier (2014) et Marco *et al.* (2017) valident ensuite cette méthodologie pour d'autres élastomères NR et SBR. Enfin, Champy (2016) l'adapte plus tard pour des conditions de chargement à rapports de charge positifs dans le cas d'un NR. La suite de cette section propose de détailler les différentes étapes nécessaires pour la prédiction des durées de vie en fatigue par la méthode d'auto-échauffement, en particulier dans le cas des **élastomères**. Il convient dans un premier temps d'introduire le cadre théorique sur lequel se fonde la méthode. Dans un second temps, la procédure d'identification de ces termes est présentée, puis le processus de construction des courbes d'auto-échauffement est décrit. Enfin, le critère permettant de faire le lien entre ces courbes et les durées de vie en fatigue est expliqué.

#### 4.1.1 Cadre théorique

L'estimation des termes sources est effectuée à partir de mesures thermiques via la résolution de l'équation de la chaleur. Cette dernière s'exprime sous forme locale de la manière suivante dans un formalisme eulérien (Lemaitre et Chaboche, 1996) :

$$\rho c \dot{T} + \text{div}(\vec{q}) = S_t \quad (4.1)$$

$$= \Delta + r + 2\rho T \mathbf{b} \frac{\partial^2 \psi}{\partial \mathbf{b} \partial T} : \mathbf{d} + \rho T \frac{\partial^2 \psi}{\partial V_k \partial T} \circ \dot{V}_k, \quad (4.2)$$

avec  $\rho$  la masse volumique,  $c$  la capacité calorifique massique,  $T$  la température,  $\vec{q}$  le flux de chaleur et  $S_t$  les sources de chaleur. Plusieurs contributions au terme source  $S_t$  peuvent alors être identifiées :

- $\Delta$  la dissipation intrinsèque ;
- $r$  la production de chaleur interne de nature autre que mécanique ;
- $2\rho T \mathbf{b} \frac{\partial^2 \psi}{\partial \mathbf{b} \partial T} : \mathbf{d}$  le couplage thermoélastique, avec  $\mathbf{b}$  le tenseur de déformation de Cauchy Green gauche,  $\mathbf{d}$  le tenseur du taux de déformation, et  $\psi$  le potentiel d'Helmoltz définie par  $\psi = e - Ts$  avec  $e$  la densité massique d'énergie interne et  $s$  la densité massique d'entropie ;
- $\rho T \frac{\partial^2 \psi}{\partial V_k \partial T} \circ \dot{V}_k$  les couplages des  $k$  variables internes  $V_k$  à la température.

Ainsi, théoriquement, l'équation de la chaleur permet de calculer les champs des termes sources à partir de la mesure de la température. Toutefois, la résolution de cette équation est très complexe car les différentes inconnues sont couplées entre elles et dépendent à la fois du temps et de l'espace. De plus, les mesures thermiques sont surfaciques, alors que les champs sont volumiques. C'est pourquoi la section suivante présente les simplifications effectuées dans le cadre des procédures d'auto-échauffement précédemment développées pour les élastomères afin d'estimer les termes sources.

#### 4.1.2 Méthode d'identification des termes sources dans le cas d'essais cycliques sur des élastomères

Dans le cas général, de nombreuses méthodes d'estimations des termes sources existent dans la littérature. Ces méthodes sont généralement séparées en deux catégories :

- Les méthodes directes : l'équation de la chaleur est résolue directement en utilisant les mesures thermiques expérimentales (Chrysochoos et Louche, 2000; Boulanger *et al.*, 2004) ;

- Les méthodes indirectes : la forme du champ de sources est supposée et ajustée en fonction de données expérimentales et de calculs numériques par analyse inverse (Meshaka, 2002; Doudard *et al.*, 2010; Le Saux *et al.*, 2013; Ranc *et al.*, 2014; Glanowski *et al.*, 2017).

Dans le cas d'essais cycliques sur des élastomères, les grandes déformations rendent difficile la résolution sur l'ensemble de l'éprouvette pour tous les instants de l'essai. La stratégie est donc adaptée. Tout d'abord, la zone de mesure thermique est fixée sur l'éprouvette et seuls des instants pour lesquels cette dernière est dans des configurations mécaniques identiques sont considérés (Masquelier *et al.*, 2015). Ensuite, deux procédures d'essais sont possibles : en régime stabilisé ou en régime transitoire.

La procédure d'identification des termes sources retenue dans les études précédentes sur la fatigue des élastomères est une méthode directe en régime transitoire (Masquelier, 2014; Champy, 2016; Marco *et al.*, 2017). Pour un niveau de chargement donné, seuls quelques cycles de fatigue sont effectués, ce qui permet d'une part de caractériser rapidement le matériau et d'autre part de limiter à la fois son auto-échauffement et son endommagement en fatigue pendant l'essai. Dans ces conditions, des hypothèses sont alors faites afin de simplifier l'équation de la chaleur :

- Les variations de température lors des essais sont suffisamment faibles pour, d'une part, négliger le couplage avec les variables internes, et d'autre part considérer que  $\rho$  et  $c$  sont constants pendant les mesures. De plus, l'évaluation de  $c$  étant en pratique difficile, il est choisi de prendre  $c = c_p$  ;
- La convection interne est supposée négligeable devant l'évolution temporelle de la température, ce qui implique  $\dot{T} = \frac{\partial T}{\partial t}$  ;
- La diffusivité thermique des élastomères est très faible ( $\frac{\lambda}{\rho c_p} \simeq 0,09 \text{ mm}^2\text{s}^{-1}$ ), et les mesures thermiques sont effectuées au plus proche du début de l'essai, dans le régime transitoire d'élévation de température. Cela permet de considérer la procédure comme adiabatique, c'est-à-dire sans échange thermique, et donc de négliger le terme  $\text{div}(\vec{q})$  ;
- $r$  est supposé constant dans le temps. En raisonnant par différence de température par rapport à une référence, notée  $T_0$ , on peut poser  $\theta = T - T_0$ , ce qui permet de rendre l'équation de la chaleur indépendante de  $r$  ;
- L'énergie dissipée intrinsèque par cycle, notée  $\Delta^*$  telle que  $\Delta = f\Delta^*$  avec  $f$  la fréquence mécanique, est supposée constante dans le temps pour les échelles de temps considérées ;
- Le couplage thermoélastique s'annule sur un cycle mécanique, en moyenne. C'est pourquoi l'équation de la chaleur est résolue en termes de quantités moyennes sur un cycle mécanique, notées  $\bar{\theta}$  et  $\bar{\Delta}^*$ .

Finalement, l'équation de la chaleur 4.2 devient :

$$\rho c_p \frac{\partial \bar{\theta}}{\partial t} = f \bar{\Delta}^*. \quad (4.3)$$

En pratique, la mesure de  $\bar{\theta}$  est complexe dans le cas des grandes déformations, car elle suppose de suivre les particules matérielles pendant un cycle. La solution proposée par Masquelier (2014) est d'évaluer  $\theta$  uniquement pour des instants où l'éprouvette est dans une configuration mécanique identique. Le terme  $\frac{\partial \bar{\theta}}{\partial t}$  est alors généralement estimé entre 2 instants  $A$  et  $B$  de la manière suivante (Masquelier, 2014; Champy, 2016; Marco *et al.*, 2017; Glanowski, 2019) :

$$\frac{\partial \bar{\theta}}{\partial t} = \frac{\partial \bar{\theta}}{\partial t} \Big|_{A \text{ et } B} = \frac{\theta_B - \theta_A}{t_B - t_A}. \quad (4.4)$$

Par la suite, la notation  $\bar{\Delta}^*$  est simplifié en  $\Delta^*$ , et l'équation 4.3 devient :

$$\Delta^* = \frac{\rho c_p}{f} \frac{\partial \bar{\theta}}{\partial t} \Big|_{A \text{ et } B}. \quad (4.5)$$

De cette manière, il est possible d'estimer  $\Delta^*$  pour une condition de chargement donnée. En répétant cette procédure pour différents niveaux de chargement, on construit une courbe d'auto-échauffement représentant l'évolution de  $\Delta^*$ . La section suivante décrit la manière dont sont construites ces courbes.

### 4.1.3 Construction des courbes d'auto-échauffement

Dans un premier temps, la procédure effectuée par Masquelier (2014) pour construire une courbe d'auto-échauffement à rapport de charge nul est décrite. Celle effectuée par Champy (2016) pour les rapports de charges positifs est ensuite présentée. Dans tous les cas, les protocoles mécaniques se composent de blocs de chargement d'amplitudes croissantes, comme illustré sur la Figure 4.2a, pour lesquels l'énergie dissipée intrinsèque par cycle est calculée.

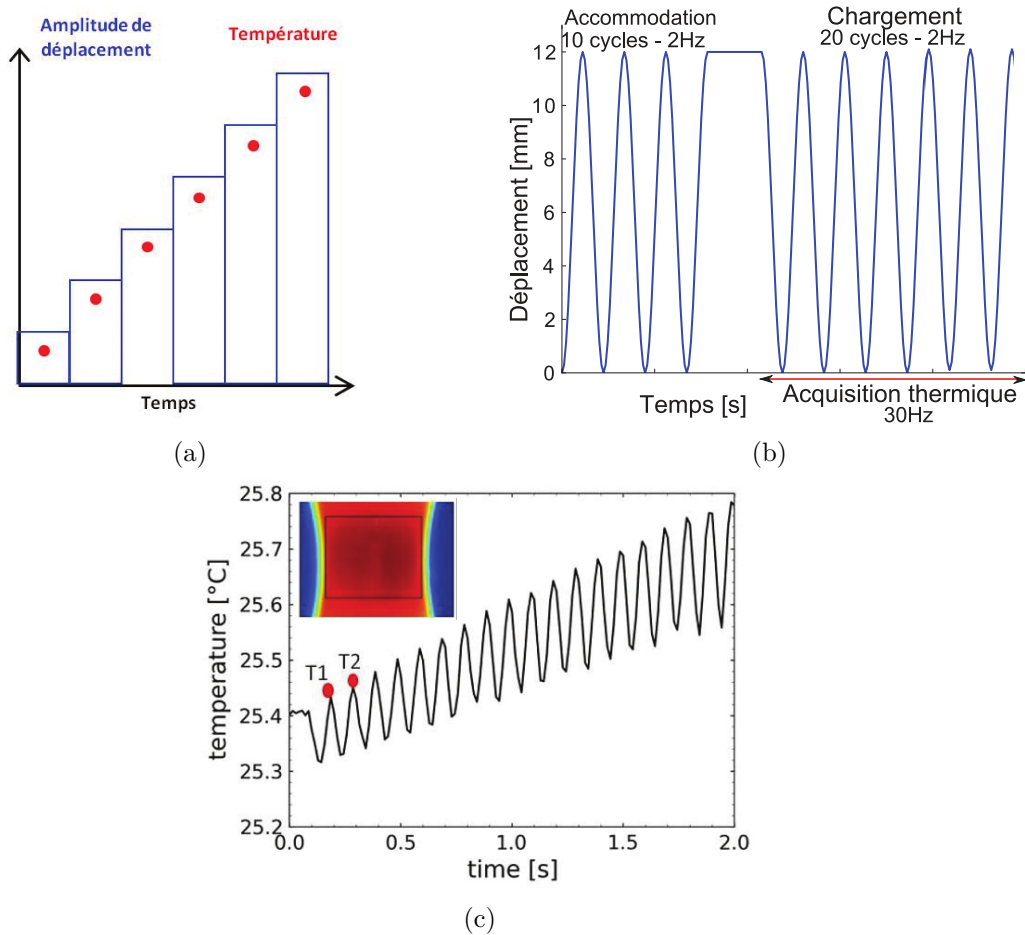


FIGURE 4.2 – Protocole de construction d'une courbe d'auto-échauffement pour un élastomère avec (a) schématisation de la procédure par blocs de chargement croissant, (b) détail d'un bloc de chargement et (c) évolution de la température évaluée dans la zone centrale d'une éprouvette AE2 en NR en configuration déformée (Masquelier, 2014).

Tout d'abord, pour le protocole de Masquelier (2014), un bloc de chargement est décrit sur la Figure 4.2b. Ce dernier se compose d'une première phase d'accommodation du matériau au niveau de chargement considéré, durant laquelle 10 cycles de fatigue sont effectués. Cette phase est suivie d'une pause de quelques minutes au niveau de déplacement maximal pour retourner à un équilibre thermique. Enfin, 20 cycles de fatigue sont réalisés durant lesquels une acquisition thermique est effectuée à l'aide d'une caméra infrarouge. La Figure 4.2c montre l'évolution de la température pour une zone fixe de la scène thermique correspondant à la zone utile de l'éprouvette AE2 dans l'état déformé. Les maximums des premier et deuxième cycles sont considérés pour le calcul de  $\frac{\partial \theta}{\partial t}$  (cf. équation 4.4), et  $\Delta^*$  est calculé grâce à l'équation 4.5. Finalement, pour le dernier bloc de chargement, une fois la mesure thermique effectuée, l'éprouvette est sollicitée en fatigue jusqu'à la rupture totale.

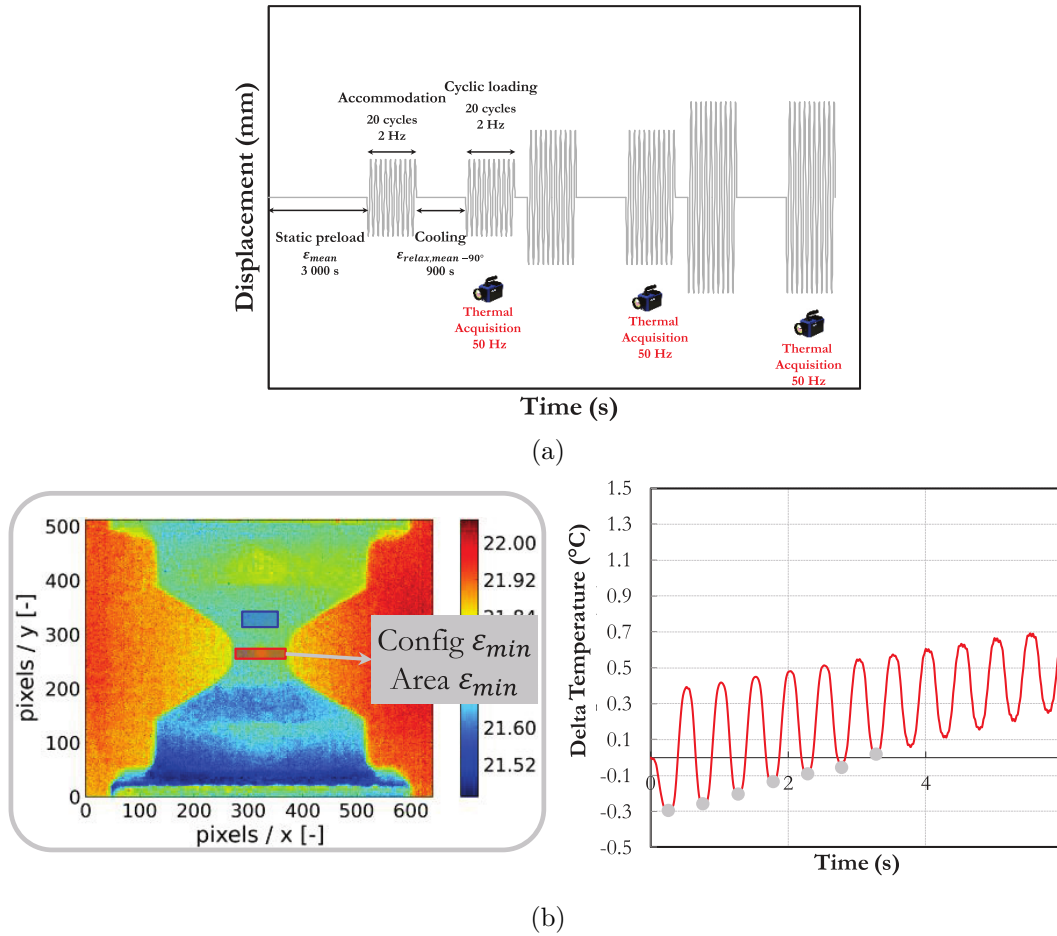


FIGURE 4.3 – Protocole de construction d'une courbe d'auto-échauffement pour des rapports de charge positifs avec (a) la schématisation de la procédure par blocs de chargement croissant et (b) la mesure thermique réalisée dans la zone centrale d'une éprouvette AE2 en NR en configuration mécanique déformée au minimum du cycle (Champy, 2016).

Dans les travaux de Champy (2016), le protocole mécanique se compose de blocs d'amplitude de déplacement croissant, tout comme dans l'étude de Masquelier (2014). Toutefois, pour étudier l'influence du rapport de charge, un déplacement moyen positif et constant est cette fois imposé pendant toute la construction de la courbe d'auto-échauffement. Trois blocs sont illustrés sur la Figure 4.3a. Chacun d'eux dispose d'une phase d'accommodation durant laquelle 20 cycles de fatigue sont effectués. Cette phase est suivie d'une pause de 15 minutes au niveau de déplacement moyen pour retourner à

un équilibre thermique. Enfin, 20 cycles de fatigue sont réalisés durant lesquels une acquisition thermique est effectuée à l'aide d'une caméra infrarouge. La dérivée temporelle de  $\bar{\theta}$  est cette fois évaluée sur la configuration mécanique correspondant au minimum du cycle et en considérant les deuxième et quatrième cycles (cf. Figure 4.3b). A l'issue de la mesure thermique du dernier bloc de chargement, l'éprouvette est sollicitée en fatigue jusqu'à rupture. Ce protocole mécanique est par la suite répété pour un certain nombre de déplacements moyens différents.

Il est important de noter qu'une étude de sensibilité au protocole de mesure thermique a été réalisée par Glanowski (2019). Il en ressort notamment qu'il est préférable d'utiliser la configuration déformée de l'éprouvette AE2 pour estimer la dérivée temporelle de  $\bar{\theta}$ , et que les tailles des boîtes de mesure de la température doivent respecter certaines limites géométriques. En effet, le gradient de déformation est important dans la zone utile de l'éprouvette AE2, ce qui limite la hauteur de la boîte. De plus, il est nécessaire, pour les mesures thermiques, que l'incidence du rayonnement soit normale au capteur de la caméra, ce qui restreint la largeur de cette boîte.

Finalement, des courbes d'auto-échauffement sont construites. La courbe de la Figure 4.4a, obtenue par Masquelier (2014) sur un NR43-N550, représente l'évolution de l'énergie dissipée intrinsèque par cycle en fonction de la déformation principale maximale. Les courbes de la Figure 4.4b obtenues par Champy (2016) sur un NR, représentent l'évolution de l'énergie dissipée intrinsèque par cycle en fonction de l'amplitude de déformation principale maximale, et ce pour différents niveaux de déplacements moyens. Pour l'ensemble des courbes de la Figure 4.4, il apparaît que  $\Delta^*$  augmente continûment, et qu'aucune variation brutale n'est observée comme pour les matériaux métalliques (cf. Figure 4.1c). Cette évolution est la signature de plusieurs phénomènes physiques tels que la viscoélasticité ou l'endommagement en fatigue. Toutefois, il n'existe pas à ce jour de loi de comportement cyclique suffisamment fine pour séparer ces différentes contributions pour les élastomères. C'est pourquoi un dépouillement empirique des courbes est proposé pour faire le lien avec les durées de vie en fatigue.

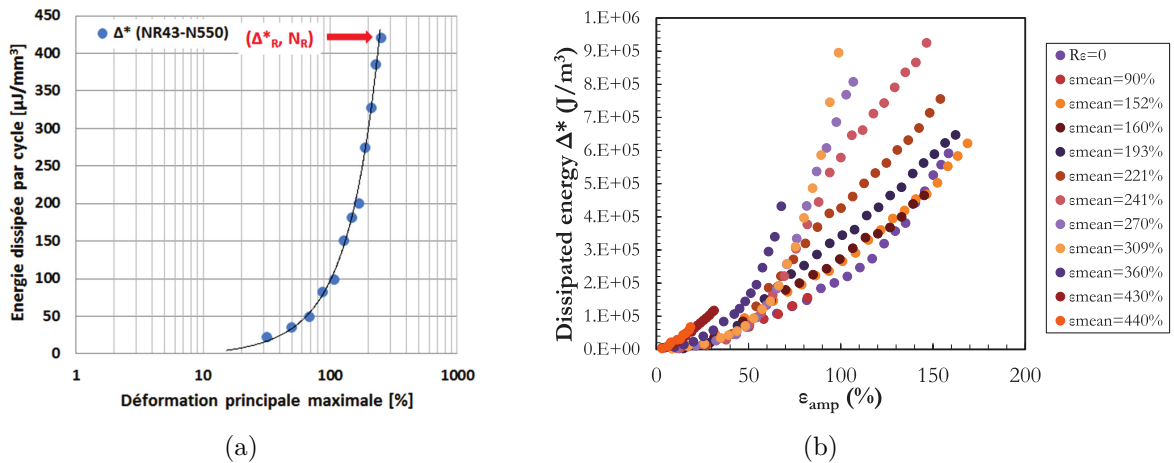


FIGURE 4.4 – Courbes d'auto-échauffement représentant l'évolution de l'énergie dissipée intrinsèque par cycle (a) en fonction de la déformation principale maximale dans la zone centrale d'une éprouvette AE2 en NR43-N550 (Masquelier, 2014) et (b) en fonction de l'amplitude de déformation principale maximale dans la zone centrale d'une éprouvette AE2 en NR pour différents niveaux de déplacements moyens (Champy, 2016).

#### 4.1.4 Lien avec les durées de vie en fatigue

Le lien entre l'énergie dissipée intrinsèque par cycle et les durées de vie en fatigue se fait par l'ajustement d'une loi puissance entre ces deux variables, à la manière d'une loi de Basquin (Basquin, 1910). Cette relation, initialement proposée par Jégou (2012) pour les matériaux thermoplastiques, puis reprise dans un certain nombre d'études (Masquelier, 2014; Serrano, 2015; Champy, 2016; Marco *et al.*, 2017; Leveuf *et al.*, 2018) s'exprime de la manière suivante :

$$\Delta^* N_i^b = C, \quad (4.6)$$

avec  $b$  et  $C$  les deux inconnues à déterminer.

Deux couples de valeurs  $(\Delta^*, N_i)$  sont alors nécessaires à leur identification. Le premier, parfois noté  $(\Delta^*_R, N_R)$ , est obtenu grâce à l'éprouvette menée à rupture lors du dernier bloc de chargement, pour lequel  $\Delta^*$  est connu. Pour le deuxième couple de valeurs, quelques hypothèses doivent être faites. Différents régimes linéaires sont identifiés graphiquement sur les courbes d'auto-échauffement. Il est ensuite supposé que certaines transitions de régimes sont en lien avec une durée de vie, arbitrairement fixée à  $N_i = 10^6$  cycles. Le couple de valeurs correspondant est noté  $(\Delta^*_{10^6}, N_{10^6})$ .

Un exemple d'identification de ces deux couples est donné sur la Figure 4.5a dans le cas d'essais à rapport de charge nul (Masquelier, 2014). Le premier couple correspondant à la rupture de l'éprouvette en fatigue est illustré en rouge. Le deuxième couple, en vert, est alors identifié grâce à l'intersection du prolongement du deuxième régime avec l'axe des abscisses. La comparaison entre la prédiction faite par ces mesures d'auto-échauffement et les durées de vie en fatigue obtenues par essais de fatigue classiques est présentée sur la Figure 4.5b. Une bonne corrélation entre les deux courbes apparaît alors. Cette méthode a par la suite été validée pour une grande variété de NR et SBR chargés et non chargés (Masquelier, 2014; Marco *et al.*, 2017).

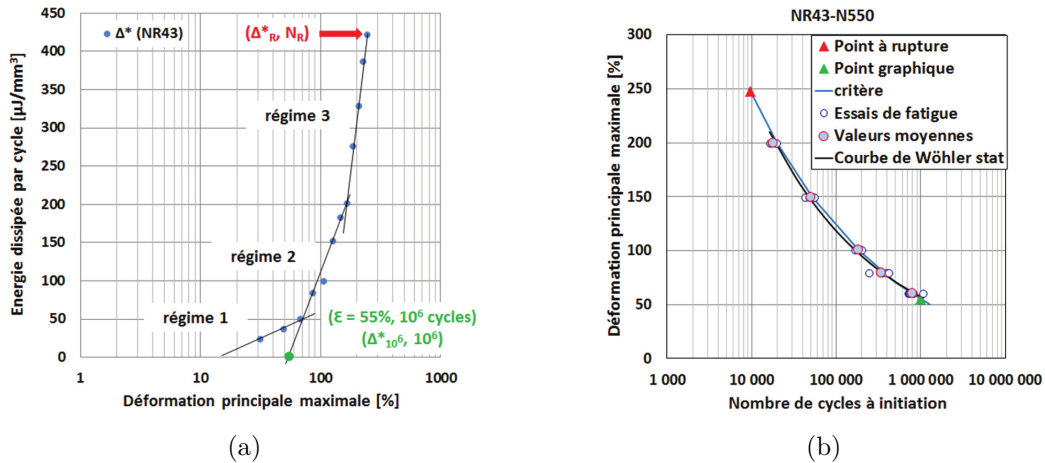


FIGURE 4.5 – (a) Courbe d'auto-échauffement représentant l'énergie dissipée intrinsèque par cycle en fonction de la déformation principale maximale avec en rouge et en vert les points correspondant aux couples de valeurs  $(\Delta^*, N_i)$  utilisés pour l'identification des paramètres  $b$  et  $C$  faisant le lien avec les durées de vie en fatigue et (b) courbe de Wöhler représentant la déformation imposée en fonction du nombre de cycles avec superposition des essais mécaniques et de la prédiction obtenue par le protocole d'auto-échauffement sur des éprouvettes AE2 en NR43-N550 (Masquelier, 2014).



Pour les essais de Champy (2016) à rapports de charge positifs, deux exemples d'identification des deux couples sont donnés sur les Figures 4.6a et 4.6b. En orange est illustré celui correspondant à la rupture de l'éprouvette en fatigue. Pour ce qui est du couple de valeurs  $(\Delta^*_{10^6}, N_{10^6})$ , illustré en rouge, la transition entre les régimes 2 et 3 est cette fois choisie. En effectuant cette procédure pour toutes les conditions de chargement, un diagramme de Haigh est prédit et comparé aux résultats obtenus par essais mécaniques sur la Figure 4.6c. Une bonne corrélation apparait alors entre les points correspondant aux essais mécaniques de fatigue et les lignes d'iso-durées de vie issues des prédictions faites par la méthode d'auto-échauffement. Ceci confirme la capacité de cette méthode à prédire les durées de vie en fatigue des élastomères pour les conditions de chargement à rapports de charge positifs.

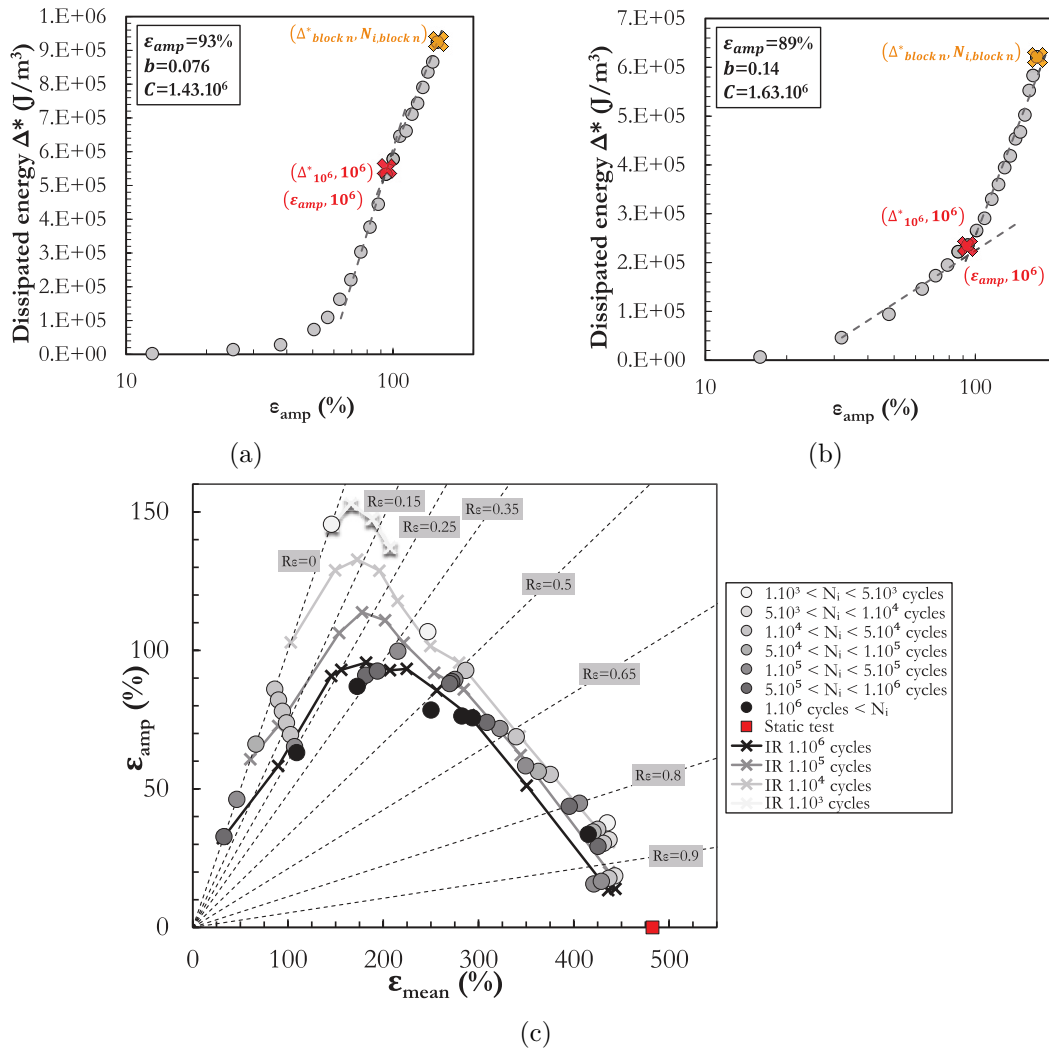


FIGURE 4.6 – (a) Courbe d'auto-échauffement représentant l'énergie dissipée intrinsèque par cycle en fonction de l'amplitude de déformation avec en orange et en rouge les points correspondant aux couples de valeurs  $(\Delta^*, N_i)$  utilisés pour l'identification des paramètres  $b$  et  $C$  faisant le lien avec les durées de vie en fatigue, (b) exemple d'identification de ces couples de valeurs pour une autre courbe d'auto-échauffement obtenue pour un déplacement moyen différent et (c) diagramme de Haigh représentant les durées de vie en fatigue avec en ordonnée l'amplitude de déformation et en abscisse la déformation moyenne, les points correspondant aux données obtenues par essais mécaniques et les lignes d'iso-durées de vie correspondant à la prédiction par la méthode d'auto-échauffement (Champy, 2016).



Il est important de noter qu'à l'heure actuelle, l'identification des régimes nécessaire à la détermination du couple de valeurs  $(\Delta^*_{10^6}, N_{10^6})$  se fait généralement manuellement. Toutefois, quelques auteurs proposent des méthodes de détection des régimes automatiques afin de limiter les erreurs humaines, notamment Leveuf *et al.* (2018) avec une méthode des différences finies, et Huang *et al.* (2017) avec des ajustements de droites générées automatiquement. Par ailleurs, le choix des transitions de régimes pour identifier le couple de valeurs dépend des matériaux et des rapports de charge effectués (Masquelier, 2014; Champy, 2016). Il apparaît donc que la méthodologie est encore très dépendante de l'utilisateur.

#### Bilan de la section 4.1

En résumé, dans la littérature, des procédures de caractérisation rapides des durées de vie en fatigue ont été développées pour les élastomères. Ces dernières consistent en l'estimation des termes de sources de chaleur moyennes par cycle en utilisant une résolution directe de l'équation de la chaleur en régime transitoire lors de chargements cycliques. En considérant certaines hypothèses, des simplifications de cette équation permettent d'estimer simplement l'énergie dissipée intrinsèque par cycle. Des courbes d'auto-échauffement représentant l'évolution de cette énergie en fonction de l'amplitude de chargement sont alors construites. Un dépouillement empirique de ces courbes permet finalement de faire un lien avec les durées de vie en fatigue afin de prédire rapidement les propriétés en fatigue d'un matériau.

## 4.2 Procédures développées pour prédire les durées de vie en fatigue via l'auto-échauffement

Tous les essais présentés à partir de maintenant sont réalisés sur la machine de traction MTS Landmark avec des éprouvettes AE2. Un pilotage en déplacement avec une fréquence mécanique fixée à  $f = 2$  Hz est utilisé. Les déformations sont calculées à partir de la loi de passage obtenue par stéréo-corrélation d'images numériques. La procédure mise en place dans ces travaux de thèse reprend dans les grandes lignes celle développée par Champy (2016). Dans un premier temps, un protocole expérimental de mesure de l'auto-échauffement est proposé. Puis dans un second, l'outil de construction automatique des courbes d'auto-échauffement développé dans ces travaux de thèse est décrit. Enfin, une nouvelle stratégie de dépouillement automatique de ces courbes est présentée. Une grande partie des méthodes développées dans ce chapitre ont été mises en place lors de l'encadrement de deux stages de master au sein de l'entreprise Vibracoustic Nantes. Pour des raisons de confidentialité, elles ne seront donc présentées que très brièvement.

### 4.2.1 Protocole expérimental de mesure de l'auto-échauffement

La construction d'un diagramme de Haigh nécessite l'étude d'un grand nombre de conditions de chargement différentes. Les élastomères produits par l'entreprise Vibracoustic couvrent une large gamme de propriétés mécaniques, ce qui implique que certaines conditions de chargement pertinentes pour un élastomère ne le sont pas pour d'autres. C'est pourquoi il est important de créer un protocole expérimental qui s'adapte en fonction des propriétés du matériau testé. Pour répondre à ce besoin, un programme de création des niveaux de chargement à effectuer pour un matériau donné a été développé. Pour lancer ce programme, deux prérequis sont nécessaires : une loi de passage entre les déplacements et les déformations sur éprouvette AE2 obtenue par stéréo-CIN et une mesure de la dureté Shore A. Grâce à la grande base de données des propriétés matériaux construite par

l'entreprise Vibracoustic depuis plusieurs années, il est possible d'obtenir une estimation approximative du déplacement à rupture sur éprouvette AE2 et du déplacement maximal correspondant à une durée de vie donnée uniquement avec la valeur de la dureté Shore A. Une fois ces deux caractérisations effectuées, l'ensemble des niveaux de chargement sont calculés.

La stratégie est alors illustrée à travers un exemple sur la Figure 4.7. Huit essais d'auto-échauffement différents sont programmés, dont un à rapport de charge nul, et sept à déplacement moyen fixe. Le détail d'un bloc est montré sur la Figure 4.7a dans le cas de l'essai à rapport de charge nul et sur la Figure 4.7b pour le reste des essais. Dans les deux cas, ce bloc dispose d'une première phase d'accommodation durant laquelle 20 cycles de fatigue sont effectués. Cette phase est suivie d'une pause de quelques minutes au niveau de déplacement moyen pour retourner à un équilibre thermique. Enfin, 20 cycles de fatigue sont réalisés durant lesquels une acquisition thermique est effectuée à l'aide d'une caméra infrarouge.

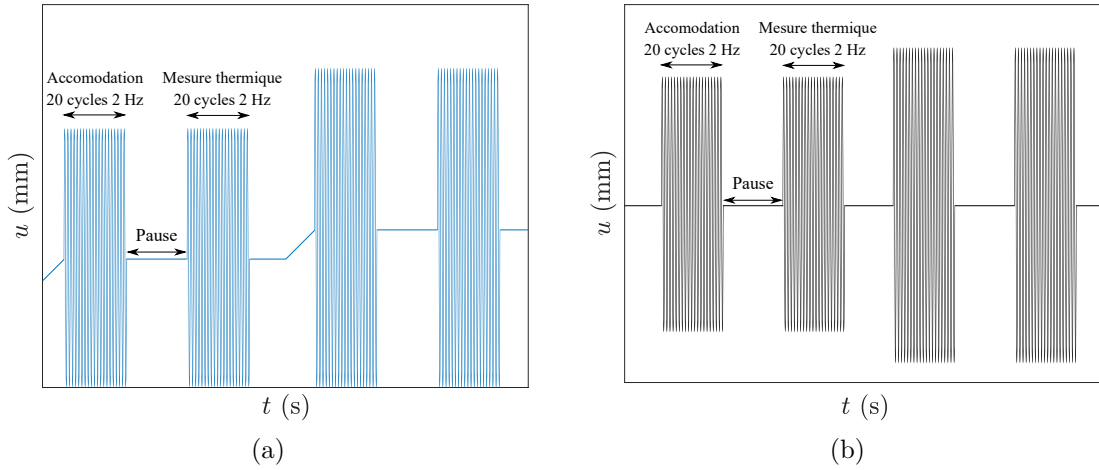


FIGURE 4.7 – (a) Illustration de deux blocs de chargement dans le cas  $R = 0$  et (b) illustration de deux blocs de chargement dans le cas  $R > 0$ .

La procédure mécanique comportant de nombreux points de mesures, ces derniers ne sont pas sans influence sur le nombre de cycles à rupture du dernier niveau de chargement de chaque essai, noté  $N_R$ . C'est pourquoi une nouvelle éprouvette AE2 est utilisée uniquement pour déterminer  $N_R$ . En complément, une mesure thermique est effectuée sur cette éprouvette avant sollicitation en fatigue, et aucune différence significative sur la valeur de l'énergie dissipée intrinsèque par cycle correspondant, noté  $\Delta^*_R$ , n'est constatée. Cela montre que les mesures thermiques antérieures n'influencent pas les mesures courantes.

Une fois le protocole mécanique programmé, le dispositif expérimental peut être mis en place. L'éprouvette AE2 est installée dans une enceinte thermique (cf. Figure 4.8a) dont l'intérieur est peint en noir mat afin de limiter les réflexions de rayonnement. Les inserts métalliques ainsi que les mors sont eux aussi peints en noir mat. Une fois l'éprouvette correctement installée, l'enceinte est refermée. La caméra infrarouge InfraTec ImageIR 8 320 est alors positionnée en face de la machine de traction et réglée (cf. Figure 4.8a). Un drap noir occultant vient entourer l'ensemble du montage afin d'empêcher tous les rayonnements extérieurs de perturber la mesure thermique (cf. Figure 4.8b). Les précautions expérimentales prises pendant cette installation permettent de limiter au maximum l'influence des rayonnements extérieurs.

Enfin, la vitre de l'enceinte, bien que transparente aux rayonnements infrarouges, possède un coefficient de transmission, ce qui a un effet sur le flux mesuré. Toutefois, des

mesures thermiques avec et sans vitre ont été effectuées, et aucune différence sur les courbes d'auto-échauffement n'a été détectée. Comme la température absolue de l'éprouvette n'est pas la grandeur d'intérêt, l'influence de la vitre est négligée.



FIGURE 4.8 – (a) Installation de la caméra infrarouge en face de l'éprouvette derrière la vitre et (b) mise en place du drap occultant pour isoler le montage des rayonnements extérieurs.

La vue de la scène thermique capturée par la caméra doit initialement ressembler à la Figure 4.9. Le vérin mobile est situé en bas, ce qui implique que l'éprouvette dans l'état déformé sera de plus en plus basse sur l'image. C'est pourquoi il est nécessaire de décaler la vue dans l'état non déformé. La fréquence d'acquisition thermique est fixée à 80 Hz, ce qui correspond à 40 images thermiques par cycle mécanique. Le déclenchement de la caméra infrarouge se fait automatiquement par la machine de traction via le boîtier de contrôle de la machine de traction. La connexion entre les deux se fait à l'aide d'un câble BNC, et l'envoi d'une tension de  $U = 5$  V par la machine de traction déclenche la caméra. Cet envoi est directement intégré dans le programme mécanique, ce qui permet une procédure de mesure complètement automatisée.

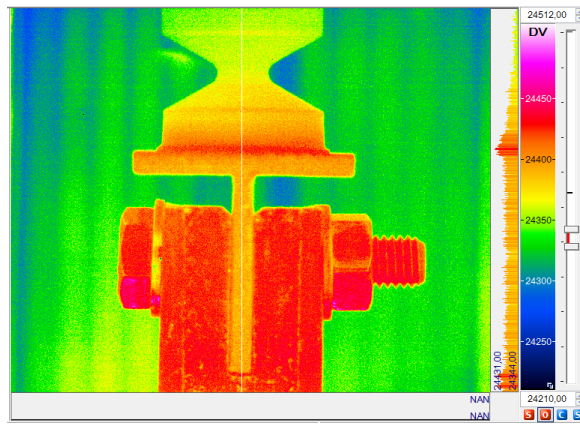


FIGURE 4.9 – Vue de la scène thermique une fois l'ensemble du montage expérimental terminé.

#### 4.2.2 Construction des courbes d'auto-échauffement

Le post-traitement des images infrarouges se fait à l'aide d'un programme Python spécialement développé dans ces travaux de thèse pour automatiser la procédure de construction des courbes d'auto-échauffement. Ce programme utilise le logiciel Belenos, développé

par Vincent Le Saux, pour lire et traiter les images infrarouges. Il est rappelé que la calibration établie sur la caméra utilise une NUC 2 points, un remplacement des pixels défectueux et une conversion polynomiale pixel à pixel compensée en température entre les valeurs digitales mesurées et la température (cf. chapitre 2).

La caméra infrarouge étant déclenchée automatiquement par la machine de traction, les images sont synchronisées de la même manière pour tous les films. Ainsi, il a pu être vérifié manuellement que des configurations mécaniques équivalentes étaient obtenues au même numéro d'image pour l'ensemble des essais. C'est pourquoi dans le programme développé, la sélection des images correspondant à une certaine configuration mécanique se fait automatiquement.

La première étape consiste à choisir la zone de la scène thermique sur laquelle la température est mesurée. Le choix est fait dans ces travaux de thèse d'utiliser la configuration déformée et de mesurer la température moyennée dans une boîte rectangulaire au niveau de la zone utile de l'éprouvette AE2. Ce choix est motivé par le fait que dans cette configuration, le nombre de pixels définissant la région d'intérêt est plus grand qu'en configuration non-déformée, ce qui minimise le bruit de mesure. Les dimensions de cette boîte doivent être les plus grandes possibles pour éviter au mieux les perturbations liées au bruit du signal, tout en respectant les limitations dues à la géométrie de l'éprouvette. Pour ceci, les recommandations issues de l'état de l'art présenté précédemment ont été respectées.

Pour ce qui est du placement de la boîte, il se fait grâce à l'identification de points géométriques remarquables de l'éprouvette AE2. Les coins inférieurs et supérieurs de l'éprouvette AE2 sont sélectionnés et le plan médian est déduit de leurs positions (cf. Figure 4.10a). En effectuant cette étape pour deux niveaux de chargement différents de l'essai considéré, une loi de conversion entre la taille physique et le nombre de pixel est obtenue. Finalement, en utilisant les valeurs des amplitudes de déplacement effectuées lors du programme mécanique, la position du plan médian est estimée automatiquement pour l'ensemble des niveaux de chargement. En résumé, en sélectionnant deux fois les coins supérieurs et inférieurs et en utilisant les règles issues de la littérature pour la définition de sa largeur, l'ensemble des boîtes de post-traitement est positionné automatiquement pour les différents points de mesure d'un essai (cf. Figure 4.10b).

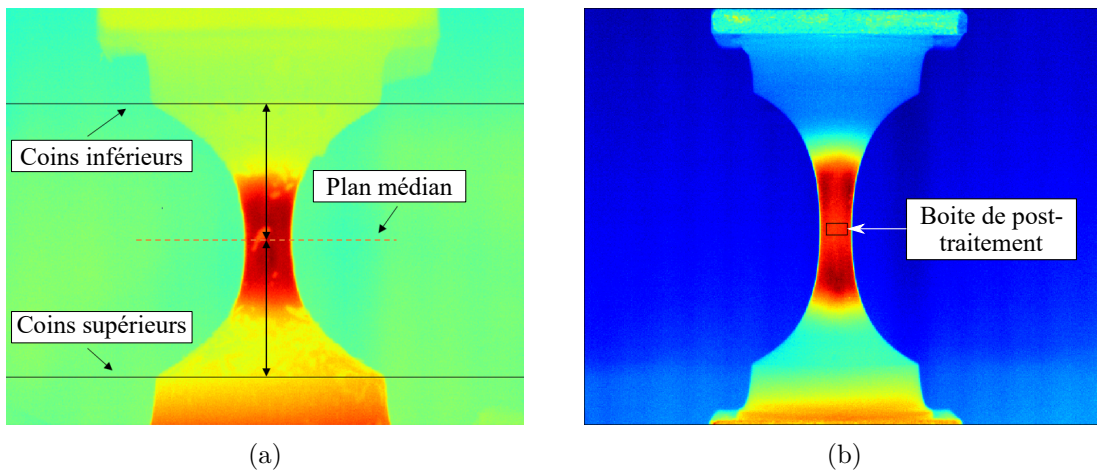


FIGURE 4.10 – (a) Sélection des coins supérieurs et inférieurs de l'éprouvette AE2 sur une image thermique dans le but de placer le plan médian de l'éprouvette et (b) positionnement automatique de la boîte sur une image thermique pour un niveau de chargement quelconque.

La zone de mesure étant définie, il est maintenant nécessaire d'estimer la dérivée temporelle de  $\bar{\theta}$  afin de calculer l'énergie dissipée intrinsèque par cycle. L'évolution de la variation de température dans la boîte de mesure en fonction du temps est présentée sur la Figure 4.11. Il est rappelé que cette boîte est fixe sur la scène thermique, alors que l'éprouvette se déforme fortement pendant l'essai. Ainsi, seules les températures mesurées en configuration déformée ont un sens sur cette courbe. Afin de limiter le bruit de mesure lié à l'estimation de cette dérivée, il est ici proposé d'ajuster une droite sur les températures mesurées aux cycles 2, 3 et 4. La pente de cette droite fournit alors une estimation de  $\frac{\partial \bar{\theta}}{\partial t}$ . Le premier cycle n'est pas utilisé car Champy (2016) montre qu'il n'est pas exploitable.

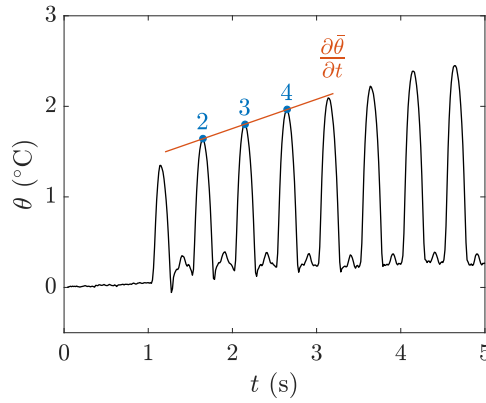


FIGURE 4.11 – Courbe représentant l'évolution de la variation de température moyenne dans la boîte de post-traitement en fonction du temps.

Enfin, en utilisant l'équation 4.5 proposée dans la littérature, l'énergie dissipée intrinsèque par cycle est calculée pour l'ensemble des niveaux de chargement d'un essai. Une courbe d'auto-échauffement représentant l'énergie dissipée intrinsèque par cycle en fonction de l'amplitude de déformation est alors construite et présentée sur la Figure 4.12. En effectuant cette procédure de post-traitement des films infrarouges pour l'ensemble des essais réalisés, huit courbes d'auto-échauffement sont finalement obtenues.

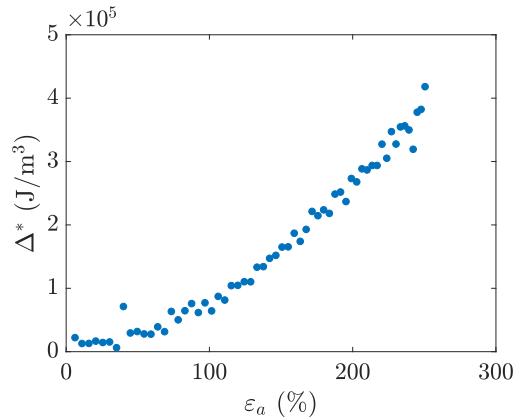


FIGURE 4.12 – Courbe d'auto-échauffement représentant l'évolution de l'énergie dissipée intrinsèque par cycle en fonction de l'amplitude de déformation pour un des huit essais de la procédure.

### 4.2.3 Stratégie de dépouillement des courbes d'auto-échauffement

Le lien entre les courbes d'auto-échauffement et les durées de vie est fait avec le critère proposé par Jégou (2012) présenté dans la section 4.1.4 avec l'équation 4.6. Il est rappelé que deux couples de valeurs  $(\Delta^*, N_i)$  sont nécessaires pour établir un lien continu entre les deux variables. Le premier couple est obtenu grâce à l'éprouvette additionnelle menée à rupture au dernier niveau de chargement de chaque essai, pour lequel  $\Delta^*$  est connu. Ce couple est noté  $(\Delta^*_R, N_R)$ . Pour le deuxième couple, noté  $(\Delta^*_{10^6}, N_{10^6})$ , une nouvelle méthode d'identification automatique est ici proposée. En supposant que des régimes linéaires sont effectivement présents sur la courbe d'auto-échauffement (cf. Figure 4.13a), la dérivée seconde de cette courbe devrait théoriquement faire apparaître des pics correspondant aux transitions de régimes (cf. Figure 4.13b). On note par la suite  $R_{12}$  la transition entre les régimes 1 et 2, et  $R_{23}$  la transition entre les régimes 2 et 3. Un plus grand nombre de régimes pourrait potentiellement être identifié, mais les résultats de la littérature utilisent généralement ces deux premières transitions, c'est pourquoi nous nous limiterons à ces dernières.

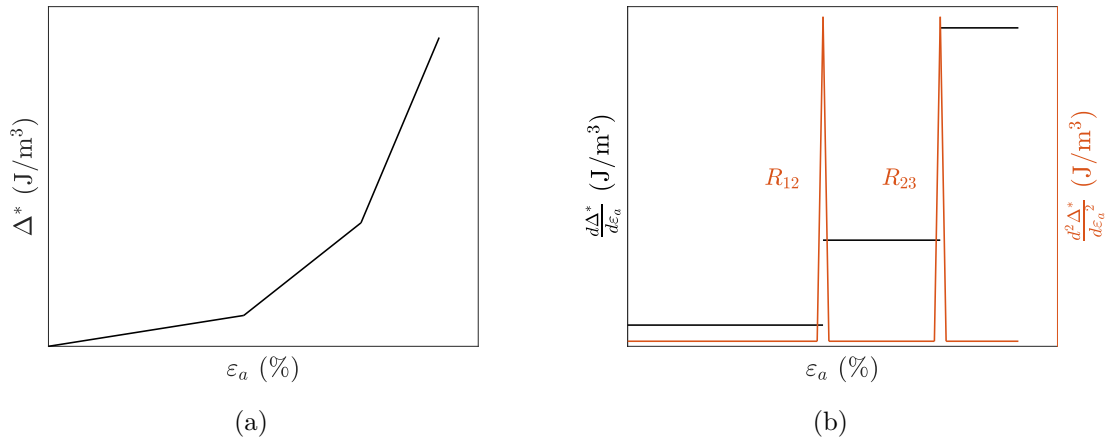


FIGURE 4.13 – Illustration de la méthode d'identification des transitions de régimes (a) évolution théorique de la courbe d'auto-échauffement par régimes et (b) évolution de la dérivée première en noir et de la dérivée seconde en rouge de la courbe précédente.

En pratique, une simple méthode des différences finies conduit souvent à des résultats trop bruités, surtout pour la deuxième dérivation de la courbe expérimentale. C'est pourquoi la dérivée première en chaque point de la courbe est estimée en ajustant une droite sur plusieurs points entourant le point considéré. La dérivée seconde est ensuite calculée de la même manière sur la courbe de la dérivée première. En conséquence, chaque transition de régimes peut être déterminée en relevant les déformations correspondant aux différents pics de la dérivée seconde. En choisissant correctement la transition, le couple  $(\Delta^*_{10^6}, N_{10^6})$  peut ainsi être déterminé. Finalement, pour chaque condition d'essai, l'énergie dissipée intrinsèque par cycle peut être reliée à un nombre de cycles  $N_i$ .

#### Bilan de la section 4.2

En résumé, une procédure expérimentale de construction d'un diagramme de Haigh par mesure de l'auto-échauffement a été développée dans le cadre de ces travaux de thèse en s'inspirant de celles déjà établies dans la littérature sur les élastomères (Masquelier, 2014; Champy, 2016). L'ensemble de la procédure proposée ici a été au maximum automatisée et standardisée afin d'être exécutable par un technicien d'essai.



Tout d'abord, le protocole mécanique se compose de huit essais. Une nouvelle éprouvette est sélectionnée pour estimer la durée de vie correspondant au dernier niveau de chargement de chaque essai. Ainsi, seize éprouvettes et huit jours d'essais sont nécessaires à la construction d'un diagramme de Haigh par auto-échauffement. Ensuite, le traitement des images infrarouges se fait à l'aide d'un programme Python spécialement développé durant ces travaux de thèse permettant la construction automatique des courbes d'auto-échauffement pour tous les niveaux de chargement. Une seule opération manuelle permettant de positionner les zones de post-traitement de la température est nécessaire. Enfin, une méthode de dépouillement automatique utilisant la dérivée seconde des courbes d'auto-échauffement est proposée. Cette dernière permet de limiter les erreurs humaines lors de l'identification des transitions de régimes nécessaire à la détermination des paramètres du critère proposé par Jégou (2012) faisant le lien entre l'énergie dissipée intrinsèque par cycle et les durées de vie en fatigue. Dans le but de valider cette procédure expérimentale, les résultats relatifs aux deux EPDM de l'étude sont présentés dans la section suivante.

### 4.3 Résultats

Les courbes d'auto-échauffement de chaque essai sont construites en utilisant le programme Python décrit dans la section 4.2.2. Deux exemples sont fournis sur les courbes des Figure 4.14 et Figure 4.15 respectivement pour l'EPDM\_S et pour l'EPDM\_NS. Les dérivées secondes sont calculées par la procédure détaillée dans la section 4.1.4, et superposées sur ces courbes. Plusieurs pics apparaissent alors, et les déformations relevées sur les premier et deuxième pics de chaque courbe sont considérées par la suite comme celles correspondant respectivement à  $R_{12}$  et  $R_{23}$ , c'est-à-dire les transitions entre les régimes 1 à 2 et 2 à 3.

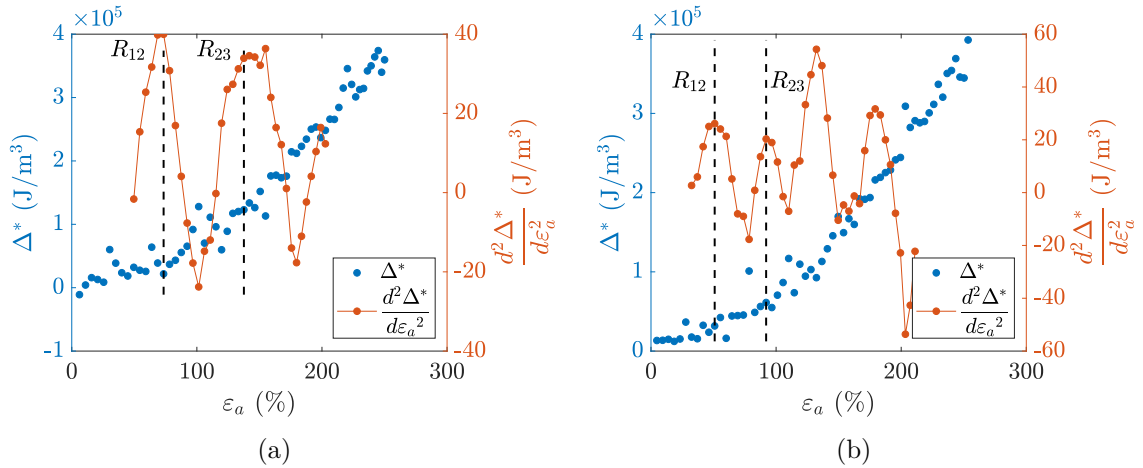


FIGURE 4.14 – Courbes d'auto-échauffement de l'EPDM\_S et représentation des dérivées secondes de ces courbes pour (a) test 1 et b) test 2.

Dans un premier temps, les transitions de régimes  $R_{12}$  sont prises pour l'ensemble des essais afin d'identifier les couples  $(\Delta^*_{10^6}, N_{10^6})$ . Les diagrammes de Haigh des EPDM\_S et EPDM\_NS alors obtenus sont présentés sur la Figure 4.16 et superposés avec les durées de vie déterminées précédemment par essais mécaniques dans le chapitre 3. Pour faciliter la lecture des résultats, seules quelques iso-durées de vie sont tracées. Les données relatives aux essais mécaniques sont représentées par des points reliés par des lignes continues, et les données relatives aux prédictions par la méthode d'auto-échauffement sont représentées par des croix reliées par des lignes pointillées. Une mauvaise corrélation apparaît sur ces

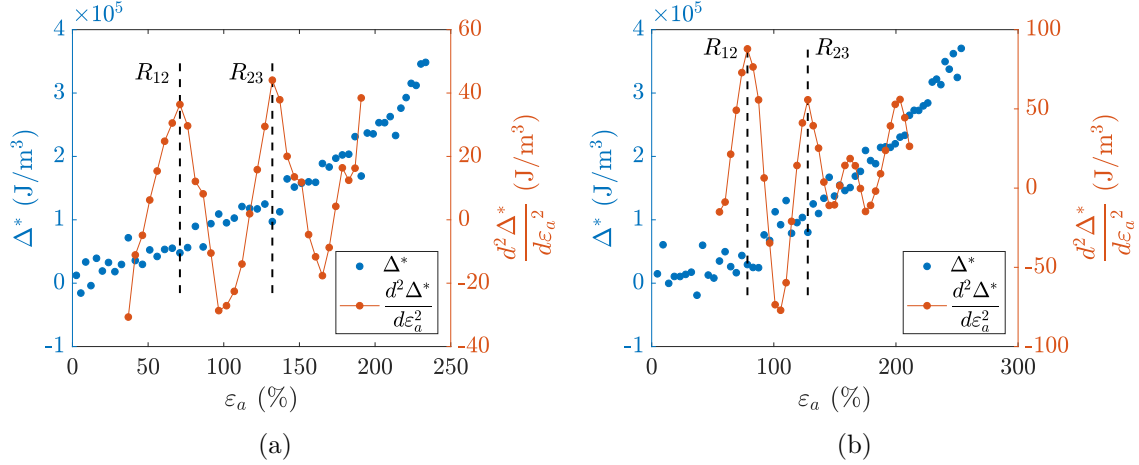


FIGURE 4.15 – Courbes d’auto-échauffement de l’EPDM\_NS et représentation des dérivées secondes de ces courbes avec (a) test 1 et b) test 2.

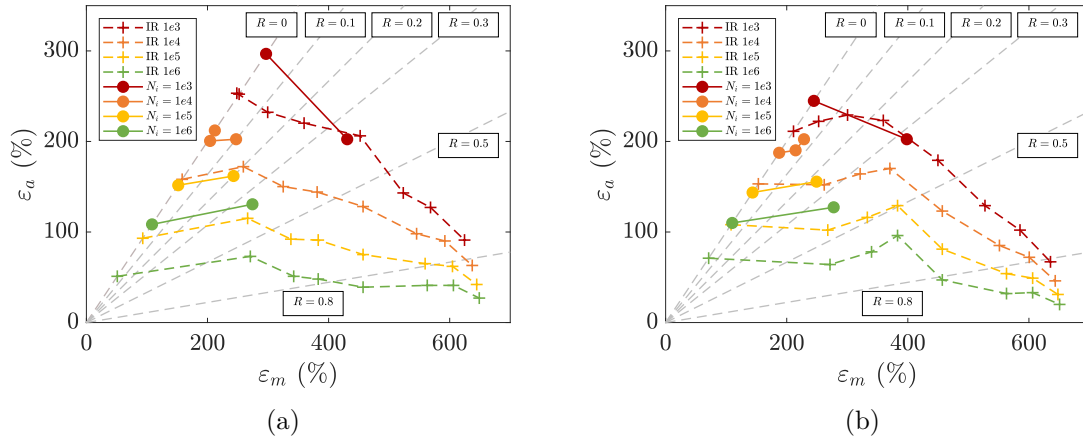


FIGURE 4.16 – Diagrammes de Haigh représentant les durées de vie déterminées mécaniquement et celles prédites par la mesure de l’auto-échauffement sur des éprouvettes AE2 avec les transitions de régimes 1 à 2 pour l’identification de  $(\Delta^*_{10^6}, N_{10^6})$  pour a) l’EPDM\_S et b) l’EPDM\_NS.

courbes, en particulier pour les grandes durées de vie, ce qui montre que la transition de régimes  $R_{12}$  ne permet pas de rendre compte correctement des durées de vie en fatigue des deux EPDM étudiés.

Dans un second temps, les transitions de régimes  $R_{23}$  sont prises pour l’ensemble des essais afin d’identifier les couples  $(\Delta^*_{10^6}, N_{10^6})$ . Comme précédemment, les diagrammes de Haigh des EPDM\_S et EPDM\_NS alors obtenus sont présentés sur les Figures 4.17a et 4.17b et superposés avec les durées de vie déterminées précédemment par essais mécaniques dans le chapitre 3. Cette fois, une bonne corrélation apparaît entre les essais mécaniques et la prédiction par mesure de l’auto-échauffement, et ce pour les deux matériaux. Une forme correcte des courbes d’iso-durées de vie est obtenue, avec des pentes autour de zéro pour les faibles niveaux de déformation moyenne, puis des pentes négatives pour les grands niveaux.

Toutefois, des écarts subsistent entre les durées de vie prédites par auto-échauffement et celles mesurées par essais mécaniques. Quelques critiques de la procédure peuvent alors expliquer ces déviations. Tout d’abord, les hypothèses effectuées pour simplifier l’équation



de la chaleur restent discutables, notamment le fait de négliger les couplages thermiques, ou encore la convection interne. Ces termes sont cependant très difficiles à estimer en pratique. De plus, la dérivée temporelle de la température doit être mesurée au plus proche du début de l'essai pour justifier l'hypothèse d'adiabaticité. Or, ici, la dérivée temporelle de la température est mesurée à l'aide de la pente sur les cycles 2, 3 et 4, ce qui pourrait avoir une influence. Une solution serait de garder la même procédure mais d'augmenter la fréquence mécanique afin de post-traiter la dérivée de la température sur un temps physique plus court et donc plus proche du début de l'application de la sollicitation mécanique. La viabilité de cette solution est néanmoins limitée par les capacités de la machine de traction pour les plus hauts niveaux de chargement. Par ailleurs, la relation entre les durées de vie et l'énergie dissipée intrinsèque par cycle reste empirique, et aucun modèle physique ne permet à ce jour d'expliquer le lien entre les transitions de régimes de la courbe d'auto-échauffement et les durées de vie en fatigue des matériaux élastomères. De plus, l'utilisation de la dérivée seconde pour identifier les transitions de régimes reste discutable car les dérivées expérimentales sont par nature très bruitées, et dépendantes de la méthode de dérivation, notamment des fonctions d'interpolations et du nombre de points considérés pour chaque point de mesure. Enfin, la grande dispersion des résultats en fatigue constatée expérimentalement sur les essais mécaniques de l'EPDM n'est pour l'instant pas quantifiable par la méthode développée dans ce chapitre, permettant uniquement de prédire les durées de vie moyennes.

Malgré ces biais, les résultats ici obtenus sont tout à fait acceptables et encourageants puisque seuls huit jours d'essais et seize éprouvettes AE2 ont été nécessaires pour construire un diagramme de Haigh. De plus, la méthode a été au maximum automatisée afin d'être exécutable facilement par un technicien d'essai. Cela permet de valider la procédure mise en place dans ces travaux de thèse pour prédire rapidement les durées de vie en fatigue d'élastomères en utilisant une méthode de mesure d'auto-échauffement. La dérivée seconde semble être un outil efficace pour identifier les transitions de régimes en limitant les biais liés aux facteurs humains. Finalement, la déformation correspondant à la transition de régimes  $R_{23}$  est celle donnant les meilleures prédictions de durées de vie en fatigue pour l'EPDM pour des rapports de charge positifs ou nuls.

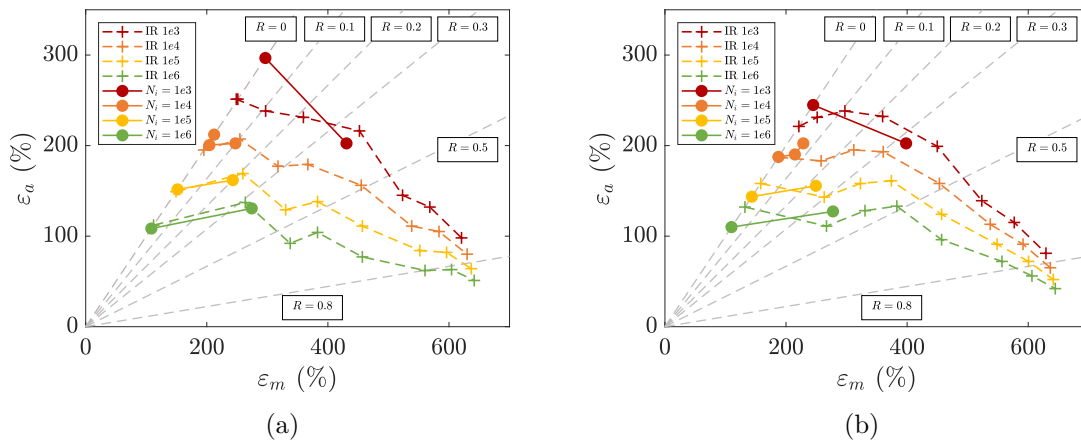


FIGURE 4.17 – Diagrammes de Haigh représentant les durées de vie déterminées mécaniquement et celles prédites par la mesure de l'auto-échauffement sur des éprouvettes AE2 avec les transitions de régimes 2 à 3 pour l'identification de  $(\Delta^*_{10^6}, N_{10^6})$  pour a) l'EPDM\_S et b) l'EPDM\_NS.

## 4.4 Conclusions

Pour conclure, dans ce chapitre, un état de l'art sur les méthodes de prédiction des durées de vie en fatigue par la mesure de l'auto-échauffement des matériaux est proposé, en particulier dans le cas des élastomères. Le cadre théorique sur lequel se fonde ces méthodes est dans un premier temps présenté. Puis, les méthodes d'identification des termes sources sont décrites. Il est montré que les précédents travaux effectués sur les élastomères proposent d'estimer l'énergie dissipée intrinsèque par cycle par une résolution directe de l'équation de la chaleur en régime transitoire d'élévation de température lors de chargements cycliques. Des courbes d'auto-échauffement, représentant l'évolution de cette grandeur en fonction de l'amplitude de chargement, sont alors construites. Un dépouillement graphique et empirique de ces courbes permet finalement d'établir un lien avec les durées de vie en fatigue afin de prédire rapidement les propriétés en fatigue d'un élastomère. Cette méthode a été validée pour des NR, CR et SBR pour des rapports de charge nuls (Le Saux, 2010; Masquelier, 2014) et pour un NR pour des rapports de charge positifs (Champy, 2016).

Par la suite, l'ensemble de la procédure expérimentale développée dans ces travaux de thèse est présenté. Cette procédure a été développée au sein de l'entreprise Vibracoustic Nantes dans le but d'être industrialisée et effectuée par un technicien d'essai. C'est pourquoi elle est au maximum automatisée et standardisée. Le protocole mécanique se compose de huit essais. Ensuite, le post-traitement des images infrarouges se fait à l'aide d'un programme python spécialement développé durant ces travaux de thèse permettant la construction automatique des courbes d'auto-échauffement. Enfin, une méthode de dépouillement automatique utilisant la dérivée seconde des courbes d'auto-échauffement est proposée. Cette dernière permet de limiter les erreurs humaines lors de l'identification des transitions de régimes nécessaire à la détermination des paramètres du critère faisant le lien entre l'énergie dissipée intrinsèque par cycle et les durées de vie en fatigue.

Finalement, cette procédure est appliquée aux deux EPDM de l'étude. Une bonne corrélation entre les durées de vie en fatigue obtenues par essais mécaniques et celles prédites par la mesure de l'auto-échauffement apparaît lorsque la transition entre les régimes 2 et 3 est choisie pour l'identification des paramètres du critère de Jégou (2012). Cela permet d'une part de confirmer la capacité de la méthode de mesure de l'auto-échauffement à prédire les durées de vie en fatigue des élastomères, en particulier ici de l'EPDM, et d'autre part de valider la procédure mise en place dans ces travaux de thèse, avec notamment l'identification automatique des régimes. Par conséquent, cette méthode est maintenant un standard de caractérisation dans l'entreprise Vibracoustic Nantes. Grâce à cette dernière, huit jours d'essais et seize éprouvettes AE2 sont nécessaires pour construire un diagramme de Haigh, contre environ quatre mois et plus d'une centaine d'éprouvettes AE2 par essais mécaniques classiques.



# Conclusion de la partie II

Dans cette partie, les propriétés en fatigue des matériaux EPDM\_S et EPDM\_NS ont été caractérisées de plusieurs manières. Tout d'abord, les approches classiques en durées de vie et en propagation de fissures ont été employées dans le chapitre 3. La forte dispersion des durées de vie en fatigue, supérieure à une décade, a alors été mise en évidence pour les deux matériaux. De plus, il a été montré que le *strainer* avait une influence positive sur les durées de vie, mais aucune sur les vitesses de fissuration. Cela suggère que la phase de propagation de fissures de fatigue est principalement pilotée par la matrice élastomère. Par ailleurs, l'influence du rapport de charge sur les durées de vie en fatigue est étudiée. Des pentes d'iso-durées de vie légèrement positives pour les grandes durées de vie ( $N_i \simeq 10^6$  cycles), et négatives pour les petites durées de vie ( $N_i \simeq 10^6$  cycles) sont observées. Il en résulte que les EPDM\_S et EPDM\_NS sont considérés comme des élastomères non-renforçants.

Ensuite, une procédure de caractérisation rapide des durées de vie en fatigue par auto-échauffement a été développée et validée sur les deux EPDM de l'étude dans le chapitre 4. L'automatisation du protocole mécanique et du post-traitement des données a permis d'industrialiser cette méthode, et donc de la proposer comme standard de caractérisation dans l'entreprise Vibracoustic Nantes. Les prédictions des iso-durées de vie obtenues par auto-échauffement sont dans un ordre de grandeur comparable avec celles associées aux données mécaniques du chapitre 3. En revanche, la durée des essais est de seulement 8 jours contre environ quatre mois pour les essais mécaniques, ce qui fournit un gain de temps précieux pour des applications industrielles.

Ainsi, cette partie s'est focalisée sur des propriétés en fatigue dites « macroscopiques », à savoir la durée de vie, lorsque la raideur effective de l'éprouvette diminue significativement, et la propagation de fissures mesurant plusieurs centimètres de long et étant déjà bien établies. Or, il est généralement admis que l'endommagement en fatigue intervient à l'échelle de la microstructure des matériaux considérés. Il est donc primordial d'en faire une description, et de comprendre les mécanismes mis en jeu à cette échelle. C'est pourquoi la partie suivante s'intéresse aux phases d'amorçage et de propagation des fissures de fatigue autour des défauts dans l'EPDM\_S. Le chapitre 5 se concentre sur les défauts naturellement présents dans les éprouvettes AE2. Dans le chapitre 6, des défauts calibrés sont introduits dans des éprouvettes mini-PS afin de quantifier l'influence de la taille des défauts sur les durées de vie en fatigue. Enfin, les vitesses de propagation de fissures de fatigue associées aux expérimentations des deux chapitre 5 et chapitre 6 sont analysées dans le chapitre 7.



## Troisième partie

# Endommagement en fatigue : amorçage et propagation de fissures



## Chapitre 5

# Endommagement en fatigue sur les défauts naturellement présents dans l'EPDM\_S

---

L'objectif de ce chapitre est de décrire de la manière la plus complète possible l'endommagement en fatigue de l'EPDM\_S autour des défauts naturellement présents dans les éprouvettes AE2. Dans un premier temps, un état de l'art général de l'endommagement en fatigue dans les élastomères est fait. Les procédures utilisées pour décrire en particulier celui associé à l'EPDM\_S sont ensuite décrites. Enfin, l'ensemble des résultats est présenté, au travers des différents sites d'amorçages de fissures de fatigue, puis des mécanismes d'endommagement autour de ces derniers. Les scénarios d'endommagement sont par la suite décrits, et l'influence de la taille des défauts sur les différentes phases de la durée de vie en fatigue est finalement abordée.

---

### Sommaire

---

5.1	État de l'art de l'endommagement en fatigue des élastomères . . . . .	<b>102</b>
5.1.1	Sites d'amorçage de fissures de fatigue . . . . .	102
5.1.2	Mécanismes d'amorçage et de début de propagation des fissures de fatigue dans les élastomères . . . . .	104
5.1.3	Scénarios d'endommagement en fatigue . . . . .	106
5.1.4	Influence de la taille des défauts sur les durées de vie en fatigue . . . . .	110
5.2	Procédures expérimentales développées pour étudier l'endommagement en fatigue de l'EPDM_S . . . . .	<b>111</b>
5.3	Résultats de l'analyse de l'endommagement en fatigue de l'EPDM_S . . . . .	<b>112</b>
5.3.1	Sites d'amorçage de fissures de fatigue dans l'EPDM_S . . . . .	112
5.3.2	Mécanismes d'amorçage et de début de propagation des fissures de fatigue dans l'EPDM_S . . . . .	117
5.3.3	Scénarios d'endommagement . . . . .	120
5.3.4	Influence de la taille des défauts . . . . .	125
5.4	Conclusions . . . . .	<b>127</b>

---



## 5.1 État de l'art de l'endommagement en fatigue des élastomères

Cette section regroupe les principaux résultats disponibles dans la littérature sur l'endommagement en fatigue des élastomères. Les potentiels sites d'amorçage de fissures de fatigue sont présentés, puis les mécanismes d'endommagement associés à ces sites sont décrits. Cela comprend la phase d'amorçage mais aussi les premiers stades de la propagation des fissures de fatigue. Enfin, les scénarios de cet endommagement sont abordés à la fois pour l'EPDM et pour le NR, pour lequel beaucoup d'études ont été réalisées et qui constitue donc un matériau de référence.

### 5.1.1 Sites d'amorçage de fissures de fatigue

Quelle que soit la nature du matériau considéré, la rupture en fatigue d'une structure est pilotée par les défauts initialement présents dans cette dernière. En effet, lorsque cette structure est soumise à un chargement, les défauts agissent localement comme des concentrateurs de contraintes, et peuvent ainsi mener à l'amorçage de fissures de fatigue. Ces fissures se propagent et mènent finalement à la rupture de la structure. Suivant les matériaux et les procédés de mise en œuvre utilisés, les défauts initialement présents sont de natures très variées. Par exemple, dans le cas des matériaux métalliques, les défauts critiques menant à la rupture en fatigue des pièces peuvent être : des porosités, de la rugosité de surface ou encore des inclusions (Bathias et Pineau, 2011).

Concernant les élastomères, deux grandes familles de défauts sont classiquement identifiées dans la littérature :

- Les **défauts microstructuraux**, qui font référence aux « inclusions ». Ce terme générique correspond à toutes sortes d'impuretés pouvant exister dans le matériau. Généralement, les inclusions sont des agglomérats d'ingrédients de la formulation de l'élastomère. Ces derniers peuvent être de natures chimiques très différentes et résultent des difficultés à disperser et distribuer correctement les ingrédients de la formulation lors de l'étape de mélangeage ;
- Les **défauts géométriques** liés aux procédés de fabrication des pièces font principalement référence aux défauts de moules pour les pièces moulées.

Dans la suite de cette section, chaque famille de défaut est traitée séparément. Toutes les matrices élastomères sont traitées ensemble car il n'apparaît pas de différences fondamentales entre les sites d'amorçage identifiés dans ces dernières.

#### 5.1.1.1 Amorçage de fissures de fatigue à partir d'inclusions liées à la formulation de l'élastomère

Parmi les inclusions ayant été identifiées comme responsables de l'amorçage de fissures de fatigue dans les élastomères, plusieurs groupes peuvent être proposés :

- Les agglomérats de **charges renforçantes**, parmi lesquelles on retrouve principalement le noir de carbone (Le Cam *et al.*, 2013; Masquelier, 2014; Huneau *et al.*, 2016) (cf. Figure 5.1a) et la silice (Le Saux, 2010; Grandcoin *et al.*, 2014) (cf. Figure 5.1b). Les tailles recensées de ces agglomérats sont très variables, allant de 5  $\mu\text{m}$  à 400  $\mu\text{m}$  ;
- Les agglomérats d'**oxydes de zinc**, qui sont utilisés dans la formulation comme activateur de la réaction de réticulation au soufre (Le Gorju Jago, 2012; Masquelier, 2014; Huneau *et al.*, 2016) (cf. Figure 5.1c). Ces derniers peuvent former des agglomérats dont les dimensions sont aussi variables que pour les charges renforçantes, à savoir de quelques micromètres à quelques centaines de micromètres ;

- Les **autres inclusions**, qui ne peuvent être classées dans les catégories ci-dessus. On trouve par exemple des agglomérats hybrides entre noir de carbone et oxyde de zinc (Saintier *et al.*, 2006a), des inclusions liées aux impuretés de la matrice polymère, comme sur la Figure 5.1d (Bennani, 2006), ou encore des inclusions issues du coupage entre plusieurs gommés (Glanowski, 2019). De plus, le NR provenant d'un arbre, des impuretés minérales sont naturellement présentes dans la matrice polymère, et ces dernières peuvent mener à la formation de fissures de fatigue. Par ailleurs, du talc est parfois utilisé sur les bandes d'élastomère crues pour éviter qu'elles ne se collent entre elles avant le moulage. Ce talc n'est pas indiqué dans la formulation de l'élastomère, mais Le Cam *et al.* (2013) l'identifient comme potentiellement responsable de l'amorçage de fissures de fatigue.

Bien que non exhaustive, cette liste permet de mettre en évidence la grande variété d'inclusions existantes dans les matériaux élastomères pouvant potentiellement mener à l'amorçage de fissures de fatigue.

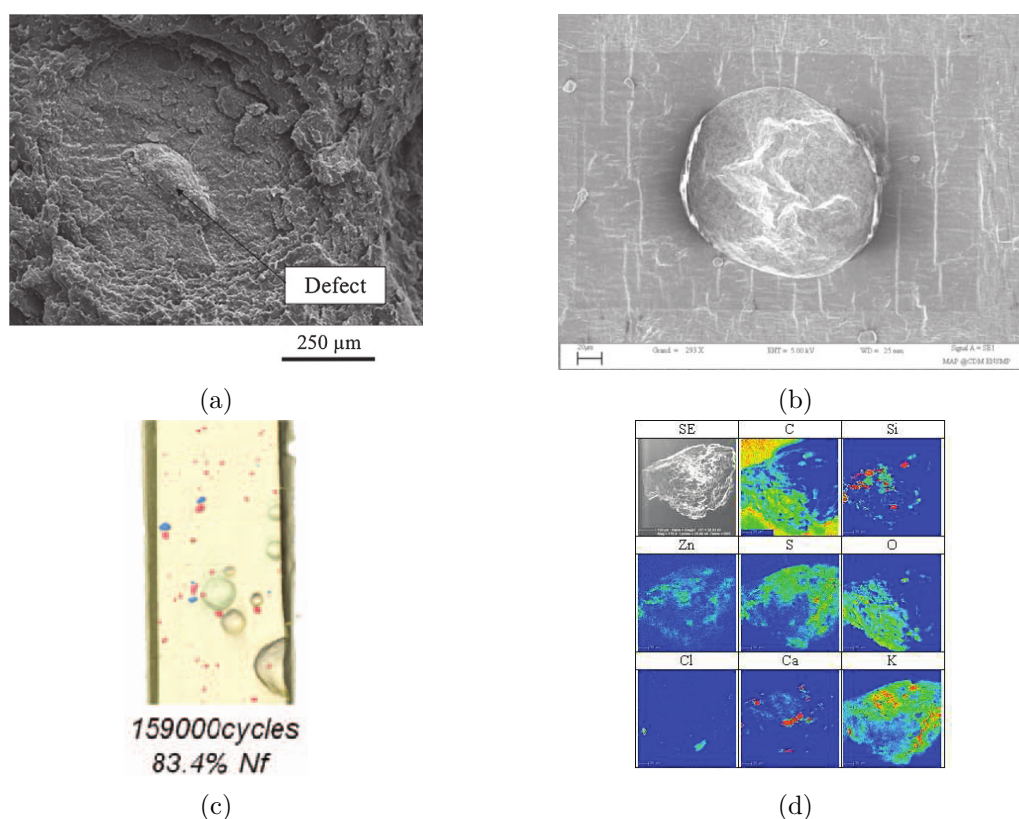


FIGURE 5.1 – Inclusions identifiées comme responsables de l'amorçage de fissures de fatigue (a) cliché MEB d'un agglomérat de noir de carbone sur un faciès de rupture d'un NR chargé au noir de carbone (Le Cam *et al.*, 2013), (b) cliché MEB d'un agglomérat de silice sur un silicone chargé à la silice après traction *in situ* (Grandcoin *et al.*, 2014), (c) tomographies d'un NR après essais interrompus en fatigue montrant des agglomérats d'oxydes de zinc (Le Gorju Jago, 2012) et (d) cliché MEB d'une inclusion extraite sur un faciès de rupture dans un NR renforcé à la silice (Bennani, 2006).

### 5.1.1.2 Amorçage de fissures de fatigue à partir de défauts géométriques liés aux procédés de fabrication

Suivant le procédé de fabrication utilisé, plusieurs types de défauts géométriques sont identifiés. Par exemple, pour des éprouvettes en silicone découpées dans des plaques à l'aide d'un jet d'eau, Hainsworth (2007) montre que des fissures de fatigue s'amorcent sur un défaut géométrique de surface lié à cette découpe.

Pour le procédé de moulage, un défaut couramment appelé **bavure** est systématiquement présent sur les pièces et sur les éprouvettes moulées (que ce soit par injection ou par compression). Cette bavure est générée par l'écoulement de la matière entre les différentes parties qui composent l'empreinte du moule lors du remplissage de ce dernier. La séparation du moule en au moins deux parties étant nécessaire pour effectuer le démoulage de la pièce, l'existence de cette bavure est souvent inévitable. la Figure 5.2a illustre la présence de cette bavure sur une éprouvette diabolo.



FIGURE 5.2 – (a) Schéma représentant la bavure d'une éprouvette diabolo en polychloroprène renforcé au noir de carbone (Poisson *et al.*, 2011) et (b) cliché MEB d'une fissure de fatigue sur la bavure d'une éprouvette AE2 dans un NR renforcé au noir de carbone (Masquelier, 2014).

De nombreux auteurs constatent que la bavure est un site privilégié d'amorçage de fissures de fatigue (Saintier, 2001; Robisson, 2000; Bennani, 2006; Poisson *et al.*, 2011; Masquelier, 2014; Huneau *et al.*, 2016). La Figure 5.2b montre une fissure de fatigue s'étant amorcée sur une partie de la bavure. Cette dernière est donc un défaut purement géométrique, lié au procédé de fabrication, et potentiellement critique sur le comportement en fatigue. Maintenant que les potentiels sites d'amorçage de fissures de fatigue recensés dans la littérature sont présentés, il convient de décrire les différents mécanismes d'amorçage et de début de propagation autour de ces derniers.

### 5.1.2 Mécanismes d'amorçage et de début de propagation des fissures de fatigue dans les élastomères

#### 5.1.2.1 Mécanismes d'endommagement en fatigue associés aux inclusions

Dans son travail de thèse, Masquelier (2014) décompose les mécanismes de création de fissures de fatigue autour des inclusions en trois stades. Le premier peut être considéré comme une phase d'activation du défaut, le deuxième comme une phase de propagation dite « microscopique », influencée par le défaut et enfin le troisième comme une phase de propagation qui n'est plus sous son influence. Pour le premier stade, différents mécanismes sont observés et décrits dans la littérature (Gent et Park, 1984; Le Saux, 2010; Masquelier, 2014; Huneau *et al.*, 2016; Glanowski, 2019) :

- La **rupture d'inclusion**. Cette dernière se produit lorsque les propriétés d'adhésion avec la matrice sont plus fortes que la cohésion interne de l'inclusion (cf. Figure 5.3a) ;
- La **décohésion** entre inclusion et matrice. A l'inverse de la rupture d'inclusion, elle se produit lorsque les propriétés d'adhésion avec la matrice sont inférieures à la cohésion interne de l'inclusion (cf. Figure 5.3b) ;
- La **cavitation**. Ce phénomène correspond à l'apparition puis la croissance d'un vide microscopique dans un élastomère solide sous l'action de fortes contraintes hydrostatiques (supérieures à  $\frac{5}{6}$  du module d'Young du matériau (Gent, 1990)). Pour des chargements statiques, elle est observée au niveau des pôles d'une inclusion isolée (cf. Figure 5.3c), mais aussi entre deux inclusions (cf. Figure 5.3d). Le Gorju Jago (2012) met aussi en évidence ce phénomène autour d'un agglomérat d'oxyde de zinc isolé dans un NR renforcé au noir de carbone pour une déformation nominale de 200%.

Ces mécanismes sont fortement liés aux propriétés de l'inclusion comme sa forme, sa taille, sa cohésion interne, sa raideur, mais aussi à son adhésion avec la matrice. La création de la fissure à proprement parler a lieu lors du deuxième stade. Cette phase se prolonge jusqu'à ce que le défaut à l'origine de la fissure n'ait plus d'influence sur la propagation : c'est le troisième stade. Masquelier (2014) considère que la frontière entre ces deux derniers stades se situe environ à trois fois la taille de l'inclusion à l'origine de la fissure. L'ensemble des mécanismes envisagés est résumé et schématisé sur la Figure 5.4.

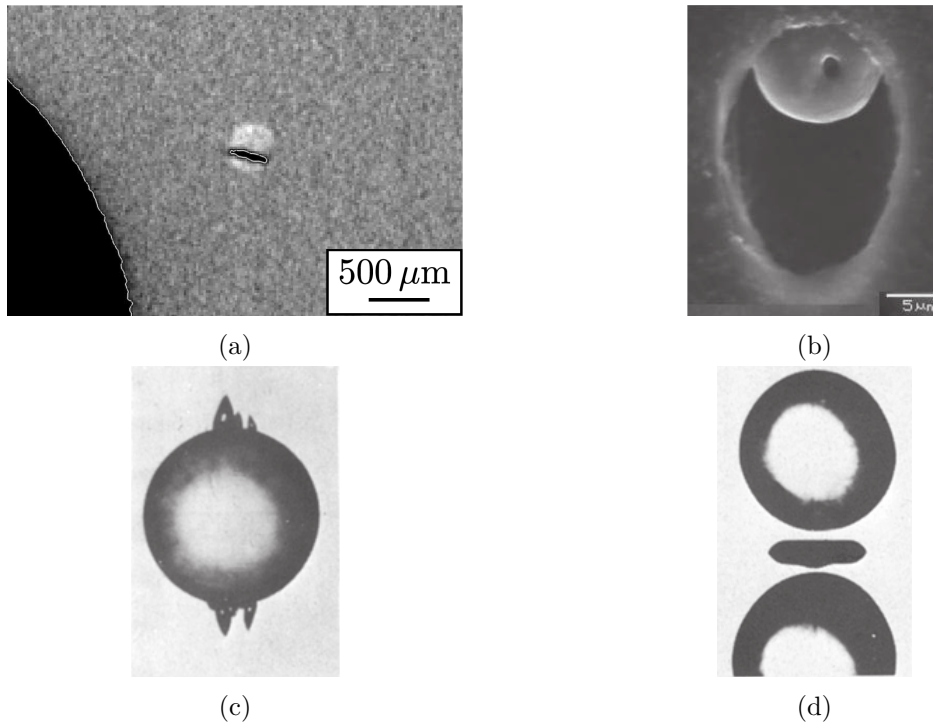


FIGURE 5.3 – Observations expérimentales des différents mécanismes d'amorçage de fissures autour d'inclusions (a) vue tomographique d'une rupture d'inclusion de silice dans un polychloroprène après 5 cycles de fatigue Le Saux (2010), (b) cliché MEB d'une décohésion entre une inclusion de noir de carbone et la matrice dans un NR renforcé au noir de carbone (Masquelier, 2014), (c) phénomène de cavitation dans un silicone aux pôles d'une bille de verre isolée de diamètre 1,22 mm à 87% de déformation (Gent et Park, 1984) et (d) cavitation entre deux billes de verres de diamètre 1,25 mm à 20% de déformation (Gent et Park, 1984).

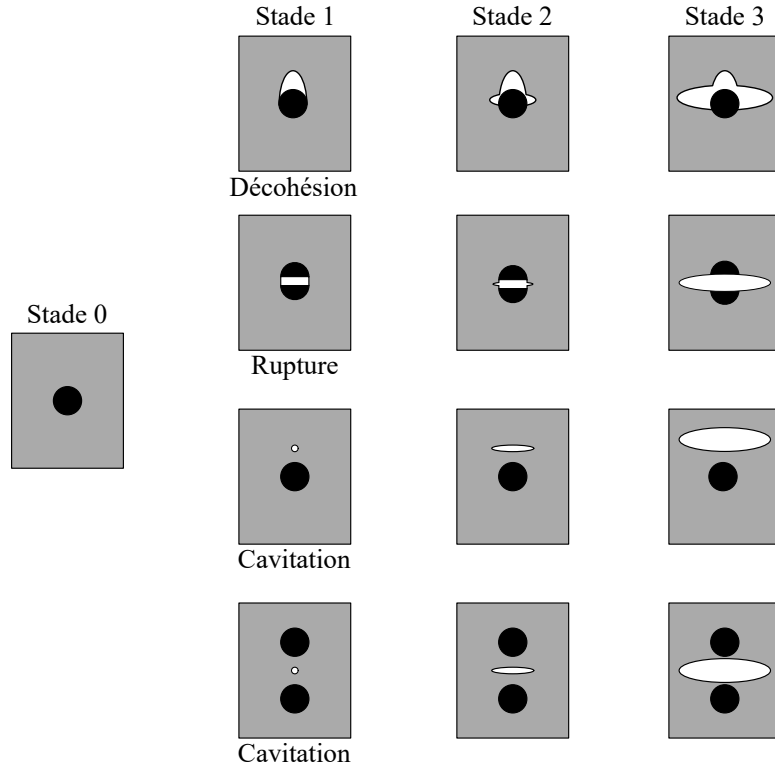


FIGURE 5.4 – Schématisation des mécanismes d'amorçage et de début de propagation de fissures de fatigue envisagés dans la littérature.

### 5.1.2.2 Mécanismes d'endommagement en fatigue associés aux bavures

Les mécanismes d'endommagement ne sont pas décrits pour les bavures de manière aussi détaillée que pour les inclusions dans la littérature. Toutefois, Robisson (2000) montre que la taille de la bavure dans son intégralité est liée aux durées de vie en fatigue (cf. Figure 5.5a). Plus tard, les photos prises par Masquelier (2014) suggèrent que les fissures de fatigue s'amorcent dans un premier temps au niveau de la pointe de la bavure, appelée plan de joint sur la Figure 5.5b, puis se propagent dans le matériau.

Maintenant que les différents mécanismes d'amorçage et de début de propagation des fissures de fatigue ont été présentés, il reste à comprendre la manière dont s'endommage la matière jusqu'à la rupture finale : ce que nous appelons les scénarios d'endommagement.

### 5.1.3 Scénarios d'endommagement en fatigue

Le scénario d'endommagement en fatigue d'une pièce ou d'une éprouvette permet de décrire la chronologie de cet endommagement et l'enchaînement des différentes étapes qui mènent progressivement à la rupture. On cherche notamment à répondre aux questions suivantes :

- Y a-t-il des interactions entre les fissures ?
- Parmi ces fissures, combien sont responsables de la rupture finale ?
- Quel est le nombre de fissures présentes dans le matériau au cours de sa durée de vie ?
- Quelles sont les proportions des stades d'amorçage et de début de propagation par rapport à la durée de vie finale ?
- Quels sont les défauts critiques vis-à-vis de la fatigue ?



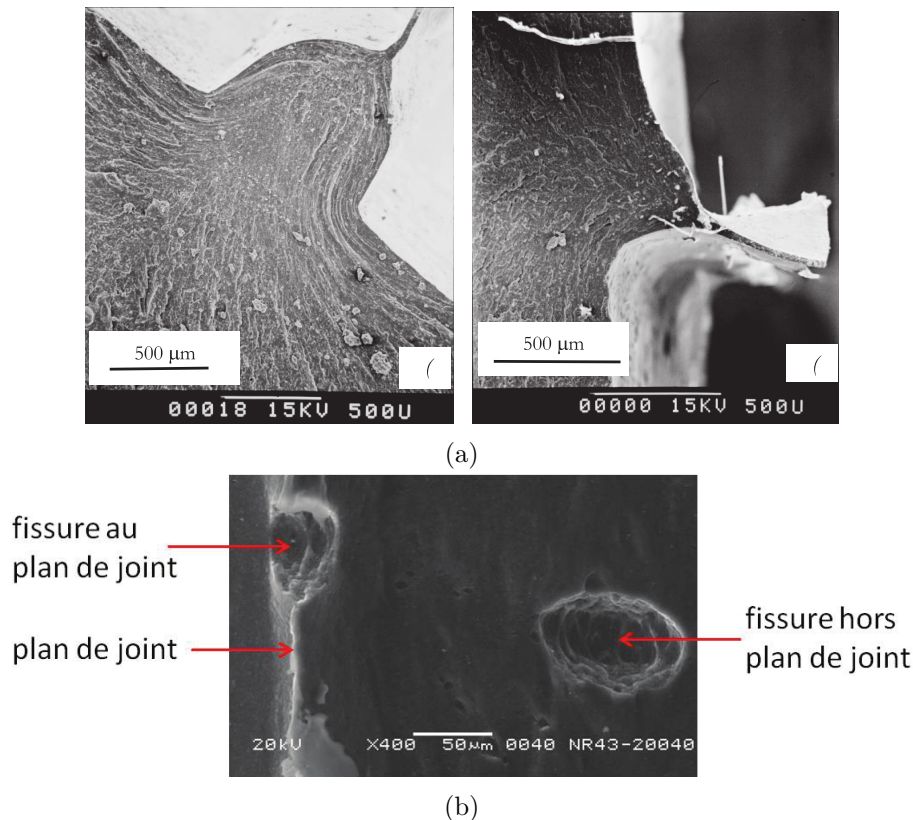


FIGURE 5.5 – (a) Clichés MEB des faciès de rupture de deux éprouvettes en SBR ayant rompu à cause de la bavure, avec à gauche une éprouvette AP7 comportant une bavure de grandes dimensions et associée à une durée de vie de 8 000 cycles, et à droite une éprouvette AP9 comportant une bavure plus petite et associée à une durée de vie de 28 000 cycles (Robisson, 2000) et (b) cliché MEB de fissures de fatigue s'amorçant au niveau de la bavure et sur une inclusion proche de la bavure sur une éprouvette AE2 en NR renforcé au noir de carbone (Masquelier, 2014).

Jusqu'ici, aucune distinction sur les matrices élastomères n'a été faite car la littérature ne fait pas apparaître de différences fondamentales entre ces dernières, aussi bien pour les sites d'amorçage que pour les mécanismes d'amorçage et de début de propagation. En revanche dans cette section, il convient de les traiter séparément, car les scénarios d'endommagement semblent spécifiques à chaque matrice élastomère. Dans un premier temps, les résultats relatifs à l'EPDM sont présentés. Cet élastomère étant relativement peu étudié, il n'existe que très peu de publications permettant d'avoir des informations sur ses scénarios d'endommagement. C'est pourquoi dans un second temps les résultats relatifs au NR sont abordés. Ces derniers, plus abondants, permettent par la suite de faire une comparaison avec les résultats de ces travaux de thèse sur l'EPDM.

### 5.1.3.1 Scénarios d'endommagement en fatigue dans l'EPDM

Aucune étude montrant un suivi de l'endommagement en fatigue de l'EPDM au cours de sa durée de vie n'est disponible dans la littérature. Seules des analyses fractographiques d'éprouvettes de fatigue ont été réalisées. Sur la Figure 5.6a, des « rivières de fatigue » sont visibles et semblent converger vers un point unique situé en haut en dehors de la photo correspondant à la zone d'amorçage d'une fissure de fatigue (Flamm *et al.*, 2008). La zone lisse sur le bas de la Figure 5.6a correspond à la rupture finale, et les motifs résultant de la phase de propagation de fissures de fatigue aident à l'analyse des faciès de rupture. La

Figure 5.6b, quant à elle, montre clairement la position de l'unique site d'amorçage dans le cercle rouge (Ismail *et al.*, 2017). Finalement, ces deux études suggèrent que la rupture d'éprouvettes en EPDM n'est pilotée que par une seule fissure.

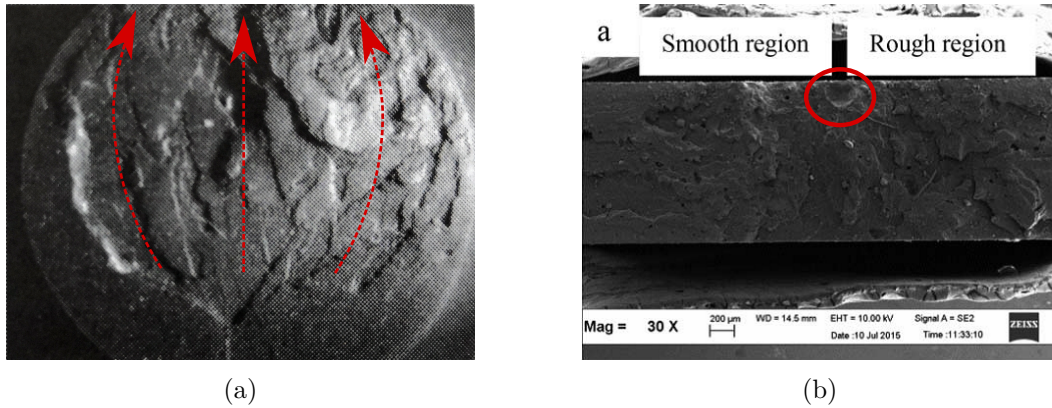


FIGURE 5.6 – Analyse des faciès de ruptures d'éprouvettes de fatigue (a) vue à la loupe binoculaire d'un EPDM renforcé au noir de carbone (Flamm *et al.*, 2008) et (b) vue au MEB d'un EPDM renforcé à la bentonite (Ismail *et al.*, 2017).

### 5.1.3.2 Scénarios d'endommagement dans le NR

Dans le NR, Le Gorju Jago (2012) indique que le nombre de fissures de fatigue augmente tout au long de la durée de vie. Plus tard, Masquelier (2014) arrive aux mêmes conclusions, en montrant de plus que le nombre de fissures est d'autant plus grand que le chargement l'est (cf. Figure 5.7). On remarque sur cette figure que l'ordre de grandeur est d'environ quelques centaines de fissures sur la surface d'une AE2, voire un millier pour les plus hauts niveaux de chargement.

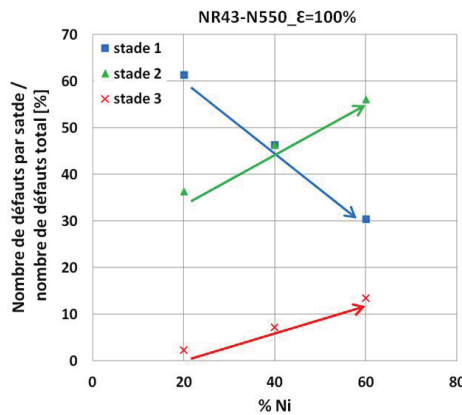


FIGURE 5.7 – Nombre de fissures observées sur une éprouvette AE2 en NR renforcé au noir de carbone en fonction de l'avancement de l'essai de fatigue et du niveau de chargement (Masquelier, 2014).

De plus, de nombreux auteurs s'accordent sur le fait que la fin de vie d'une pièce NR est causée par la propagation et l'éventuelle coalescence de ces nombreuses fissures. Les analyses fractographiques effectuées par Le Cam *et al.* (2013) sur la Figure 5.8a, et les vues tomographiques réalisées par Huneau *et al.* (2013) sur la Figure 5.8b montrent le grand nombre de fissures contribuant à l'endommagement des éprouvettes testées. Il semble donc qu'un grand nombre de défauts contribue à la rupture en fatigue d'une pièce en NR.

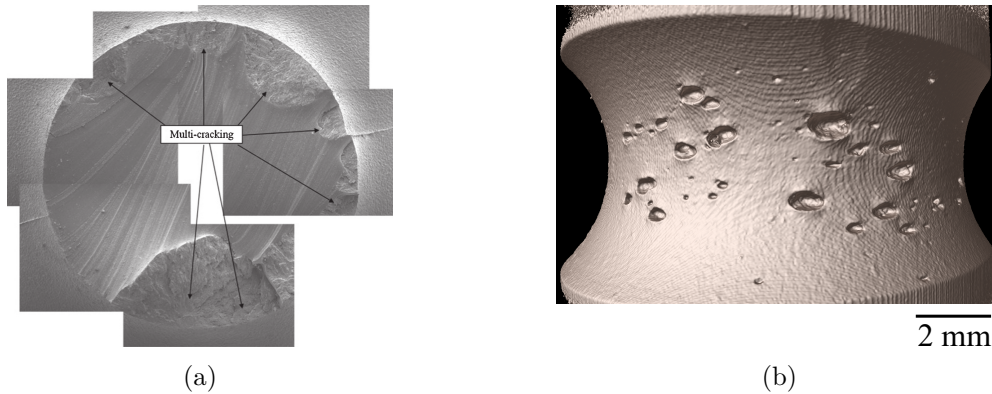


FIGURE 5.8 – (a) Cliché MEB de la rupture d'une éprouvette AE2 en NR renforcé au noir de carbone (Le Cam *et al.*, 2013) et (b) vue d'une tomographie après 100 000 cycles de fatigue d'une éprouvette AE2 en NR renforcé au noir de carbone (Huneau *et al.*, 2013).

Enfin, Le Saux (2010) montre qu'il existe des fissures en stade 1 après seulement 5 cycles de fatigue, ce qui suggère que l'amorçage des fissures de fatigue est très précoce dans la durée de vie. Pour la phase de propagation, Saintier *et al.* (2006a) constatent que plus de 80% de la durée de vie des éprouvettes testées correspond à de la propagation de fissure. Masquelier (2014) confirme cette tendance en montrant qu'à 20% de la durée de vie moyenne, il existe déjà des fissures en stade 2 et en stade 3, et que leurs proportions augmentent avec la durée de vie (cf. Figure 5.9). L'ensemble de ces études montre donc que l'amorçage des fissures de fatigue commence très tôt, continue tout au long de la durée de vie, et qu'une grande partie de cette dernière correspond à de la propagation de fissures.

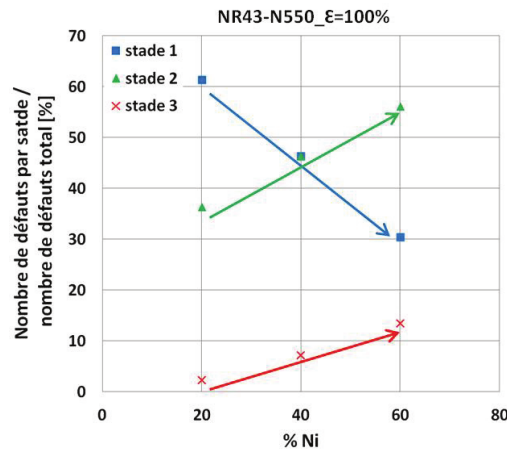


FIGURE 5.9 – Nombre de fissures dans chaque stade d'amorçage et de début de propagation (en pourcentage du nombre de fissures total) dans des éprouvettes AE2 en NR renforcé au noir de carbone pour le niveau 100% de déformation nominale principale maximale en fonction de l'avancement de l'essai de fatigue (Masquelier, 2014).

Au final, le scénario d'endommagement du NR, sur la même géométrie d'éprouvette AE2 que celle utilisée dans ces travaux de thèse, peut se résumer de la manière suivante :

- L'amorçage de fissures en stade 1 peut se faire dès les premiers cycles de fatigue ;
- A partir de 20% de la durée de vie moyenne, il existe déjà des fissures en stade 3 ;
- Le nombre de fissures augmente tout au long de la durée de vie jusqu'à atteindre quelques centaines voire milliers ;
- La propagation et la coalescence de plusieurs fissures finissent par mener à la rupture de la pièce testée.



#### 5.1.4 Influence de la taille des défauts sur les durées de vie en fatigue

Quelques études montrent un lien entre la taille des défauts pilotant la rupture et la durée de vie en fatigue des éprouvettes élastomères. Dans tous les cas, ce lien est établi en changeant la formulation du matériau de référence pour obtenir différentes populations de défauts. Par exemple, Abraham *et al.* (2005b) introduisent 10 phr de billes de verre dans un EPDM renforcé au noir de carbone. Différents diamètres de billes de verre sont incorporés à la formulation, et les résultats en fatigue sont présentés sur la Figure 5.10. Cette dernière représente la contrainte nominale appliquée en fonction du nombre de cycles à rupture pour trois matériaux différents : le matériau de référence, et deux matériaux avec la même formulation de référence et un ajout de billes de verre de diamètres 35  $\mu\text{m}$  et 203  $\mu\text{m}$ . Pour chaque niveau de chargement testé, les durées de vie associées au matériau de référence sont les plus longues, puis vient le matériau avec les billes de verre de 35  $\mu\text{m}$  et enfin celui avec les billes de verre de 203  $\mu\text{m}$ . Cela montre donc que plus les défauts sont gros, plus la durée de vie en fatigue est courte.

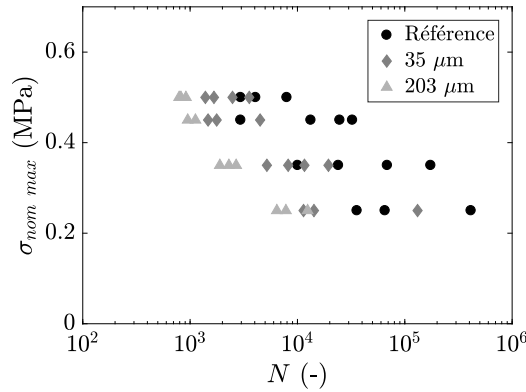


FIGURE 5.10 – Courbes de Wöhler de trois EPDM avec des populations de défauts différentes : un matériau de référence, un autre avec un ajout de 10 phr de billes de verre de 35  $\mu\text{m}$  de diamètre et un dernier avec un ajout de 10 phr de billes de verre de 203  $\mu\text{m}$  de diamètre, retracé d'après (Abraham *et al.*, 2005b).

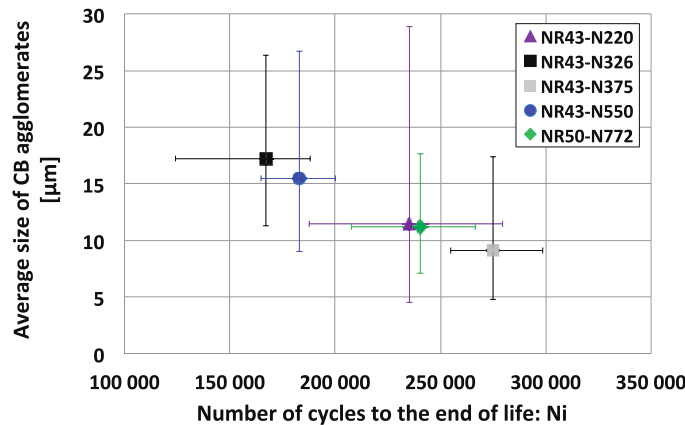


FIGURE 5.11 – Courbes représentant les tailles moyennes des agglomérats de noir de carbone responsables de l'amorçage de fissures de fatigue en fonction du nombre de cycles à la fin de vie pour des éprouvettes AE2 en NR (Huneau *et al.*, 2016).

Par ailleurs, dans les travaux de Huneau *et al.* (2016), différents matériaux sont obtenus en faisant varier le type de noir de carbone utilisés dans la formulation d'un NR. Cela permet de changer la population de défauts naturellement présents dans les matériaux.

Grâce à l'analyse de l'endommagement de ces derniers, les tailles des agglomérats de noir de carbone pilotant les ruptures en fatigue sont mesurées. Lorsque ces tailles sont mises en relation avec le nombre de cycles à la fin de vie des éprouvettes AE2, il est montré que plus les défauts activant des fissures sont gros, plus les durées de vie sont courtes (cf. Figure 5.11). Ces résultats confirment donc ceux de Abraham *et al.* (2005b) mais pour une matrice et des défauts différents.

#### Bilan de la section 5.1

Pour conclure, cet état de l'art sur l'endommagement en fatigue des élastomères a permis de présenter les potentiels sites d'amorçages de fissures de fatigue recensés dans la littérature. Ensuite, les différents mécanismes d'endommagement qui leur sont associés ont été décrits, et les scénarios d'endommagement de l'EPDM et du NR détaillés. Enfin, l'influence de la taille des défauts sur les durées de vie en fatigue des élastomères a été abordée. Cette section a mis en évidence le manque d'études sur le suivi de l'endommagement en fatigue de l'EPDM, surtout en comparaison avec le NR. De plus, la grande différence entre ces deux matériaux semble se situer dans les scénarios d'endommagement en fatigue, les sites d'amorçages et les mécanismes d'endommagement étant comparables pour un grand nombre de matrices élastomères.

## 5.2 Procédures expérimentales développées pour étudier l'endommagement en fatigue de l'EPDM\_S

Une des manières d'analyser l'endommagement en fatigue d'une pièce est d'effectuer des essais interrompus. L'idée est d'arrêter l'essai à plusieurs reprises avant la rupture finale et d'effectuer des observations de la pièce. Les moyens utilisés pour réaliser ces dernières peuvent être très variés (appareil photo, caméra haute résolution, MEB, tomographe, etc.). Dans ce chapitre, seul le matériau EPDM\_S est testé. Les essais de fatigue sont effectués sur un banc de fatigue hydraulique à Vibracoustic Nantes. Le rapport de charge est de  $R = 0$ . Seul le niveau de chargement  $\varepsilon_{max} = 200\%$  est étudié. La fréquence mécanique est de  $f = 1,5$  Hz. Le critère de fin de vie utilisé est la chute de la raideur effective (Ostoja-Kuczynski *et al.*, 2003).

Comme suggéré par la partie II, l'utilisation de la durée de vie moyenne comme référence pour arrêter l'essai n'est pas pertinente à cause de la grande dispersion des résultats en fatigue. Il n'est donc pas possible d'effectuer le même protocole que Masquelier (2014) sur des NR. C'est pourquoi dix éprouvettes AE2 sont sélectionnées, et l'endommagement de ces dernières est suivi jusqu'à leur rupture finale. De cette manière, les observations réalisées peuvent être reliées à la durée de vie de chaque éprouvette. Pour cela, les essais de fatigue sont régulièrement interrompus, et la surface des AE2 est observée au MEB à chaque interruption. Dans le but de rendre les fissures visibles, les éprouvettes sont étirées de 3 mm pendant les observations, ce qui correspond à une déformation maximale de  $\varepsilon_{max} = 50\%$ . Afin de ne pas manquer la rupture d'une éprouvette, le nombre de cycles entre chaque interruption est de  $N_{interruption} = \frac{N_p \text{ macro}}{2} = 1\ 050$  cycles, à ce niveau de chargement (cf. chapitre 3). De cette manière, au moins une observation est faite entre la fin de vie  $N_i$ , où l'endommagement est supposé visible, et la rupture finale  $N_f$ . La procédure globale est schématisée sur la Figure 5.12.

Par ailleurs, les observations MEB pouvant potentiellement détériorer le matériau, une attention particulière est portée aux paramètres d'acquisition afin de limiter au maximum tout endommagement parasite (cf Tableau 2.2).

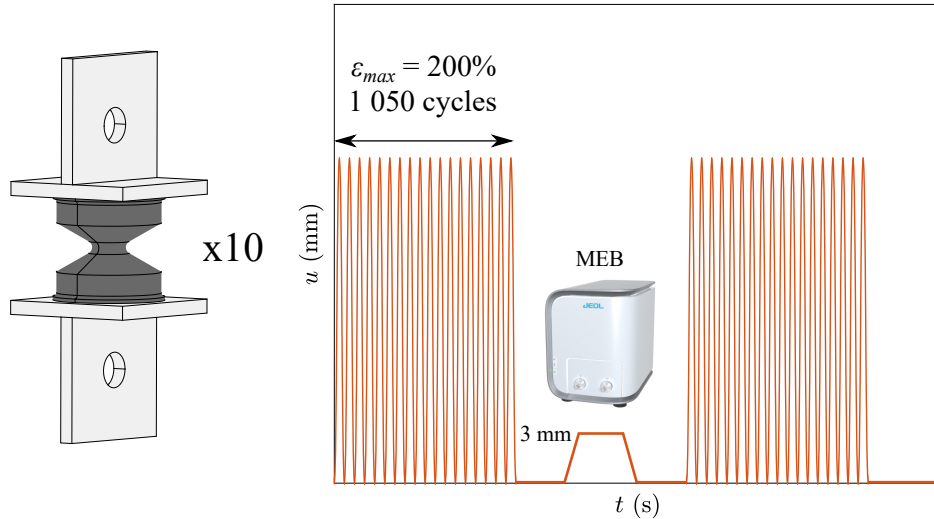


FIGURE 5.12 – Schématisation de la procédure d'essais de fatigue interrompus.

### 5.3 Résultats de l'analyse de l'endommagement en fatigue de l'EPDM\_S

Les résultats de ce chapitre se répartissent dans quatre sections. La première caractérise les défauts identifiés comme responsables de l'amorçage de fissures de fatigue dans l'EPDM de cette étude. La deuxième décrit les différents mécanismes d'amorçage et de début de propagation observés autour de ces derniers. La troisième propose un scénario d'endommagement global en fatigue pour cet EPDM. La quatrième présente l'influence de la taille des défauts sur la tenue en fatigue.

#### 5.3.1 Sites d'amorçage de fissures de fatigue dans l'EPDM\_S

Deux grandes familles de défauts sont responsables de l'amorçage de fissures de fatigue dans l'EPDM\_S : les **inclusions** et la **bavure**. Les inclusions sont des agglomérats des ingrédients de la formulation de l'élastomère, ils sont donc intrinsèquement présents dans le matériau avant moulage. La bavure quant à elle est un défaut de moule lié au procédé de fabrication. Les détails géométriques et microstructuraux de ces deux familles sont donnés dans les deux sections suivantes.

##### 5.3.1.1 Inclusions liées à la formulation de l'EPDM\_S

Parmi les inclusions, deux groupes sont identifiés comme responsables de l'amorçage de fissures de fatigue dans l'EPDM\_S : les **oxydes de zinc** (cf. Figure 5.13a) et les **inclusions dites carbonées** (cf. Figure 5.13b) dont les noms sont expliqués par la suite. La confirmation de leur nature chimique est faite grâce à une analyse EDS sur les faciès de rupture. Les caractéristiques de chaque groupe sont détaillées dans la suite de cette section.

Les agglomérats d'oxydes de zinc sont facilement reconnaissables par leur morphologie. En effet, comme on peut le voir sur la Figure 5.14a, on les distingue aisément du reste de la matrice élastomère. De plus, ils sont optiquement blancs, ce qui permet de les identifier à la loupe binoculaire si leurs dimensions le permettent. La Figure 5.14b montre le spectre EDS de l'inclusion de la Figure 5.14a. Sur celui-ci apparaissent les pics caractéristiques des éléments carbone, oxygène, soufre et zinc. La quantification de ces éléments est donnée dans le Tableau 5.1. Le fait que le zinc et l'oxygène soient dans des proportions

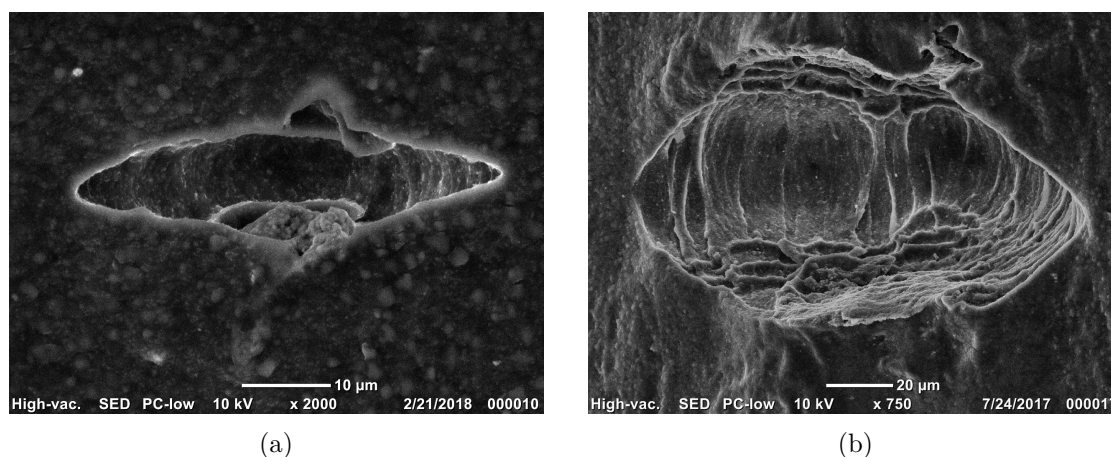


FIGURE 5.13 – Fissures de fatigue amorcées dans des éprouvettes AE2 en EPDM\_S par (a) un agglomérat d'oxyde de zinc et (b) une inclusion carbonée.

atomiques comparables confirme la présence d'oxyde de zinc (ZnO) dans ces agglomérats. En revanche la présence de carbone en si grande quantité (63%) est très surprenante. S'il s'agissait de noir de carbone, l'agglomérat ne serait pas optiquement blanc, son origine est donc inconnue. Parmi les oxydes de zinc responsables de l'amorçage d'une fissure de fatigue, l'ordre de grandeur de leurs dimensions est d'une dizaine de micromètres pour les plus petits comme on peut le voir sur la Figure 5.13a, jusqu'à une centaine de micromètres pour les plus gros (cf. Figure 5.14a).

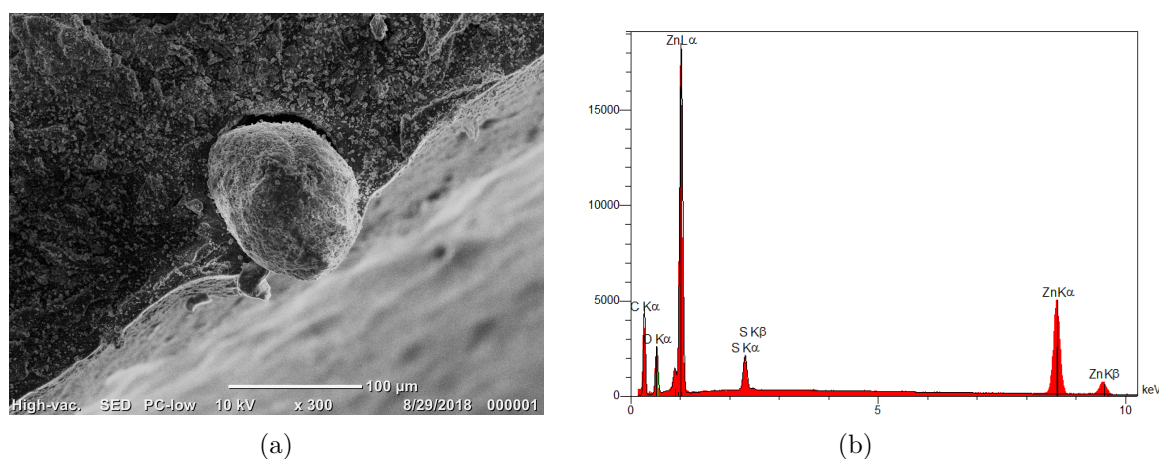


FIGURE 5.14 – (a) Cliché MEB d'un agglomérat d'oxyde de zinc sur un faciès de rupture d'une éprouvette AE2 d'EPDM\_S et (b) son spectre EDS.

Élément	% massique	% atomique
C	34,48	62,92
O	13,68	18,75
S	2,72	1,86
Zn	49,12	16,47

Tableau 5.1 – Quantification des éléments chimiques contenus dans un agglomérat d'oxyde de zinc.

Concernant le groupe des inclusions carbonées, il se compose d'agglomérats possédant quelques caractéristiques communes, mais qu'il a été impossible de différencier clairement. Ils ont une composition chimique riche en carbone et ils sont optiquement noirs. Un cliché MEB représentant une de ces inclusions est donné sur la Figure 5.15a, et le spectre EDS associé à cette dernière est présenté sur la Figure 5.15b. La quantification des éléments chimiques est donnée dans le Tableau 5.2. On remarque la grande proportion atomique du carbone (environ 85%), ainsi que certaines traces d'éléments minéraux tels que le magnésium, le silicium, le calcium et le potassium. La présence et les quantités de ces derniers varient d'un agglomérat à l'autre, et aucune tendance particulière n'a pu être construite. Le groupe des inclusions carbonées est donc un groupe hétérogène constitué d'agglomérats riches en carbone. Parmi ceux responsables de l'amorçage d'une fissure de fatigue, l'ordre de grandeur de leurs dimensions est d'une dizaine de micromètres pour les plus petits et d'une centaine pour les plus gros. Ils sont donc de tailles comparables aux agglomérats d'oxyde de zinc observés dans ces essais.

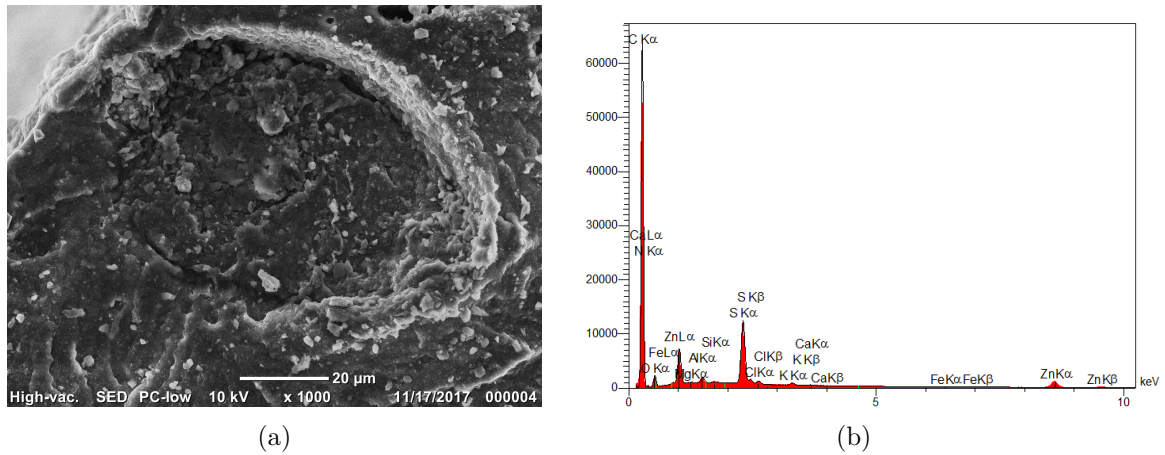


FIGURE 5.15 – (a) Cliché MEB d'une inclusion carbonée sur un faciès de rupture d'une éprouvette AE2 d'EPDM\_S et (b) son spectre EDS.

Élément	% massique	% atomique
C	75,83	85,80
N	4,44	4,31
O	7,13	6,05
Mg	0,03	0,02
Al	0,28	0,14
Si	0,05	0,03
S	4,57	1,94
Cl	0,37	0,14
K	0,28	0,10
Ca	0,11	0,04
Fe	0,14	0,03
Zn	6,78	1,41

Tableau 5.2 – Quantification des éléments chimiques contenus dans une inclusion carbonée.

### 5.3.1.2 Bavures de moulage liées au procédé de fabrication des éprouvettes AE2

Les observations effectuées dans ce chapitre permettent de confirmer le fait que la bavure est un potentiel site d'amorçage de fissures de fatigue pour l'EPDM\_S sur les géométries d'éprouvettes AE2 testées dans ce travail de thèse (cf. Figure 5.16).

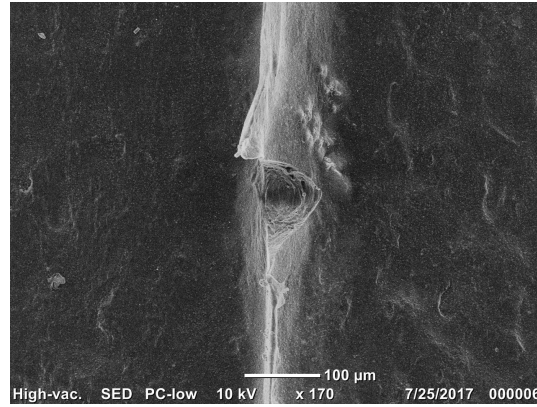


FIGURE 5.16 – Fissure de fatigue qui s'est amorcée à partir de la bavure d'une éprouvette AE2 du matériau EPDM\_S.

De plus, une description géométrique détaillée de ce défaut est ici proposée. Tout d'abord, vue de face, la bavure apparaît simplement comme un surplus de matière dans la zone correspondant à la fermeture des deux parties du moule (cf. Figure 5.17a). En revanche, les dimensions caractéristiques de ce défaut ne sont pas mesurables dans ce plan d'observation. Lorsqu'une coupe est effectuée dans un plan perpendiculaire à cette bavure, deux régions bien distinctes sont identifiées : le **pied de la bavure** et le **film de la bavure** (cf. Figure 5.17b). Le pied de la bavure correspond à une zone de transition entre la géométrie de l'éprouvette et le film de la bavure. Ce film est quant à lui le fruit de l'écoulement de la matière dans l'espace subsistant entre les deux demi-coques du moule malgré sa fermeture. Sur les éprouvettes AE2 utilisées dans ce travail de thèse, l'épaisseur du film de la bavure est de l'ordre de 10 μm.

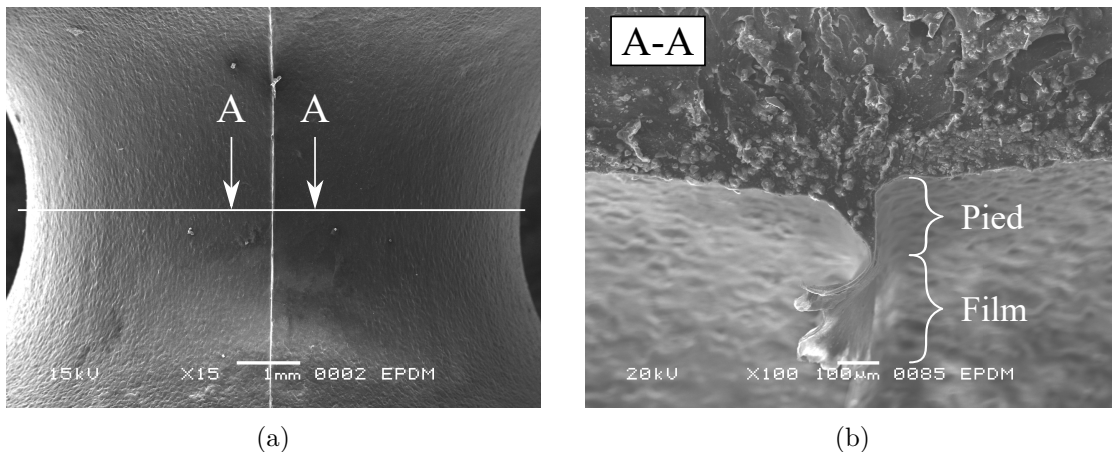


FIGURE 5.17 – Clichés MEB de la bavure d'éprouvettes AE2 en EPDM\_S (a) de face et b) en coupe.

Si une vue de profil est maintenant réalisée, alors l'évolution tridimensionnelle des dimensions du pied et du film de la bavure est visible. Il est remarquable de voir que certaines zones n'ont presque aucun film de bavure tandis que d'autres présentent un film



allant jusqu'à plusieurs centaines de micromètres de long (cf. Figure 5.18). Les variations géométriques des pieds de bavure sont plus délicates à obtenir avec ce type d'observation au MEB. Une caractérisation tridimensionnelle est toutefois possible grâce à la tomographie. Ces résultats seront présentés dans le chapitre 8 traitant spécifiquement de la bavure et de son impact sur les durées de vie en fatigue.

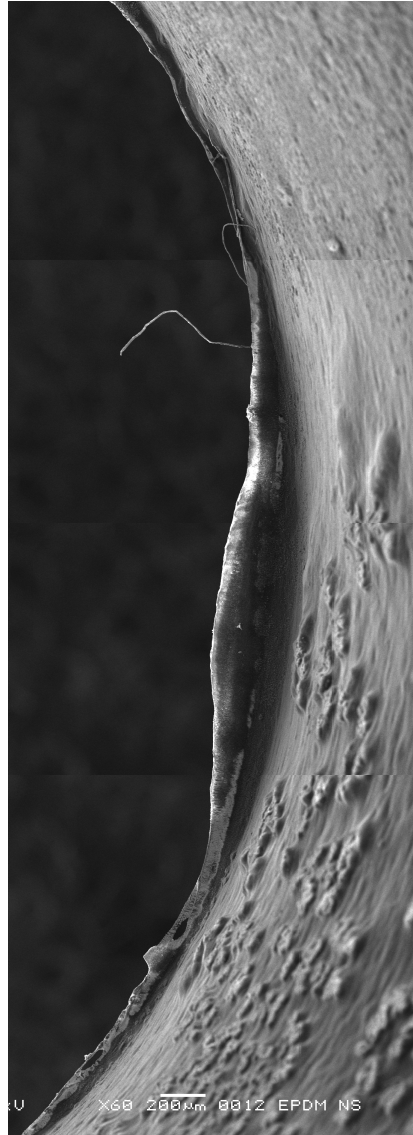


FIGURE 5.18 – Cliché MEB de la bavure d'une éprouvette AE2 d'EPDM\_S de profil.

Il est essentiel de préciser que le procédé de fabrication des éprouvettes AE2 a été optimisé pour que les dimensions de la bavure de moulage soient les plus petites possibles. Pour ce faire, l'étanchéité de la cavité de moulage est maximisée de sorte que même le « coupe-gomme » n'est pas rempli (cf. Figure 5.19). Cette partie du moule correspond à une zone en périphérie de la cavité de moulage qui permet de collecter les fuites dans un réservoir pour ensuite réaliser un ébavurage manuel. Cette étape consiste à couper le film de la bavure en appliquant une force de traction sur ce coupe-gomme. En pratique, sur les pièces séries, ce dernier est rempli et l'ébavurage manuel conduit à des résidus de films de bavure aléatoires et de dimensions supérieures à celles des bavures des éprouvettes AE2 de ce travail de thèse.

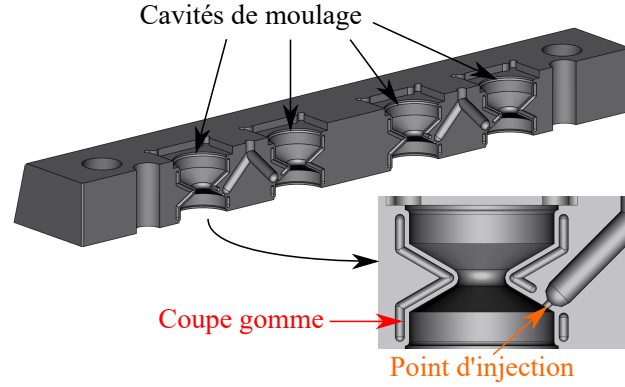


FIGURE 5.19 – Vue numérique du moule AE2 utilisé dans ces travaux de thèse et illustration du coupe gomme et du point d'injection.

### 5.3.2 Mécanismes d'amorçage et de début de propagation des fissures de fatigue dans l'EPDM\_S

Les sites d'amorçages de fissures de fatigue ayant été clairement identifiés dans la section précédente, il s'agit maintenant d'analyser les mécanismes d'endommagement autour de ces derniers. Par la suite, chaque type de défaut est traité séparément. Pour la frontière entre le stade 2 et le stade 3, le même critère que Masquelier (2014) est utilisé, c'est-à-dire lorsque la longueur de la fissure est supérieure à trois fois la taille du défaut qui en est à l'origine.

#### 5.3.2.1 Mécanismes d'endommagement liés aux inclusions présentes dans l'EPDM\_S

Pour les oxydes de zinc, le mécanisme de décohésion semble nettement dominer. En effet, pour les dix éprouvettes AE2 testées, seul celui-ci a été observé sur les 14 fissures issues de ce défaut. Les observations régulières permettent en plus de retrouver les différents stades de ce mécanisme décrit dans l'état de l'art :

- Stade 1 : décohésion entre l'inclusion et la matrice (cf. Figure 5.20a) ;
- Stade 2 : ouverture sur les côtés et propagation microscopique (Figure 5.20b) ;
- Stade 3 : propagation dans la matrice élastomère (Figure 5.20c).

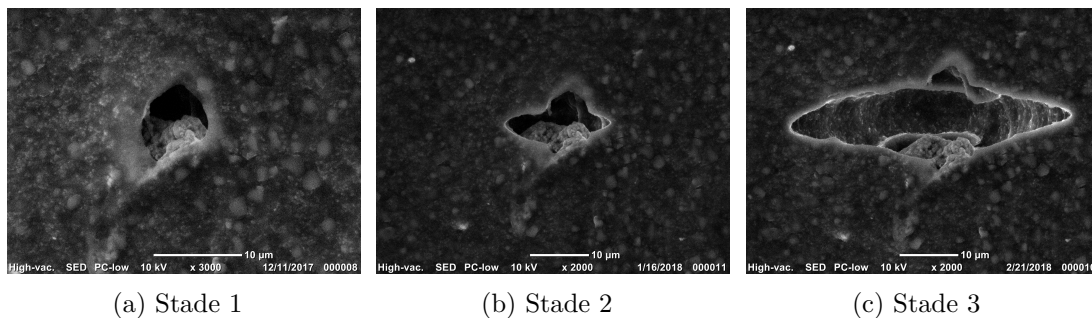


FIGURE 5.20 – Cliché MEB des différents stades d'amorçage et de début de propagation de fissures autour d'un agglomérat d'oxyde de zinc dans l'EPDM\_S (a) stade 1 : décohésion aux pôles, (b) stade 2 : ouverture sur les côtés et (c) stade 3 propagation dans la matrice élastomère.



Pour les inclusions carbonées, seul le mécanisme de rupture d'inclusion a été observé sur les 26 fissures issues de ce défaut. Les différents stades de l'amorçage et de la propagation de fissures de fatigue sont décrits sur la Figure 5.21 :

- Stade 1 : rupture de l'inclusion (cf. Figure 5.21a) ;
- Stade 2 : ouverture sur les côtés et propagation microscopique (cf. Figure 5.21b) ;
- Stade 3 : propagation dans la matrice élastomère (cf. Figure 5.21c).

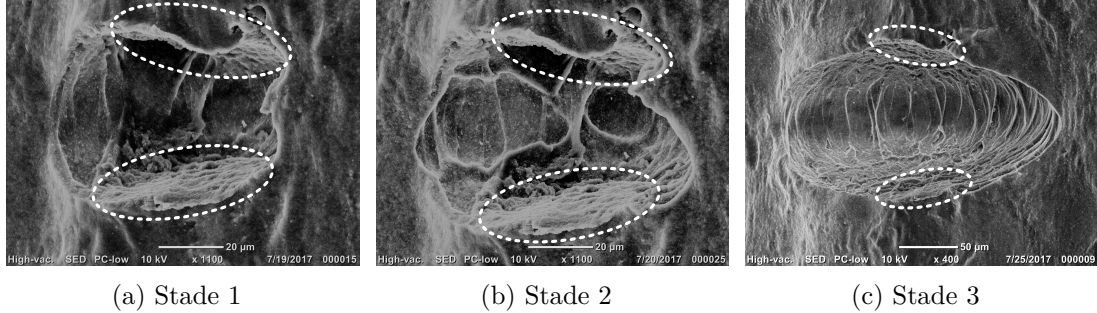


FIGURE 5.21 – Clichés MEB des différents stades d'amorçage et de début de propagation de fissures autour d'une inclusion carbonée dans l'EPDM\_S (a) stade 1 : rupture de l'inclusion, (b) stade 2 : ouverture sur les côtés et (c) stade 3 : propagation dans la matrice élastomère.

Toutefois, les observations MEB effectuées dans ce chapitre sont uniquement surfaciques. Or, il est tout à fait possible que d'autres mécanismes d'endommagement en fatigue existent dans le volume de l'éprouvette AE2. Par exemple, Le Gorju Jago (2012) observe des mécanismes de cavitation, et Masquelier (2014) des ruptures d'inclusions sur des agglomérats d'oxyde de zinc. Par ailleurs, Le Cam *et al.* (2013) identifient des mécanismes de cavitation, et Masquelier (2014) de décohésion sur des agglomérats de noir de carbone. Ainsi, des mécanismes différents peuvent être observés pour un même type d'inclusion dans d'autres élastomères.

Quoi qu'il en soit, il apparaît que les mécanismes d'amorçage et de début de propagation de fissures de fatigue autour des inclusions sont similaires à ceux observés sur d'autres matrices élastomères dans la littérature, notamment le NR. En revanche ces mécanismes ne sont pas nécessairement les mêmes d'un matériau à l'autre pour un type d'inclusion donné.

### 5.3.2.2 Mécanismes d'endommagement liés aux bavures des éprouvettes AE2

Pour la bavure, trois mécanismes d'amorçage sont identifiés. De la même manière que pour les inclusions, ces mécanismes peuvent être séparés en trois stades : le premier stade pour l'activation du défaut, le deuxième pour la propagation microscopique, et le troisième pour la phase de propagation d'une fissure de taille trois fois supérieur au défaut qui en est à l'origine.

Le premier mécanisme est illustré sur la Figure 5.22. Il s'agit d'un amorçage de fissure localisé au niveau d'une forte variation de longueur du film de la bavure. Au premier stade, le film se déchire (cf. Figure 5.22a), au deuxième stade la fissure se propage dans le pied de la bavure (cf. Figure 5.22b), enfin, au troisième stade, la fissure se propage dans l'éprouvette (cf. Figure 5.22c). Sur les 7 fissures identifiées sur ce défaut, 4 suivent ce mécanisme. Il est donc prépondérant par rapport aux deux suivants.

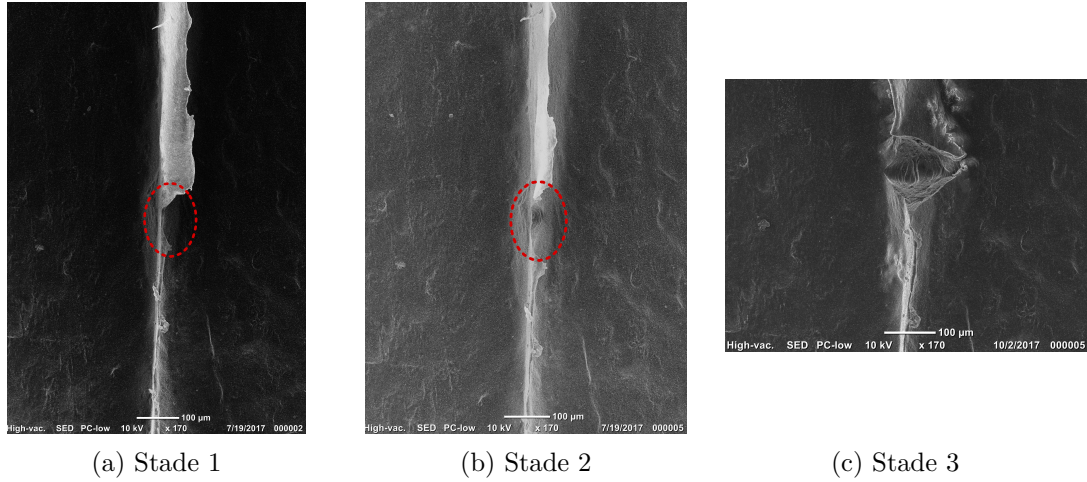


FIGURE 5.22 – Mécanisme 1 d'amorçage de fissure de fatigue au niveau d'une variation de longueur de film de bavure d'une éprouvette AE2 en EPDM\_S (a) stade 1 : déchirure du film de la bavure, (b) stade 2 : propagation dans le pied de la bavure et (c) stade 3 : propagation dans l'éprouvette.

Le deuxième mécanisme observé est un déchirement du film de la bavure (cf. Figure 5.23). Cette fois-ci, le déchirement n'est plus localisé au niveau d'une forte variation de la longueur du film, mais dans une zone où le film est long (cf. Figure 5.23a). Les deuxième et troisième stades sont les mêmes que pour le premier mécanisme : propagation dans le pied de la bavure (cf. Figure 5.23b) puis propagation dans le volume de l'éprouvette (cf. Figure 5.23c). Sur les 7 fissures identifiées sur ce défaut, 1 seule suit ce mécanisme.

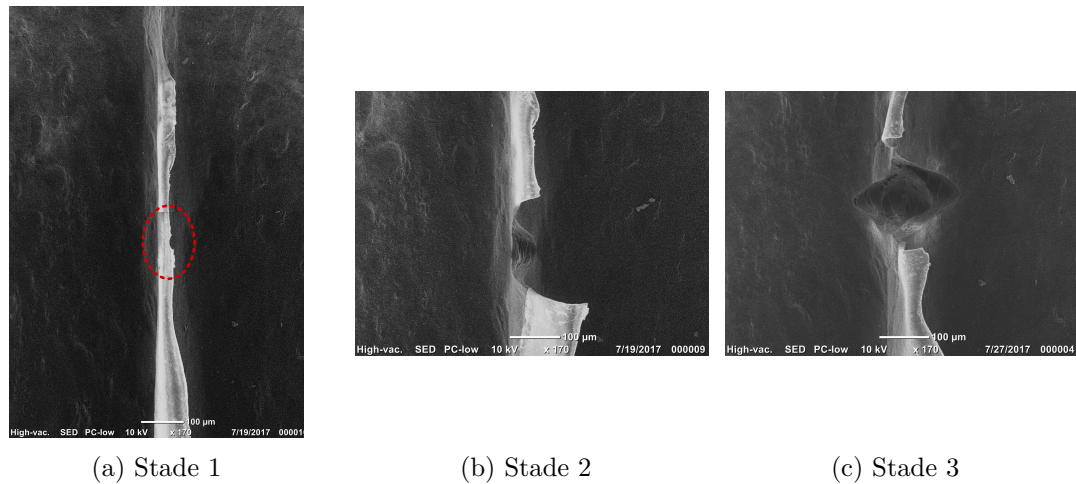


FIGURE 5.23 – Mécanisme 2 d'amorçage de fissure de fatigue par déchirement du film de la bavure d'une éprouvette AE2 en EPDM\_S (a) stade 1 : déchirure du film de la bavure, (b) stade 2 : propagation dans le pied de la bavure et (c) stade 3 : propagation dans l'éprouvette.

Enfin, le dernier mécanisme observé semble lié à la présence d'une inclusion dans le pied de la bavure (cf. Figure 5.24a et Figure 5.24b). La bavure correspondant à une zone d'écoulement de la matière dans le moule, des inclusions peuvent rester bloquées dans cette région par un effet « entonnoir ». La nocivité de celles-ci peut alors se retrouver accrue de par la complexité de la géométrie de la bavure et des champs mécaniques locaux induits par cette dernière. Sur les 7 fissures identifiées sur ce défaut, 2 suivent ce mécanisme.

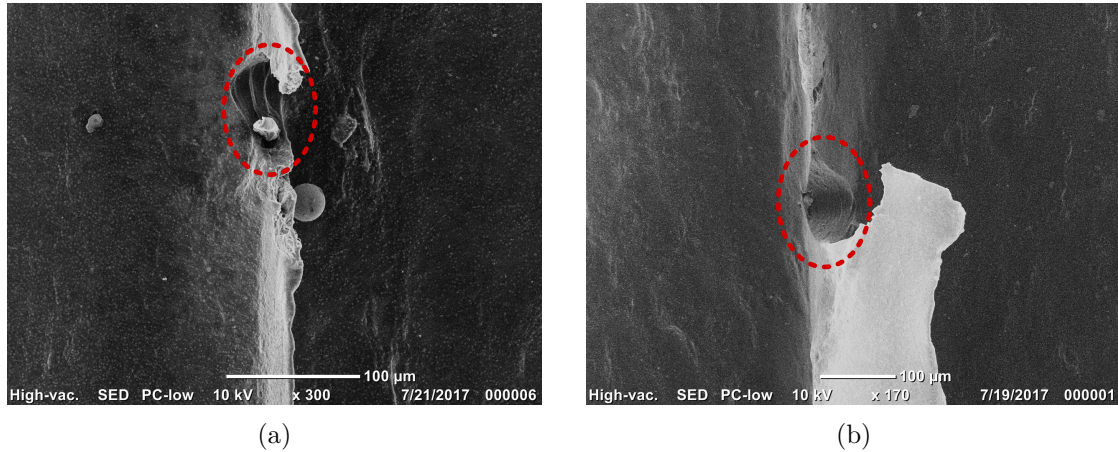


FIGURE 5.24 – Mécanisme 3 d’amorçage de fissure de fatigue causé par une inclusion bloquée dans le pied de la bavure d’une éprouvette AE2 en EPDM\_S a) exemple 1 et b) exemple 2.

Ainsi, la procédure utilisée dans ce chapitre a permis de décrire pour la première fois et de manière détaillée les différents mécanismes d’amorçage et de début de propagation de fissures de fatigue au niveau de la bavure de moulage. Les observations faites par Robisson (2000) sur un SBR et Masquelier (2014) sur un NR sont très semblables à celles montrées dans cette section, ce qui suggère que, de la même manière que pour les inclusions, les particularités du comportement en fatigue des matrices élastomères ne peuvent pas s’expliquer par les mécanismes d’endommagement à l’échelle des défauts. Dans la section suivante, les différentes étapes successives de l’endommagement en fatigue à l’échelle de l’éprouvette sont décrites : ce sont les **scénarios d’endommagement**.

### 5.3.3 Scénarios d’endommagement

#### 5.3.3.1 Analyse globale

Sur les dix éprouvettes AE2 testées, le même scénario d’endommagement est observé. Les résultats sont donc illustrés sur une éprouvette représentative de ce dernier sur la Figure 5.25. La durée de vie peut se décomposer de la manière suivante :

- A environ 30% de la durée de vie de l’éprouvette, quelques fissures en stade 1 et stade 2 sont visibles, aussi bien sur des inclusions que sur des parties de la bavure (cf. Figure 5.25a) ;
- Vers 40%, le nombre de fissures en stade 2 augmente et la propagation microscopique continue, certaines fissures passent en stade 3 (cf. Figure 5.25b) ;
- Vers 80% les fissures continuent de se propager (cf. Figure 5.25c) ;
- Une des fissures finit par se propager rapidement et mener à la rupture finale de l’éprouvette (Figure 5.25d).

La rupture de chaque éprouvette est finalement causée par la propagation d’une unique fissure, ce qui confirme l’analyse des faciès de rupture de Flamm *et al.* (2008) et Ismail *et al.* (2017) effectuée dans la section 5.1.3.1. Ainsi, malgré le multiple amorçage de fissures de fatigue sur les différents sites décrits dans les sections précédentes, un seul défaut par éprouvette pilote sa rupture. Ce défaut est par la suite appelé **défaut critique**. En comparaison, pour le NR, l’analyse de la littérature montre que l’endommagement en fatigue est réparti sur un grand nombre de défauts. Les fissures qui se sont amorcées se propagent lentement et interagissent les unes avec les autres pour finalement mener à la rupture finale par coalescence (Le Gorju Jago, 2012; Le Cam *et al.*, 2013; Masquelier, 2014; Huneau *et al.*, 2016). L’endommagement en fatigue du NR peut donc être qualifié

de « diffus » car un grand nombre de défauts contribue à la rupture des éprouvettes. Les scénarios d'endommagement du NR et de l'EPDM sont donc très différents. Cette analyse qualitative de la rupture de l'EPDM\_S est quantifiée dans la section suivante.

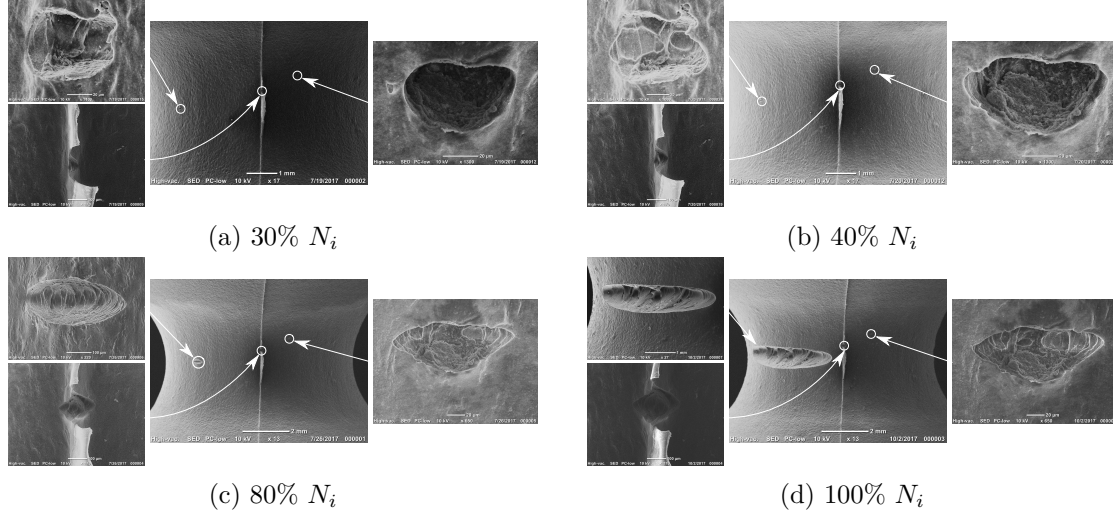


FIGURE 5.25 – Illustration du scénario d'endommagement en fatigue de l'EPDM\_S pour différentes phases de la durée de vie d'une éprouvette AE2.

#### 5.3.3.2 Analyse quantitative

La Figure 5.26 représente le nombre de cycles à la fin de vie des éprouvettes AE2 pour le niveau de chargement  $\varepsilon_{max} = 200\%$ . On rappelle que la fin de vie est définie par une chute significative de la raideur effective (Ostoja-Kuczynski *et al.*, 2003), ce qui correspond physiquement à la présence d'une fissure d'environ 1 mm à 2 mm sur la surface d'une AE2. Les points noirs sont les durées de vie des essais mécaniques de la partie II et les points rouges correspondent aux ruptures des éprouvettes utilisées pour les essais interrompus dans ce chapitre. Une de ces éprouvettes n'a pas été menée jusqu'à rupture pour des raisons de temps. Elle est représentée avec une flèche vers la droite pour indiquer que la vraie durée de vie est plus tardive. L'ensemble des analyses qui suivent sont donc faites sur les neuf autres éprouvettes. La courbe de la Figure 5.26 montre que les durées de vie des éprouvettes interrompues sont dans le bon ordre de grandeur, avec une dispersion d'environ une décade. En revanche, on remarque qu'elles sont globalement inférieures à celles des essais mécaniques de la partie II. Ce léger décalage pourrait s'expliquer par l'influence du protocole. En effet, le MEB est susceptible d'accélérer les cinétiques d'endommagement (Beurrot *et al.*, 2010). De plus, la prise en compte de la durée de vie de l'éprouvette qui n'a pas été menée jusqu'à rupture rapprocherait la durée de vie moyenne des essais interrompus de celle des essais de fatigue. Malgré ces effets, il est ici supposé que seules les cinétiques sont potentiellement influencées par le protocole, mais pas les mécanismes et scénarios d'endommagement.

Le nombre de fissures observées sur la surface des éprouvettes pendant les essais est quantifié sur l'histogramme de la Figure 5.27a. Celui-ci représente le nombre de fissures moyen sur des intervalles de pourcentage de durée de vie de 10%, en fonction du pourcentage de la durée de vie de chaque éprouvette. De cette manière, les résultats de toutes les éprouvettes sont superposés sur la même figure, et ce malgré la dispersion des résultats en fatigue. On remarque que les premières fissures sont observées à partir d'environ 20% de la durée de vie de l'éprouvette. Le nombre de fissures augmente tout au long de la

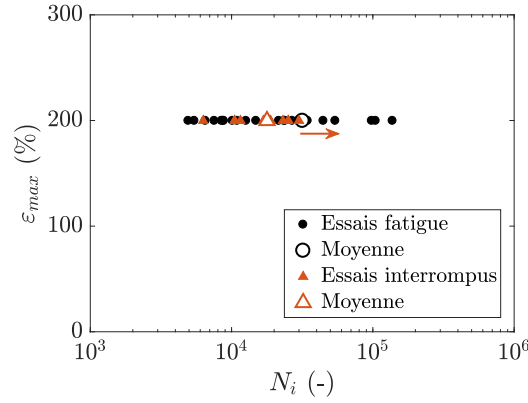


FIGURE 5.26 – Durées de vie en fatigue des éprouvettes AE2 en EPDM\_S interrompues en fatigue (triangles) et celles obtenues lors de l'établissement de la courbe de Wöhler réalisée au chapitre 3 pour le même niveau de chargement (ronds).

durée de vie jusqu'à atteindre en moyenne environ 4,5 fissures sur la surface à la fin de vie des éprouvettes. Au total, 47 fissures différentes ont été observées sur les dix éprouvettes testées. Il est remarquable de voir que ce nombre est très faible en comparaison avec les quelques centaines observées sur les mêmes géométries d'éprouvettes pour un NR (Masquelier, 2014). De plus, aucune coalescence de fissures n'a été constatée sur l'EPDM, ce qui peut être mis en relation avec la remarque précédente. En effet, comme il n'y a que très peu de fissures sur toute la surface de l'éprouvette, la probabilité qu'il y en ait deux suffisamment proches pour interagir est faible.

Pour aller plus loin dans l'analyse, les fissures peuvent être séparées suivant les trois stades d'amorçage et de début de la propagation qui ont été définis dans la section 5.3.2 pour les inclusions et les bavures. Il est rappelé que la frontière entre le stade 2 et le stade 3 est définie de la même manière que Masquelier (2014), c'est-à-dire lorsque la taille de la fissure est supérieure à trois fois la taille du défaut originel. L'histogramme de la Figure 5.27b représente le nombre moyen de fissures dans chaque stade sur des intervalles de pourcentage de durée de vie de 10% en fonction de la durée de vie des éprouvettes. Cette courbe montre tout d'abord que les premiers stades 1 sont observés dès 20% de la durée de vie. Par la suite, certaines fissures passent en stade 2, d'autres ne se propagent pas et restent en stade 1, et de nouveaux sites d'amorçage en stade 1 apparaissent. Toutefois, le nombre moyen de stade 1 décroît continuellement au cours de la durée de vie. Cela signifie que la plupart des stades 1 qui ont été observés au début de l'essai sont passés en stade 2. Les premières fissures en stade 2 sont quant à elles observées à partir de 30% de la durée de vie. Leur nombre semble augmenter puis se stabiliser vers la valeur moyenne de 1,5. Il est important de noter que de nombreuses fissures ont été observées directement en stade 2, le stade 1 de ces dernières ayant été manqué. Ainsi, l'évolution du nombre de stade 1 sur la Figure 5.27b est sûrement biaisée, car l'observation des fissures en stade 1 est très délicate. En réalité, il y a création de fissures tout au long de l'essai de fatigue. En se propageant, les fissures en stade 2 finissent par passer en stade 3. Les premières sont observées dès 40% de la durée de vie. Leur nombre augmente ensuite tout au long de la durée de vie jusqu'à atteindre en moyenne la valeur de 2,7 fissures en stade 3 lorsque l'éprouvette est proche de la rupture, sachant qu'une seule est responsable de la fin de vie.



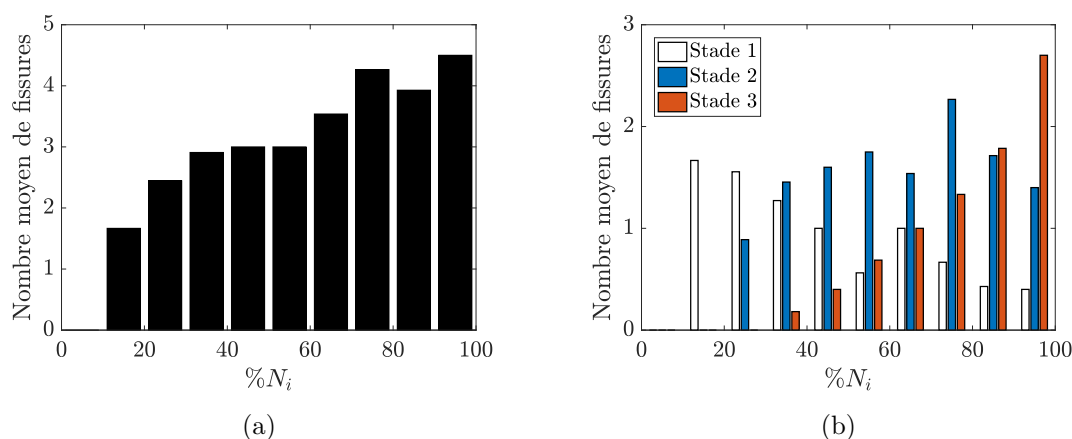


FIGURE 5.27 – Histogramme du nombre de fissures en fonction du pourcentage de la durée de vie des éprouvettes d'EPDM\_S (a) nombre de fissures total et (b) nombre de fissures dans chaque stade d'endommagement en fatigue.

Type de défaut	ZnO	Inclusion carbonée	Bavure
Nombre	14	26	7
Proportion	30%	55%	15%
Mécanisme	Décohésion	Rupture	Variation de longueur du film (4/7) Déchirure du film (1/7) Inclusion bloquée dans le pied (2/7)

Tableau 5.3 – Nombre, proportion et mécanismes d'endommagement associés aux sites d'amorçage de fissures de fatigue observés sur les dix éprouvettes AE2 en EPDM\_S testées.

Pour les 47 fissures observées sur les dix éprouvettes AE2, le Tableau 5.3 référence les types de défauts qui en sont à l'origine. On voit alors que 85% des fissures sont dues aux inclusions, avec 30% sur des oxydes de zinc et 55% sur des inclusions carbonées. Les fissures restantes sont localisées sur la bavure de moulage. Pour ce qui est des mécanismes d'endommagement, il semble que la décohésion soit prépondérante pour les oxydes de zinc. Cela signifie que, pour l'EPDM\_S, les forces d'adhésion de ces inclusions avec la matrice sont relativement faibles et inférieures à leur cohésion interne. Pour les inclusions carbonées, seules des ruptures ont été observées. Cela traduit de bonnes propriétés d'adhésion avec la matrice et une cohésion interne plus faible. Ces observations sont différentes de celles effectuées par Masquelier (2014) sur un NR, où le mécanisme dominant pour les agglomérats de noir de carbone semble être la décohésion. Cela pourrait être le signe d'une meilleure adhésion entre les inclusions carbonées et la matrice EPDM. Enfin, pour les bavures, le mécanisme d'endommagement localisé sur une zone de forte variation de la longueur du film de la bavure semble être dominant.

La courbe de la Figure 5.28 représente le pourcentage de la durée de vie de l'éprouvette en fonction des stades d'amorçage et de début de propagation de la fissure critique uniquement. Comme le passage de l'état non endommagé, appelé stade 0, au stade 1 est très délicat à observer avec la procédure appliquée ici, le nombre de cycles passé en stade 0+1 est utilisé. Il est alors montré qu'en moyenne, pour le défaut critique, environ 40% de la durée de vie est passé en stade 0+1, 20% en stade 2 et 40% en stade 3.

Par ailleurs, le choix est fait dans ces travaux de thèse de considérer que la phase d'amorçage se termine lorsque la propagation microscopique, c'est-à-dire le stade 2, débute. La phase de propagation s'étend alors du début du stade 2 jusqu'à la fin de vie. La frise de la Figure 5.29 illustre et résume les différentes étapes de la durée de vie d'une éprouvette AE2 en EPDM\_S. Ainsi, en moyenne pour l'EPDM\_S, au niveau de chargement  $\varepsilon_{max} = 200\%$  sur des éprouvettes AE2, environ 60% de la durée de vie est de la propagation, de l'état microscopique à la fin de vie, et la phase d'amorçage représente donc environ 40% de la durée de vie.

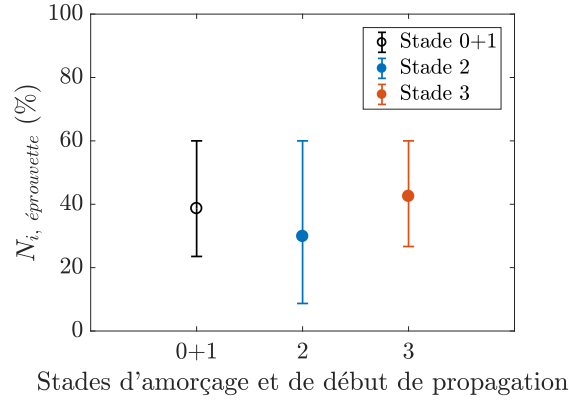


FIGURE 5.28 – Pourcentage de la durée de vie finale en fonction du stade d'amorçage et de début de propagation pour la fissure critique des éprouvettes AE2 en EPDM\_S.

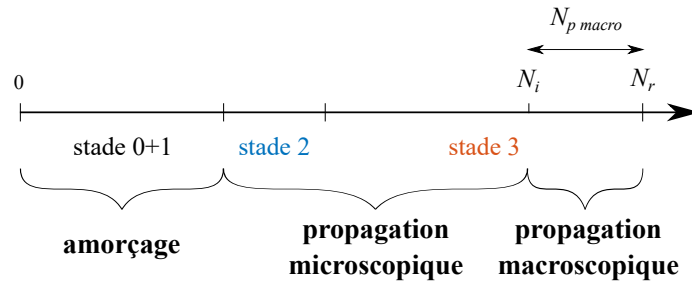


FIGURE 5.29 – Frise représentant les différentes étapes de la durée de vie de la fissure critique d'une éprouvette AE2, et définition des termes amorçage et propagation dans ces travaux de thèse.

Ainsi, les analyses globales et quantitatives permettent de comprendre qu'il y a une compétition entre plusieurs défauts au sein d'une même éprouvette. Trois types de défauts semblent critiques vis-à-vis de la durée de vie en fatigue : les agglomérats d'oxydes de zinc, les inclusions carbonées et la bavure de moulage. Les mécanismes d'endommagement prépondérant associés à ces défauts sont respectivement la décohésion entre inclusion et matrice, la rupture d'inclusion et la grande variation de longueur du film de la bavure. Plusieurs de ces défauts sont responsables de l'amorçage de fissures de fatigue. Le nombre de fissures augmente tout au long de la durée de vie, mais finalement, une seule pilote la rupture de l'éprouvette. La section suivante cherche à estimer l'influence de la taille des défauts sur les nombres de cycles passés dans les différents stades d'amorçage et de début de propagation, et ce afin de mieux comprendre les caractéristiques qui rendent un défaut plus critique qu'un autre vis-à-vis de l'endommagement en fatigue.

#### 5.3.4 Influence de la taille des défauts

Grâce aux observations MEB réalisées, il est possible de mesurer la taille des défauts étant à l'origine des fissures de fatigue. Pour les inclusions, c'est la longueur dans la direction perpendiculaire à la direction de sollicitation qui est mesurée (cf. Figure 5.30a). Pour les bavures, c'est la largeur de la base du pied qui est choisie, ce qui correspond donc à la même direction que pour les inclusions (cf. Figure 5.30b). Ces mesures, bien qu'approximatives et perfectibles, permettent d'obtenir facilement un ordre de grandeur de la taille des défauts afin de les comparer les uns par rapport aux autres.

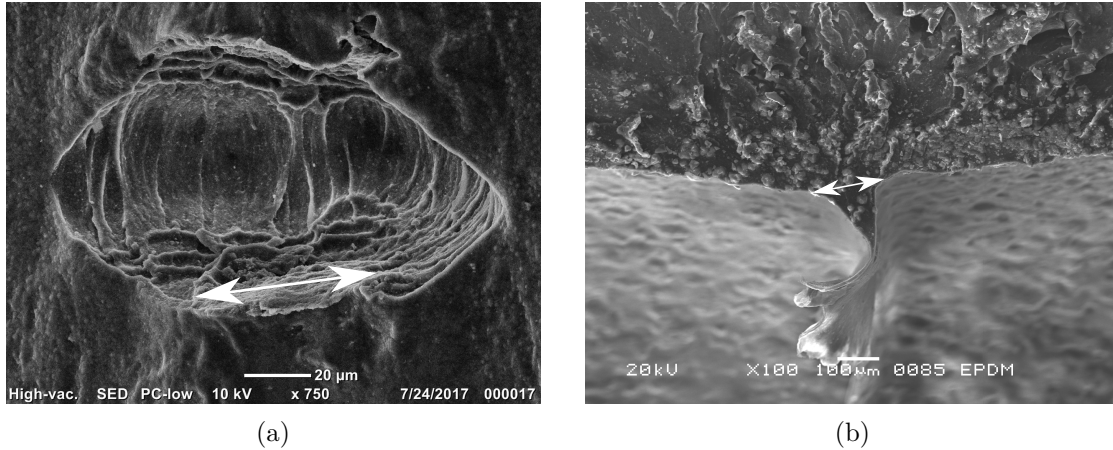


FIGURE 5.30 – Mesures de tailles des défauts dans l'EPDM\_S grâce aux photos MEB (a) pour les inclusions et (b) pour les bavures.

L'historgramme de la Figure 5.31 représente la taille des défauts responsables de l'amorçage de fissures de fatigue en fonction de l'éprouvette. Les barres rouges correspondent aux défauts ayant mené à la rupture finale. Cette figure montre principalement que pour chaque éprouvette, le défaut pilotant la rupture de ces dernières est toujours l'un des plus gros. Ainsi, la taille des défauts, bien que n'étant pas le seul facteur, semble être l'un des plus influents pour la rupture en fatigue d'éprouvettes et de pièces en EPDM. Il est intéressant de noter que l'éprouvette 5 n'a pas de défaut critique car c'est celle qui n'a pas été menée jusqu'à la rupture. On remarque que les défauts observés sur cette dernière sont en moyenne plus petits que ceux observés dans les autres éprouvettes, ce qui pourrait expliquer qu'elle n'ait pas rompue.

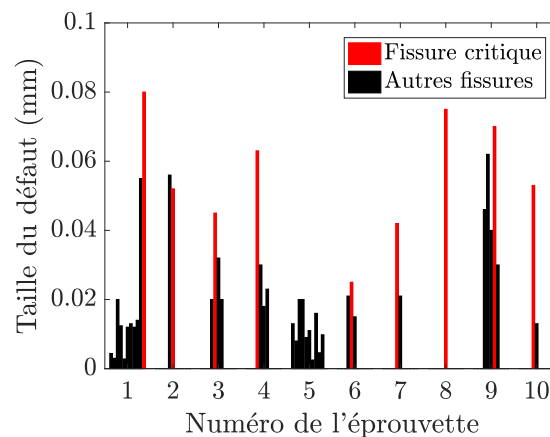


FIGURE 5.31 – Histogramme de la taille des défauts en fonction de l'éprouvette AE2 en EPDM\_S considérée.



Les nombres de cycles des différentes phases de la durée de vie sont ensuite tracés en fonction de la taille des défauts sur la Figure 5.32. Seuls ceux ayant menés à la rupture finale des éprouvettes sont considérés. Un code de formes est associé aux différents types de défauts : en rond les inclusions carbonées, en losange les oxydes de zinc et en triangle les bavures. La courbe de la Figure 5.32a montre l'évolution du nombre de cycles à **rupture** en fonction de la taille du défaut qui a mené à cette rupture. Une légère décroissance est observée lorsque la taille du défaut critique augmente. Autrement dit, plus le défaut qui pilote la rupture est gros, plus la durée de vie de l'éprouvette est courte. Ces conclusions vont donc dans le sens des résultats de Abraham *et al.* (2005b) et de Huneau *et al.* (2016). Par ailleurs, aucune tendance particulière n'est observée par rapport au type de défaut. Les proportions des différents types de défauts menant à la rupture des éprouvettes AE2 sont données dans le Tableau 5.4. Si l'on compare ces chiffres à ceux du Tableau 5.3, on remarque en particulier que les bavures qui ne représentent que 15% des fissures observées sur la surface, sont responsables de 33% des ruptures. Cela signifie que même si peu de fissures s'amorcent à partir de ce défaut, il est tout aussi critique que les inclusions sur les durées de vie en fatigue.

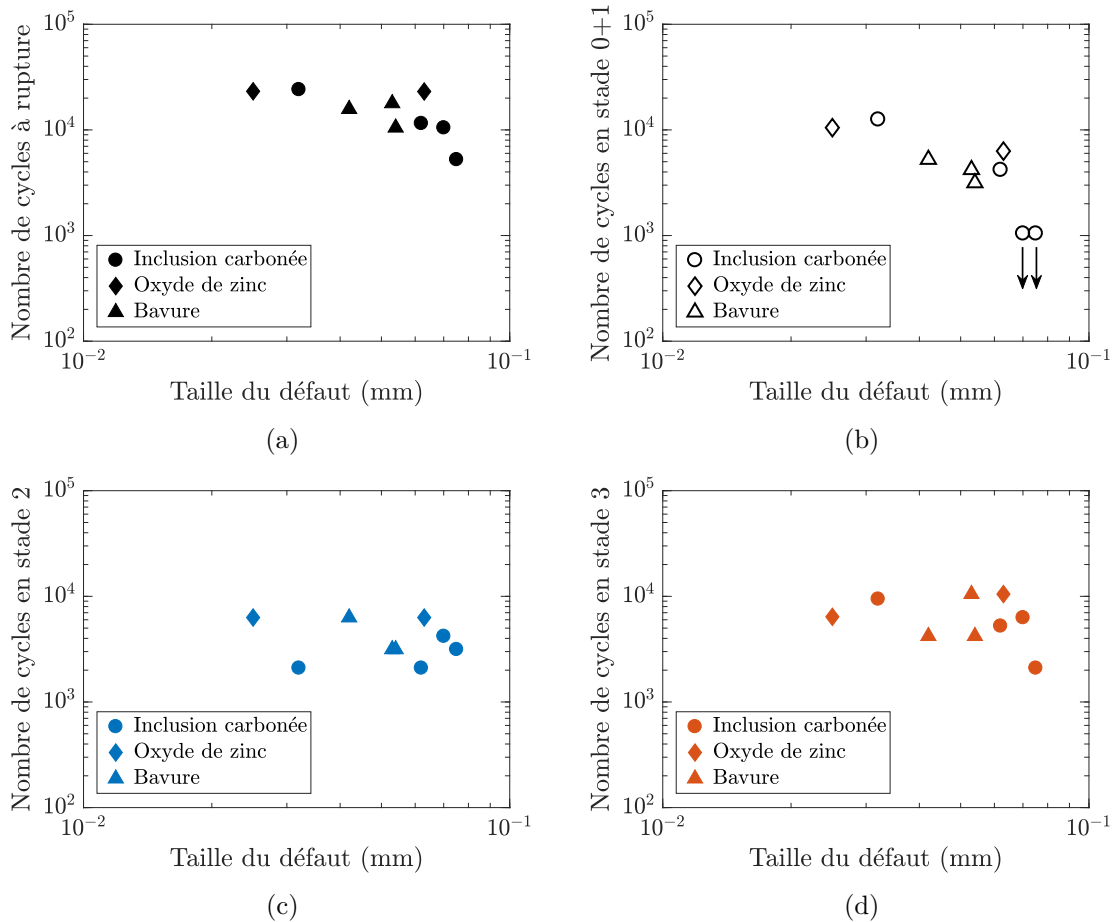


FIGURE 5.32 – Nombre de cycles passés dans les différents stades d'amorçage et de propagation en fonction de la taille du défaut uniquement pour les défauts critiques qui ont mené à la rupture sur éprouvettes AE2 en EPDM\_S (a) rupture finale, (b) stade 0+1, c) stade 2 et (d) stade 3.

Sur les Figures 5.32b, 5.32c et 5.32d sont respectivement tracés les nombres de cycles passés en stade 0+1, stade 2 et stade 3 des fissures ayant mené à la rupture finale des éprouvettes en fonction de la taille du défaut critique. Pour le stade 0+1, les deux flèches

vers le bas (pour les deux défauts les plus à droite) signifient que le stade 1 n'a pas pu être observé car les fissures étaient déjà en stade 2 lors de la première observation. Sur cette même courbe, on observe une augmentation claire du nombre de cycles passés en stade 0+1 lorsque la taille du défaut diminue. Cela signifie que plus le défaut pilotant la rupture de l'éprouvette est petit, plus le nombre de cycles nécessaire à l'**amorçage** d'une fissure de fatigue autour de ce défaut est grand. En comparaison, les Figures 5.32c et 5.32d montrent que le nombre de cycles passés en stade 2 et stade 3, correspondant à la phase de **propagation microscopique**, est peu influencé par la taille du défaut.

Ainsi, il apparaît que la taille du défaut semble avoir une grande influence sur le nombre de cycles à l'amorçage, c'est-à-dire du début de l'essai jusqu'à la fin du stade 1. En comparaison, le nombre de cycles pour la phase de propagation microscopique, c'est-à-dire l'ensemble des stades 2 et stades 3 jusqu'à la fin de vie  $N_i$ , semble peu influencé par la taille du défaut. De plus, le type (inclusion ou bavure) ou la nature chimique du défaut semble être de second ordre par rapport à la taille des défauts pour expliquer les durées de vie en fatigue.

Type de défaut	ZnO	Inclusion carbonée	Bavure
Nombre	2	4	3
Proportion	22%	44%	33%

Tableau 5.4 – Nombre et proportion des différents sites d'amorçage menant à la rupture finale des éprouvettes AE2 en EPDM\_S.

Finalement, au vu de ces résultats, une grande question demeure sans réponse : pourquoi si peu de fissures de fatigue sont observées sur la surface des éprouvettes AE2 EPDM en comparaison avec le NR ? Bien qu'il soit pour le moment impossible de trancher, il pourrait s'agir par exemple :

- De populations de défauts différentes, avec plus de gros défauts pour l'EPDM ;
- D'une vitesse de propagation de fissure de fatigue trop importante pour l'EPDM. Les fissures de fatigue s'amorçant en premier sur les plus gros défauts, cette grande vitesse pourrait empêcher d'autres fissures de s'amorcer par manque de temps ;
- De meilleures propriétés d'interface entre les inclusions et la matrice EPDM. Cela pourrait ralentir l'activation des défauts (passage du stade 0 au stade 1), et donc limiter l'amorçage de fissures de fatigue ;
- Enfin, l'EPDM présente une faible raideur (dureté ShA = 42), et par conséquent une faible énergie de déformation lorsqu'il est sollicité mécaniquement. Il est donc envisageable que cette énergie fournie à l'éprouvette soit insuffisante pour l'activation des défauts. A titre de comparaison, le NR étudié par Masquelier (2014) régulièrement utilisé pour discuter les résultats sur l'EPDM\_S de ce travail de thèse est chargé à 43 phr de noir de carbone et présente un dureté ShA = 62,5.

## 5.4 Conclusions

Pour conclure, dans ce chapitre, un état de l'art de l'endommagement en fatigue des élastomères a été réalisé à travers quatre grands axes : la description des sites d'amorçage, les différents mécanismes d'amorçage et de début de propagation, les scénarios d'endommagement, et finalement l'influence de la taille des défauts sur les durées de vie en fatigue. Cette partie bibliographique a permis de mettre en avant le fait que les défauts et leurs mécanismes d'amorçage et de début de propagation étaient comparables, quelle que soit la matrice élastomère considérée. Deux grandes familles de défauts se distinguent alors :

les défauts microstructuraux et les défauts géométriques liés au procédé. Malgré le peu d'études disponibles dans la littérature sur l'endommagement en fatigue de l'EPDM, il semble qu'un unique défaut pilote la rupture des éprouvettes. En comparaison, pour le NR, un grand nombre de fissures est responsable de la rupture des pièces. Cela suggère que les scénarios d'endommagement de ces deux matrices élastomères sont très différents.

Dans le but de mieux comprendre l'endommagement en fatigue de l'EPDM\_S de cette étude, des essais interrompus en fatigue ont été réalisés. Lors de ces derniers, dix éprouvettes AE2 ont été observées au MEB à intervalles réguliers tout au long de leur durée de vie en fatigue, et ce jusqu'à leur rupture finale.

Tout d'abord, trois sites d'amorçage différents ont été identifiés : des inclusions carbonées, des agglomérats d'oxyde de zinc et des bavures. Les deux premiers font partie de la catégorie des défauts microstructuraux, et le dernier est un défaut géométrique lié au procédé de moulage par injection. Une description morphologique et chimique a alors été proposée pour chacun de ces défauts.

Les mécanismes d'amorçage et de début de propagation associés à ces sites ont ensuite été décrits. Les trois stades définis par Masquelier (2014) pour un NR ont été retrouvés et adaptés dans le cas de l'EPDM. Les oxydes de zinc sont ici associés à un mécanisme de décohésion, et les inclusions carbonées à un mécanisme de rupture de l'inclusion. Pour ce qui est des bavures, trois mécanismes ont été observés et proposés. Le premier est lié à une variation de la longueur du film de bavure, le deuxième à une déchirure du film et le troisième à une inclusion bloquée dans le pied de la bavure. Les mécanismes sur inclusions sont comparables à ceux décrits dans la littérature sur d'autres matrices élastomères. Les mécanismes d'amorçage et de début de propagation de l'EPDM\_S ne font donc pas apparaître de différences avec les observations faites dans la littérature sur d'autres matrices élastomères. C'est pourquoi le scénario d'endommagement a été par la suite analysé.

De façon globale, très peu de fissures s'amorcent sur les éprouvettes en EPDM. Le nombre de fissures augmente tout au long de la durée de vie pour atteindre en moyenne 4,5 par éprouvette juste avant la rupture finale. En comparaison, l'ordre de grandeur du nombre de fissures observées pour la même géométrie d'éprouvette AE2 sur un NR est d'environ une centaine. Ce faible nombre pour l'EPDM\_S implique une faible probabilité d'interactions entre fissures. La coalescence de fissures de fatigue, pilotant la rupture du NR, n'a donc pas été observée dans le cas de l'EPDM\_S. Une des grandes particularités de l'EPDM est le fait qu'un unique défaut pilote la rupture. Ce défaut critique est systématiquement un des plus gros parmi ceux ayant entraîné l'amorçage de fissures de fatigue dans une éprouvette donnée. De surcroît, il apparaît que plus le défaut menant à la rupture est gros, plus la durée de vie de l'éprouvette est courte. Si l'on ajoute à cela le découpage des différents stades définis dans les mécanismes, alors il a été montré que plus le défaut était petit, plus le nombre de cycles à l'amorçage était grand. En revanche, la taille du défaut semble avoir une influence plus limitée sur la phase de propagation microscopique. En d'autres termes, la durée de vie finale est principalement pilotée par la taille du défaut critique, et cette taille influence majoritairement la phase d'amorçage de fissure de fatigue (associée à 40% de la durée de vie).

En somme, la taille des défauts et son influence sur la phase d'amorçage de fissure de fatigue semble être un paramètre essentiel pour mieux comprendre le comportement en fatigue de l'EPDM. Les essais de ce chapitre, bien que riches, sont très chronophages et aboutissent à trop peu de données sur le lien entre la taille du défaut critique et les différents stades de la durée de vie. C'est pourquoi le chapitre suivant cherche à confirmer les tendances observées en utilisant des défauts calibrés.

## Chapitre 6

# Endommagement en fatigue à partir de défauts calibrés

---

Dans le chapitre précédent, il a été montré que la taille des défauts était un paramètre crucial pour comprendre le comportement en fatigue de l'EPDM. Ce paramètre semble piloter la phase d'amorçage des fissures (stade 1+0), et par suite les durées de vie en fatigue, car les stades 2 et stades 3 sont peu dépendants de cette taille. Cependant, les données sur défauts naturels sont complexes à obtenir, d'une part car les positions et les tailles de ces derniers sont imprévisibles, et d'autre part car les observations fines nécessaires à l'analyse des résultats sont très chronophages. C'est pourquoi ce chapitre propose de quantifier l'influence de la taille des défauts sur les durées de vie en fatigue en utilisant des défauts calibrés.

---

### Sommaire

---

6.1	État de l'art des méthodes employées pour étudier l'influence de la taille des défauts sur les propriétés en fatigue d'un matériau . . . . .	<b>130</b>
6.2	Procédures expérimentales . . . . .	<b>134</b>
6.2.1	Élaboration des défauts calibrés . . . . .	134
6.2.2	Protocole d'essai mécanique . . . . .	136
6.3	Résultats de l'influence de la taille des défauts calibrés sur les durées de vie en fatigue . . . . .	<b>137</b>
6.3.1	Influence de la taille des défauts calibrés sur les durées de vie .	137
6.3.2	Lien avec les défauts naturels . . . . .	141
6.4	Discussion complémentaire . . . . .	<b>143</b>
6.5	Conclusions . . . . .	<b>145</b>

---

## 6.1 État de l'art des méthodes employées pour étudier l'influence de la taille des défauts sur les propriétés en fatigue d'un matériau

Dans le but de quantifier l'influence de la taille des défauts sur les durées de vie en fatigue, deux méthodes se distinguent dans la littérature. La **première** consiste à faire varier la microstructure du matériau, en modifiant une étape du procédé de fabrication, telle que la formulation ou le mélangeage. En procédant ainsi, plusieurs matériaux sont produits, chacun possédant des populations de défauts différentes. Ces derniers sont ensuite testés en fatigue. Ces méthodes, déjà étudiées dans quelques études sur les élastomères, sont présentées dans le chapitre précédent (Abraham *et al.*, 2005b; Huneau *et al.*, 2016). Il apparaît alors que plus les défauts sont gros, plus les durées de vie en fatigue des éprouvettes sont courtes. Cependant, l'inconvénient de ce type de procédure est que les variations de procédé effectuées induisent des changements complexes, et n'impactent pas uniquement la taille des défauts. Les études étant de plus en plus nombreuses, ces tendances ne sont pas encore rigoureusement confirmées.

La **deuxième** méthode consiste à introduire des défauts géométriques calibrés de différentes tailles au sein d'éprouvettes de caractérisation en fatigue. L'avantage est que, cette fois, le matériau est fixé, et la quantification de l'influence de la taille des défauts est donc intrinsèque à ce matériau. De plus, la taille et la position du défaut menant à la rupture sont maîtrisées, ce qui simplifie grandement l'analyse des résultats. A notre connaissance, cette méthode n'a jamais été appliquée au cas de la fatigue des élastomères. En revanche de nombreuses études concernant la fatigue des métaux l'ont adoptée. On peut tout d'abord citer les travaux de Nisitani et Kawano (1972). Ces derniers introduisent des défauts circulaires de différentes tailles en réalisant un perçage calibré au sein d'éprouvettes de fatigue (cf. Figure 6.1a). Ils mettent ainsi en évidence la chute des propriétés en fatigue avec l'augmentation de la taille des défauts (Figure 6.1b).

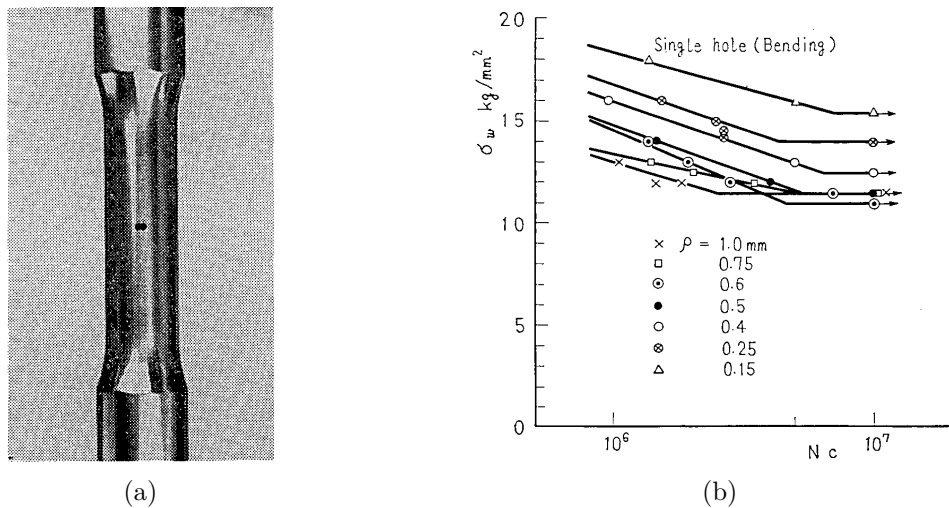


FIGURE 6.1 – (a) Introduction de défauts calibrés circulaires percés dans des éprouvettes de caractérisation des propriétés en fatigue par flexion rotative et (b) courbe de Wöhler représentant la contrainte nominale en fonction de la durée de vie en fatigue pour différentes tailles de défauts calibrés (Nisitani et Kawano, 1972).

Plus tard, Murakami et Endo (1980) reprennent ce concept et l'étendent à des gammes de tailles de défauts calibrés plus petites (cf. Figure 6.2a). Ils quantifient ainsi de la même manière l'influence du diamètre des défauts sur la limite de fatigue de deux aciers (cf.

Figure 6.2b). Cette représentation est aussi connue sous le nom de diagramme de Kitagawa-Takahashi (Kitagawa et Takahashi, 1976). Ils mettent ainsi en évidence la chute de la limite de fatigue lorsque la taille du défaut augmente. Un seuil est de plus observé sur la partie gauche de cette courbe. Les points extrêmes sur l'axe des ordonnées correspondent à la limite de fatigue des éprouvettes sans défaut calibré. Il peut alors être conclu qu'en dessous d'une certaine taille de défaut, il n'y a plus d'influence de la taille de ce dernier sur la limite de fatigue du matériau. Cependant, cette évolution peut être due au fait qu'en dessous d'une certaine taille, le défaut calibré devient moins nocif que les défauts naturellement présents dans le matériau. Comme il ne pilote plus l'endommagement de l'éprouvette, il n'a plus d'influence sur les propriétés en fatigue de celle-ci. Au-delà de cette taille de défaut « critique », la limite de fatigue décroît quand la taille du défaut augmente.

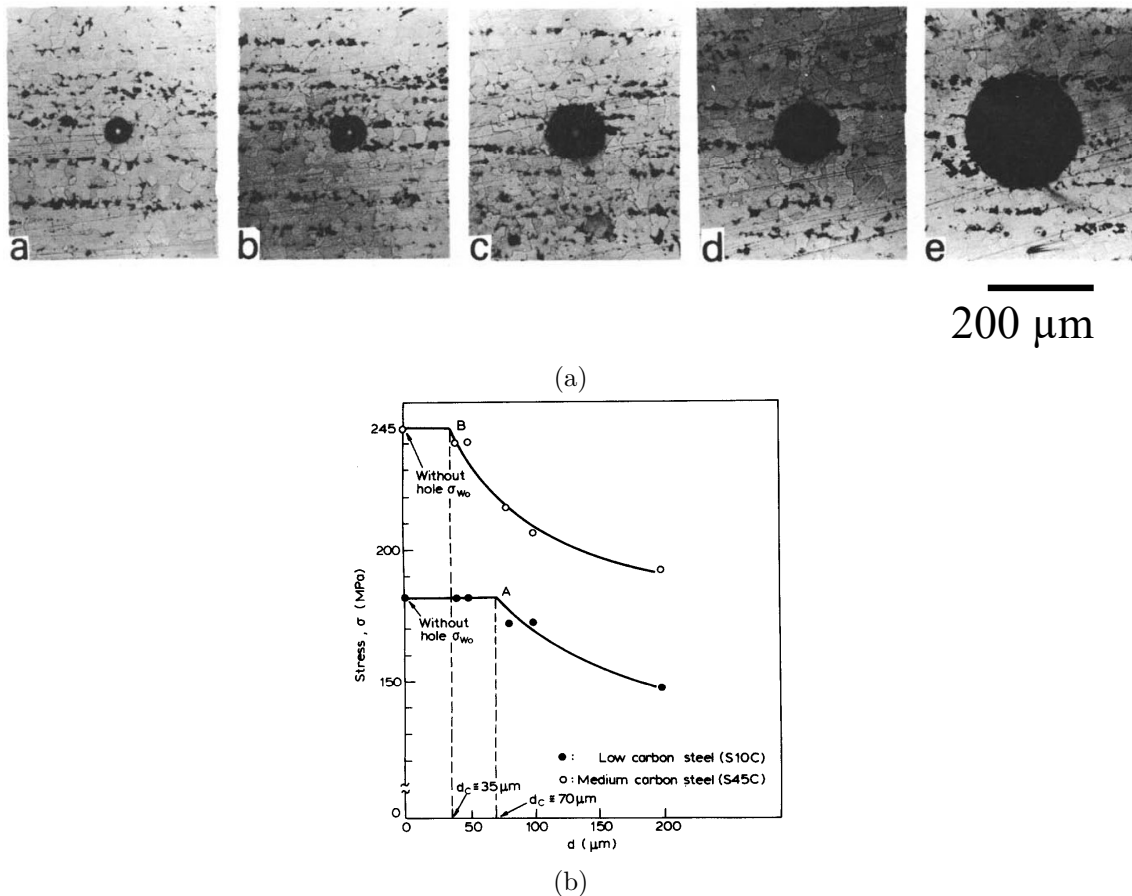


FIGURE 6.2 – (a) Clichés des défauts calibrés de différentes tailles introduits dans des éprouvettes métalliques et (b) courbe représentant la limite de fatigue de deux aciers différents en fonction du diamètre des forets utilisés pour réaliser les défauts calibrés (Murakami et Endo, 1980).

La profondeur du perçage a toutefois une influence sur les durées de vie en fatigue, et le diamètre du foret n'est pas un paramètre suffisant pour décrire la taille du défaut dans les trois dimensions de l'espace. C'est pourquoi, quelques années après, Murakami et Endo (1983) introduisent le concept de  $\sqrt{\text{aire}}$ , en utilisant l'aire projetée sur un plan perpendiculaire à la direction de traction principale (cf. Figure 6.3a). Ce paramètre géométrique permet d'unifier les résultats obtenus pour des profondeurs de perçage différentes (cf. Figure 6.3b), ce qui justifie son utilisation pour mieux représenter la taille du défaut. En pratique, si la géométrie du défaut est inconnue, cette aire se mesure grâce à une analyse du faciès de rupture en fatigue dans le cas d'un chargement en traction. De nombreux

travaux ont par la suite utilisé cette méthode sur différents matériaux métalliques afin de quantifier l'influence de la taille des défauts sur leurs propriétés en fatigue. Une grande partie de ces derniers est référencée dans l'étude de Murakami (2002).

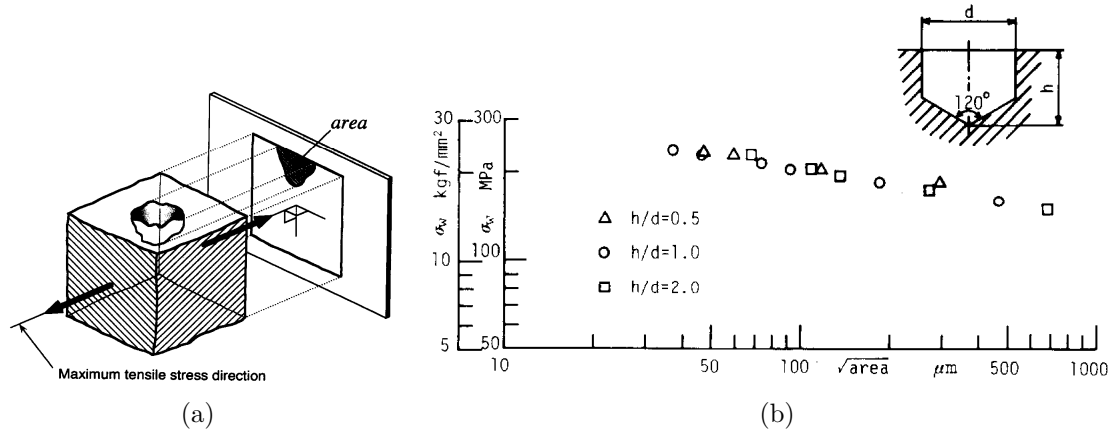


FIGURE 6.3 – (a) Principe de mesure de  $\sqrt{\text{aire}}$  d'un défaut dans un plan perpendiculaire à la direction de traction principale et (b) influence de  $\sqrt{\text{aire}}$  des défauts calibrés sur la limite de fatigue d'un acier (Murakami et Endo, 1983).

Il est intéressant de noter que le micro-perçage n'est pas la seule technique disponible pour réaliser des défauts calibrés. Par exemple, Billaudeau *et al.* (2004) utilisent l'usinage par électroérosion, ou EDM pour Electric Discharge Machining, dans le but de faire varier non seulement la taille, mais aussi la forme des défauts (cf. Figure 6.4a). L'analyse des résultats est alors comparable, ce qui confirme les tendances exposées précédemment, à savoir que la limite de fatigue décroît lorsque  $\sqrt{\text{aire}}$  du défaut croît. Ils concluent de plus que la forme du défaut a une influence non négligeable sur la limite de fatigue, ce qui montre que  $\sqrt{\text{aire}}$  est une description simple mais incomplète de la géométrie du défaut (cf. Figure 6.4b).

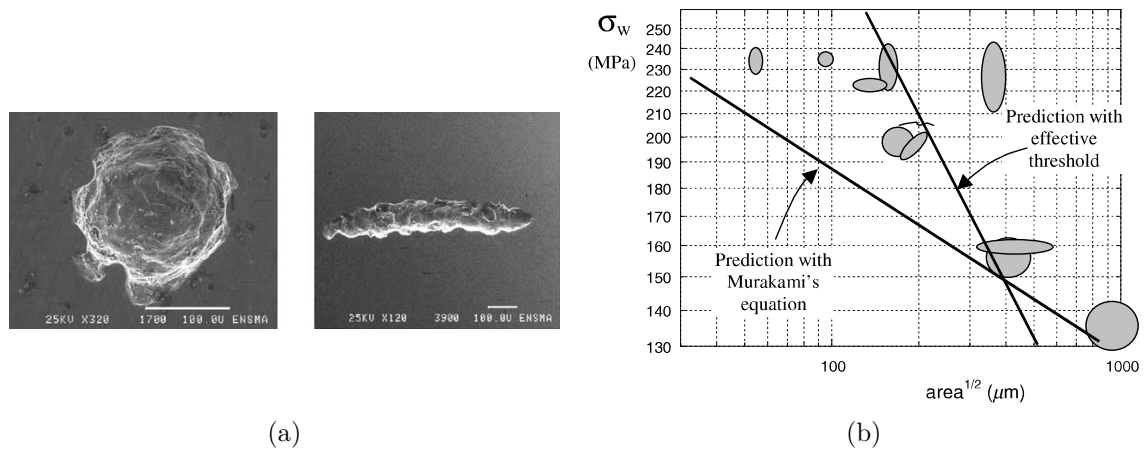


FIGURE 6.4 – (a) Clichés MEB des défauts calibrés réalisés par EDM dans un acier avec à gauche un cercle et à droite une ellipse et (b) influence de la taille et de la forme des défauts sur la limite de fatigue d'un acier, et comparaison avec les modèles théoriques proposés dans la littérature (Billaudeau *et al.*, 2004).

Par ailleurs, Vincent *et al.* (2016) introduisent des défauts circulaires de différentes tailles en utilisant la technique de l'EDM décrite précédemment. Ils construisent de cette manière la courbe de la Figure 6.5 représentant la limite de fatigue de deux variantes du même matériau en fonction du diamètre du défaut. Les images MEB des ruptures

## 6.1. État de l'art des méthodes employées pour étudier l'influence de la taille des défauts sur les propriétés en fatigue d'un matériau

permettent d'analyser le seuil observé sur la partie gauche de cette courbe. Ils confirment de cette manière que ce seuil est dû au fait qu'en dessous d'une certaine taille de défaut calibré, les défauts naturellement présents dans le matériau deviennent plus critiques que les défauts calibrés et pilotent la rupture finale. Par conséquent, le défaut calibré n'a plus d'influence sur les propriétés en fatigue du matériau.

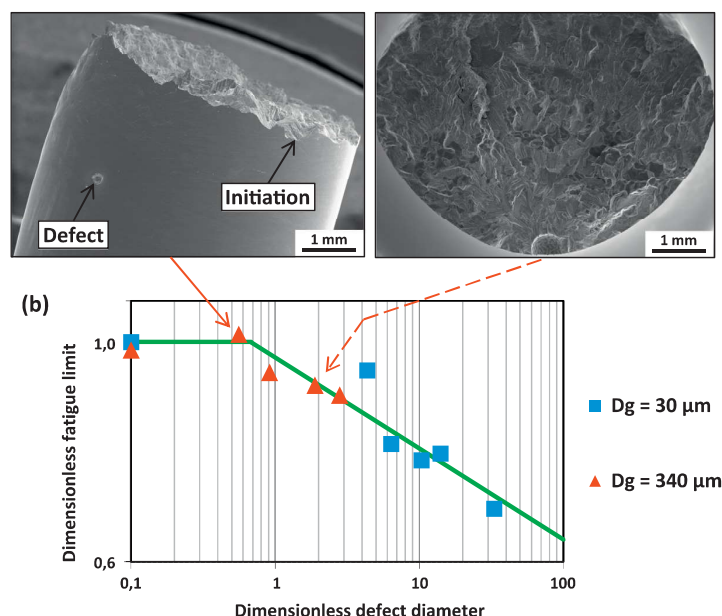


FIGURE 6.5 – Influence de la taille des défauts calibrés sur la limite de fatigue de deux variantes d'un même matériau (avec  $D_g$  correspondant à la taille des grains) et explication du seuil de limite de fatigue par analyse fractographique réalisée au MEB (Vincent *et al.*, 2016).

Enfin, l'ensemble de courbes présentées jusqu'ici illustre principalement l'évolution de la limite de fatigue en fonction de la taille des défauts. Une représentation plus générale est initialement proposée par Ciavarella et Monno (2006). Cette fois, la taille des défauts est directement mise en relation avec le niveau de chargement appliqué et le nombre de cycles à rupture. Un exemple de ce diagramme généralisé est donné sur la Figure 6.6 (Le *et al.*, 2019).

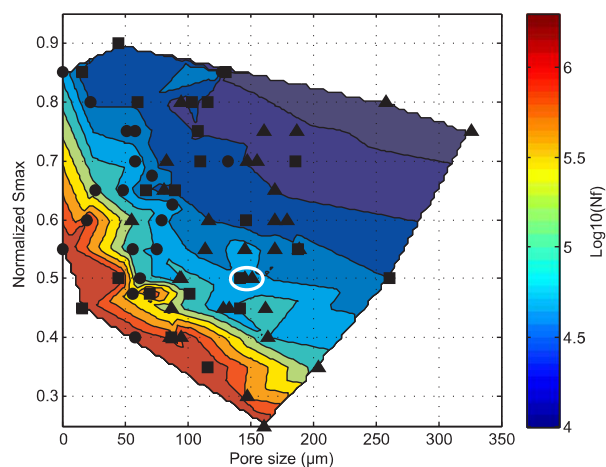


FIGURE 6.6 – Influence de  $\sqrt{aire}$  des défauts, ici porosités, et de la contrainte appliquée sur les durées de vie en fatigue (Le *et al.*, 2019).



### Bilan de la section 6.1

Pour conclure, de nombreuses études portant sur la fatigue des métaux utilisent des défauts calibrés dans le but d’analyser l’influence de leur taille sur le comportement en fatigue des matériaux. Ces travaux proposent l’utilisation de  $\sqrt{\text{aire}}$  du défaut calibré pour représenter la taille de ce dernier. Ce paramètre utilise l’aire du défaut projetée dans un plan perpendiculaire à la direction principale de traction. Cette description purement géométrique est simple d’utilisation, mais nécessairement incomplète car elle ne prend pas en compte la nature du défaut, ou encore sa forme potentiellement complexe. Cependant, ce paramètre fournit des résultats satisfaisants sur une grande base de données expérimentale (Murakami, 2002).

Par ailleurs, l’utilisation de défauts calibrés peut être complexe à réaliser, car il est nécessaire de s’approcher au maximum de la taille des défauts naturels, sans devenir moins critique que ces derniers vis-à-vis de l’endommagement en fatigue. Les techniques les plus communément proposées dans la littérature pour réaliser ces défauts calibrés sont le micro-perçage et l’EDM. Ces dernières sont toujours utilisées actuellement pour étudier l’influence de la taille des défauts dans les matériaux métalliques. A ce jour, ce type de procédure n’a jamais été testé sur des élastomères. Il est proposé dans ce chapitre d’adapter les méthodes décrites dans cet état de l’art afin de les appliquer à l’EPDM de cette étude et de confirmer les conclusions du chapitre précédent.

## 6.2 Procédures expérimentales

Dans cette section sont décrites les procédures utilisées pour étudier l’influence de la taille des défauts sur les durées de vie en fatigue. Seul le matériau EPDM\_S est testé.

### 6.2.1 Élaboration des défauts calibrés

Les éprouvettes mini-PS présentées dans le chapitre 2 sont choisies. Ces dernières sont planes, ce qui simplifie l’introduction de défauts calibrés, et l’analyse de l’endommagement. De plus, les dimensions des mini-PS sont adaptées au dispositif expérimental présenté par la suite ce qui justifie leur utilisation. Les difficultés de réalisation des éprouvettes à tester sont alors les suivantes :

- La taille de défaut à atteindre ( $\simeq 100\ \mu\text{m}$ ) ;
  - L’épaisseur d’éprouvette à traverser (1 mm) ;
  - La répétabilité des défauts ;
  - L’endommagement sur le matériau à minimiser lors de l’introduction du défaut.
- En effet, il est essentiel de ne pas brûler, déchirer ou découper approximativement le matériau.

Plusieurs méthodes ont été testées pour introduire ces défauts calibrés, et celle retenue est le perçage à **grand froid**. Les forets permettent de réaliser des défauts circulaires de tailles maîtrisées et ce à travers toute l’épaisseur des éprouvettes. De plus, un froid suffisant assure un endommagement minimal du matériau. Des micro-forets de très bonne qualité, fournis par l’entreprise Mikron Tool<sup>1</sup>, sont utilisés (cf. Figure 6.7). Les éprouvettes mini-PS sont ensuite percées à une température d’environ  $-70^\circ\text{C}$ . Cette dernière est inférieure à la température de transition vitreuse de l’EPDM (autour de  $-50^\circ\text{C}$ ), ce qui permet de s’assurer que le perçage est réalisé dans l’état vitreux du matériau. Finalement, chaque éprouvette mini-PS est percée une fois en son centre. Le nombre d’éprouvettes testées pour chaque taille de défaut est donné dans le Tableau 6.1. Au minimum trois éprouvettes

1. <https://www.mikrontool.com/fr/>

sont testées pour chaque taille. Des éprouvettes sans trous sont aussi testées dans le but d'évaluer la criticité des défauts naturels pour cette géométrie d'éprouvette.

La qualité du perçage est ensuite vérifiée grâce à des observations MEB. La Figure 6.8 montre que la matière autour des trous n'est pas brûlée et peu entraînée par la rotation du foret lors du perçage. Cette méthode est donc validée pour effectuer des défauts calibrés de différentes tailles dans des éprouvettes mini-PS.

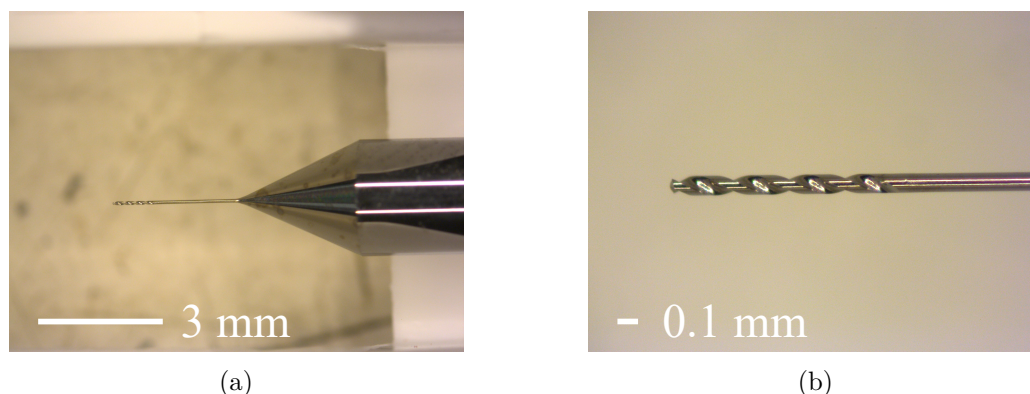


FIGURE 6.7 – Photos d'un micro-foret de la marque Mikron Tool de diamètre 0,1 mm utilisé pour le perçage avec (a) vue d'ensemble et (b) zoom sur la partie filetée.

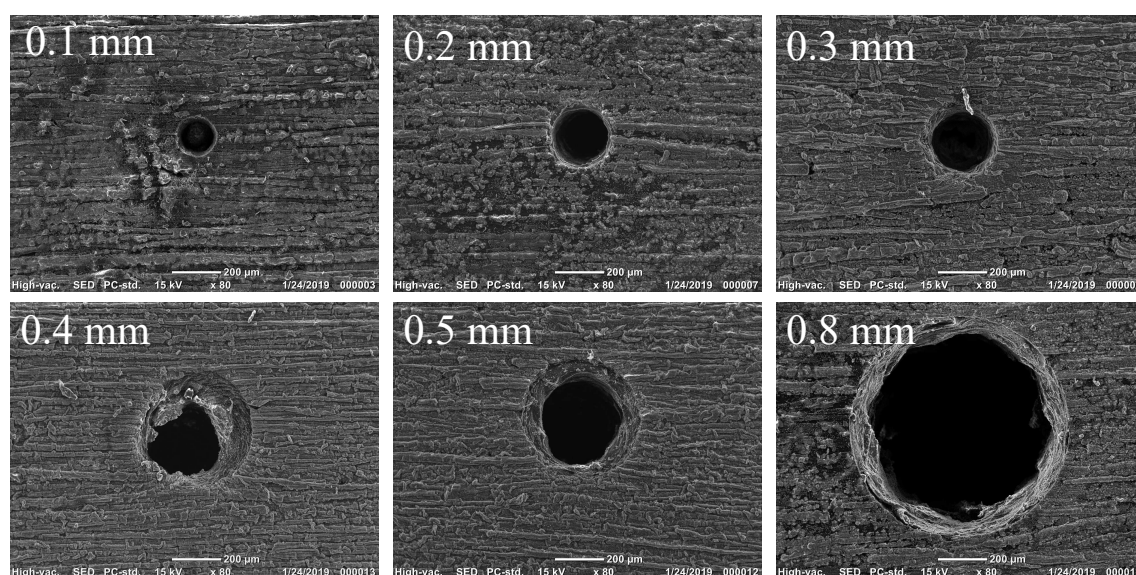


FIGURE 6.8 – Observations MEB des défauts calibrés introduits dans les éprouvettes mini-PS pour les différentes tailles de forets utilisés, de 0,1 mm à 0,8 mm, au même grossissement (x80).

$\phi$ (mm)	—	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,8
Nombre d'éprouvettes	3	5	3	3	4	4	3

Tableau 6.1 – Tableau récapitulatif du nombre d'éprouvettes testées pour chaque diamètre de défauts calibrés ou sans défaut calibré.

### 6.2.2 Protocole d'essai mécanique

Les essais de fatigue sont effectués sur la machine de traction INSTRON E10 000, avec un pilotage en déplacement. Le rapport de charge est fixé à  $R = \frac{u_{max}}{u_{min}} = 0$ . Seul le niveau de chargement  $u_{max} = 12$  mm est étudié, ce qui correspond à une elongation nominale de  $\lambda = 3$  pour les éprouvettes mini-PS de cette étude. La déformation nominale imposée ici est donc comparable à la déformation nominale principale maximale des éprouvettes AE2 testées dans le chapitre précédent. La fréquence mécanique est de  $f = 10$  Hz. La caméra Allied Vision GT6 600 est installée en face de la machine de traction. L'objectif bi-télécentrique TC16M056 est utilisé pour limiter les distorsions et maximiser la résolution. Avec ce montage, 1 pixel sur une photo représente  $8,55 \mu\text{m}$ . Deux éclairages à LED sont installés sur les côtés de la caméra pour observer correctement l'éprouvette. L'ensemble du dispositif expérimental est illustré sur la Figure 6.9.

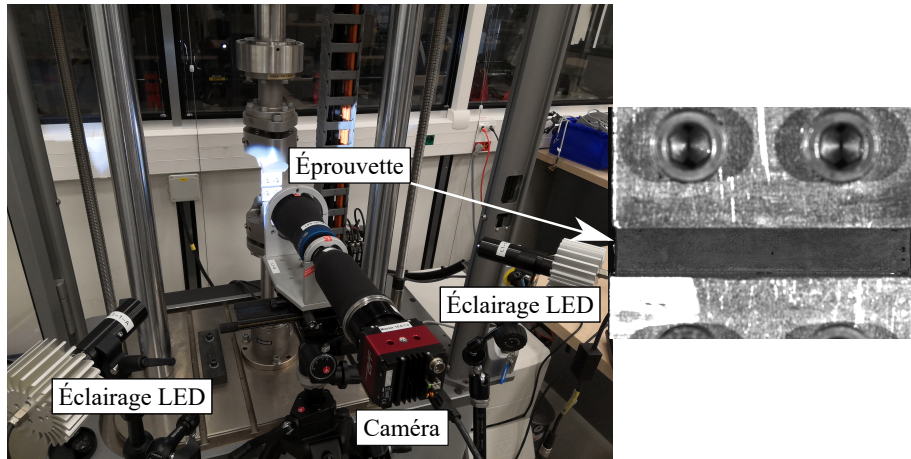


FIGURE 6.9 – Photo du dispositif expérimental utilisé pour réaliser les essais de fatigue avec deux éclairages à LED de part et d'autre d'une caméra Allied Vision GT6 600 montée avec un objectif bi-télécentrique TC16M056 et installée en face d'une éprouvette mini-PS trouée en son centre.

De manière analogue aux essais réalisés dans le chapitre précédent, des interruptions régulières sont effectuées dans le but d'analyser l'endommagement en fatigue au cours de la durée de vie. Tous les 200 cycles, l'éprouvette est étirée de 3 mm, ce qui correspond à une elongation de  $\lambda = 1,5$ , pendant 2 secondes pour rendre visibles les éventuelles fissures. La machine de traction déclenche alors la prise d'une photo pendant cet intervalle. La procédure est schématisée sur la Figure 6.10. Cette dernière est entièrement automatisée pour effectuer les interruptions et les prises de photos jusqu'à la rupture totale de l'éprouvette, de la même manière que les essais de caractérisation des vitesses de propagation réalisés dans le chapitre 3. En procédant ainsi, l'influence des interruptions est minimisée en limitant les temps de pause et en éliminant l'étape de démontage et remontage de l'éprouvette. Le gain de temps fourni par l'automatisation de la procédure est non négligeable. En revanche, ces avantages se font au détriment de la résolution spatiale. Bien qu'elle ait été optimisée par rapport aux outils expérimentaux disponibles, elle n'égale pas celle des images obtenues avec le MEB.

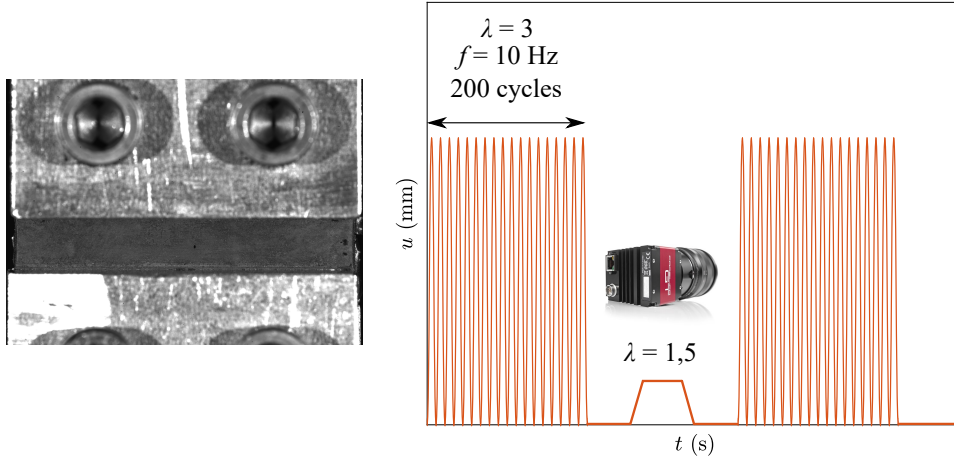


FIGURE 6.10 – Schématisation du protocole expérimental avec à gauche une photo de l'éprouvette au début de l'essai et à droite le signal mécanique effectué, régulièrement interrompu pour réaliser une prise de photo déclenchée automatiquement.

### 6.3 Résultats de l'influence de la taille des défauts calibrés sur les durées de vie en fatigue

Les résultats relatifs à ce chapitre sont présentés au travers de deux sections. La première traite uniquement des éprouvettes qui ont rompu à cause des défauts calibrés introduits dans les éprouvettes mini-PS. La deuxième section, quant à elle, cherche à faire le lien entre les résultats de la première section et les éprouvettes qui ont rompu sur des défauts naturels.

#### 6.3.1 Influence de la taille des défauts calibrés sur les durées de vie

Tout d'abord, une analyse globale est effectuée. L'endommagement en fatigue est illustré à l'aide d'une éprouvette représentative sur la Figure 6.11. Cette dernière montre dans un premier temps l'état initial du défaut calibré au début de l'essai de fatigue (cf. Figure 6.11a). Après un certain nombre de cycles, une fissure devient soudainement visible sur un des côtés du trou (cf. Figure 6.11b). Quelques cycles plus tard, une fissuration sur le deuxième côté du trou est observée (cf. Figure 6.11c). Finalement ces deux fissures de part et d'autre du défaut finissent par mener à la rupture finale de l'éprouvette (cf. Figure 6.11d).

Le nombre de cycle à rupture, noté  $N_r$ , est alors tracé en fonction du diamètre du défaut calibré (cf. Figure 6.12). Les barres d'erreurs représentent la dispersion des durées de vie en fatigue pour une taille de trou donnée, et les points noirs sont les moyennes arithmétiques. La droite pointillée correspond à l'ajustement d'une loi puissance sur les valeurs moyennes uniquement. Une pente de valeur  $-1,5$  est trouvée, ce qui signifie que la diminution d'une décade de la valeur du diamètre du défaut calibré induit une augmentation de 1,5 décades sur les durées de vie. En d'autres termes, si le diamètre du défaut pilotant la rupture en fatigue est divisé par 2, la durée de vie est multipliée par environ 6. Ainsi, une première quantification de l'influence de la taille des défauts sur les durées en fatigue d'un élastomère est réalisée grâce à l'introduction de défauts calibrés.

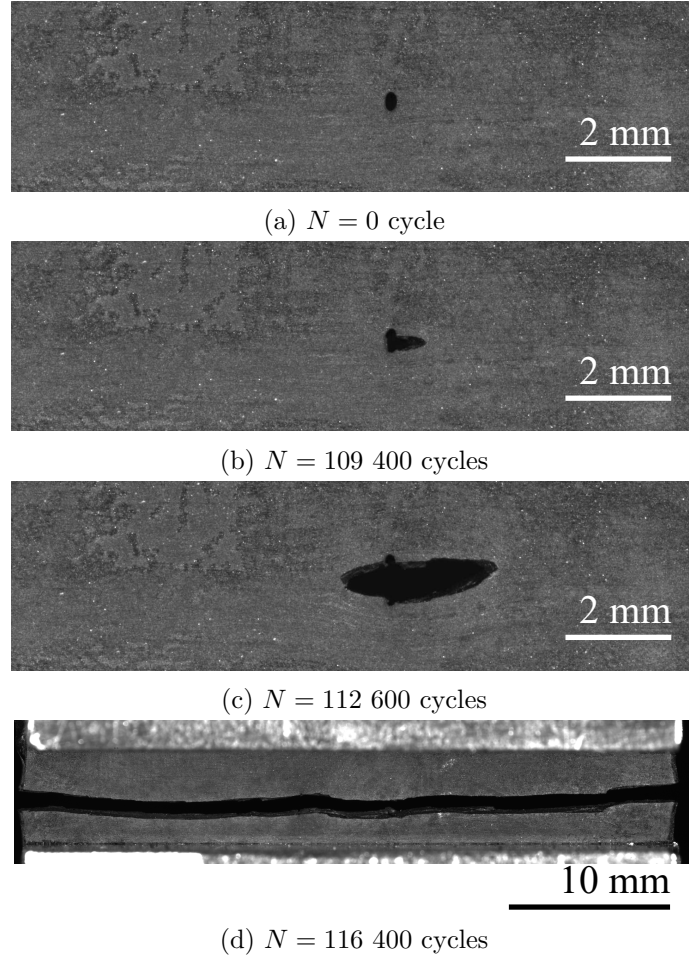


FIGURE 6.11 – Éprouvette mini-PS avec un trou de 0,2 mm au cours d'un essai de fatigue à  $\lambda_{max} = 3$  pour différents instants de sa durées de vie.

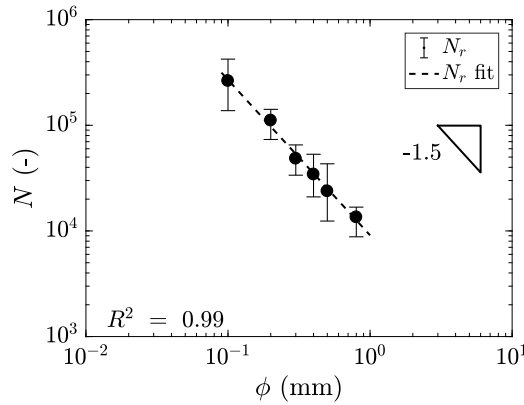


FIGURE 6.12 – Nombre de cycles à rupture en fonction du diamètre du défaut calibré introduit dans des éprouvettes mini-PS en EPDM\_S.

Il est possible de compléter l'analyse grâce à l'ensemble des photos prises tout au long des essais de fatigue. Comme expliqué dans le chapitre 5, le choix est fait dans ces travaux de thèse de considérer que le début de la phase de propagation signe la fin de la phase d'amorçage. Ainsi, la frontière entre ces deux phases, dans le cadre des essais de ce chapitre, peut être définie à l'instant où une fissure est détectable. En pratique, cela se traduit par l'apparition d'une fissure dont la taille est comprise entre un et une dizaine



de pixels, ce qui correspond physiquement à une taille de fissure comprise entre 10  $\mu\text{m}$  et 100  $\mu\text{m}$ , avec le dispositif expérimental utilisé. La Figure 6.13 montre, à travers un exemple, la frontière entre les phases d'amorçage et de propagation de fissures de fatigue. La même éprouvette est représentée, et 200 cycles séparent les deux photos. Aucun endommagement n'est observé sur la Figure 6.13a, mais une fissure apparaît à la droite du défaut sur la Figure 6.13b. Ainsi, le nombre de cycles correspondant à la photo de la Figure 6.13b définit le nombre de cycles nécessaire à l'amorçage d'une fissure de fatigue pour cette géométrie de défaut, il est noté  $N_a$ . Le nombre de cycles de la phase de propagation, noté  $N_p$  est alors défini par  $N_p = N_r - N_a$ .

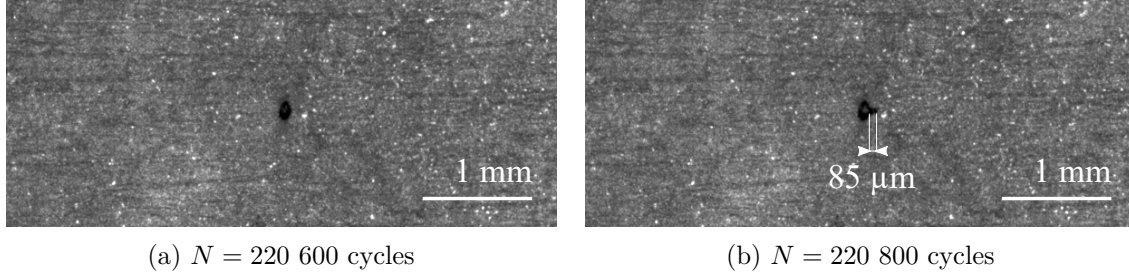


FIGURE 6.13 – Photos zoomées d'une éprouvette mini-PS avec un défaut calibré de 0,1 mm pour différents instants de sa durée de vie en fatigue.

Il est important de noter que cette frontière est très dépendante du protocole expérimental. Dans un premier temps, la détection de la fissure est restreinte par la résolution de la chaîne de mesure optique. Le nombre de cycles choisi entre deux observations est lui aussi limitant, mais dans une moindre mesure. D'autre part, les observations sont effectuées seulement sur une face de l'éprouvette, ce qui fait qu'une fissure se propageant dans un premier temps dans le volume ou sur la face opposée est impossible à détecter. Le vrai nombre de cycles nécessaire à l'amorçage est donc certainement inférieur à celui qui est choisi dans ce chapitre. Toutefois, le seuil de détection est le même pour toutes les éprouvettes. La comparaison pour les différentes tailles de défauts est donc pertinente.

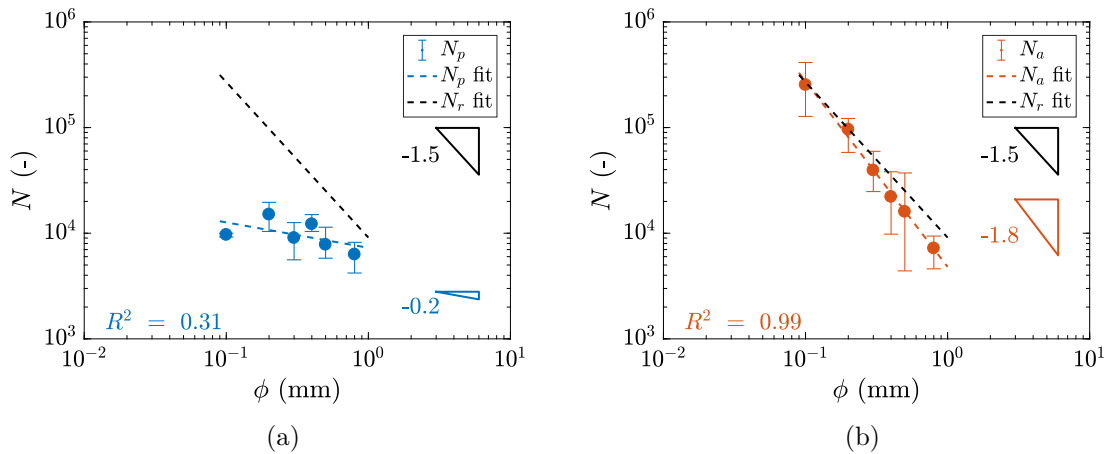


FIGURE 6.14 – Influence du diamètre du défaut calibré introduit dans les éprouvettes mini-PS en EPDM\_S pour (a) le nombre de cycles correspondant à la phase de propagation de fissure de fatigue et (b) le nombre de cycles nécessaire à l'amorçage d'une fissure de fatigue, avec dans les deux cas un rappel de l'évolution du nombre de cycles à rupture avec la droite pointillée noire.

La Figure 6.14a représente le nombre de cycles de la phase de propagation,  $N_p$ , en fonction du diamètre du défaut. L'évolution du nombre de cycles à rupture,  $N_r$ , est rappelée avec la droite noire en pointillé. Cette courbe montre que  $N_p$  est relativement peu influencé par la taille des défauts en comparaison avec  $N_r$ . Une légère pente de valeur  $-0,2$  est observée. Cette dépendance n'est pas surprenante dans la mesure où plus le trou est petit, plus le trajet de propagation est long. En revanche cette tendance ne permet pas d'expliquer la pente de  $-1,5$  observée pour  $N_r$ . De manière similaire, la courbe Figure 6.14b représente le nombre de cycles nécessaires à l'amorçage d'une fissure,  $N_a$ , en fonction du diamètre du défaut. Une pente de  $-1,8$  est mesurée, ce qui signifie que contrairement à  $N_p$ ,  $N_a$  est fortement influencé par la taille du défaut.

Ainsi, il apparaît que plus le défaut est petit, plus le nombre de cycles nécessaire à l'amorçage d'une fissure de fatigue est grand. Le nombre de cycles correspondant à la phase de propagation étant relativement peu influencé, il en résulte que pour les petits défauts, l'étape d'amorçage est prépondérante sur le nombre de cycles à rupture. Lorsque les défauts sont gros, les étapes d'amorçage et de propagation contribuent de manière comparable à la durée de vie en fatigue. Ces conclusions sont en accord avec les tendances observées dans le chapitre 5 sur les défauts naturels avec ici une quantification de l'influence de la taille du défaut.

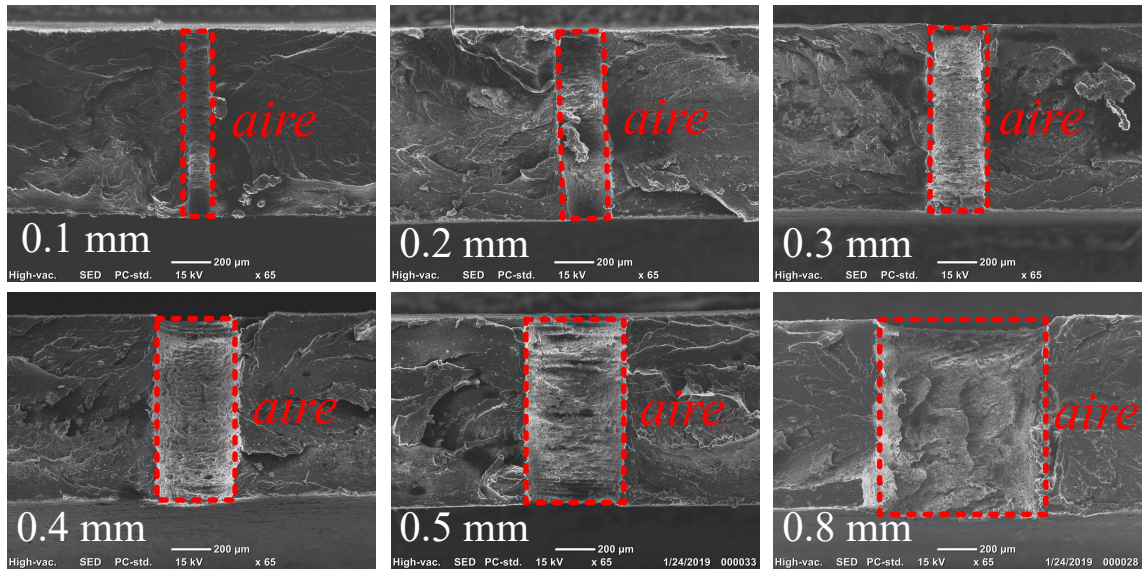


FIGURE 6.15 – Clichés MEB des faciès de rupture des éprouvettes mini-PS en EPDM\_S pour chaque diamètre de défauts calibrés, au même grossissement (x65), avec encadrée en rouge la mesure de l'aire du défaut.

La procédure développée permet donc de quantifier efficacement l'influence de la taille des défauts sur les durées de vie en fatigue. Toutefois, comme le suggère la littérature, le diamètre du foret utilisé pour réaliser le défaut calibré n'est pas une mesure de taille suffisante pour représenter ce dernier, car il ne prend pas en compte la profondeur du défaut. Il est donc proposé dans la suite d'utiliser le paramètre  $\sqrt{\text{aire}}$  proposé par Murakami et Endo (1983), en utilisant l'aire projetée dans un plan perpendiculaire à la direction principale de sollicitation. Dans le cas des essais de fatigue réalisés dans ce chapitre, la fissure se propage perpendiculairement à la direction de traction. Ainsi, la mesure de l'aire du défaut peut se faire directement sur le faciès de rupture. C'est pourquoi la Figure 6.15 représente les faciès de rupture des éprouvettes mini-PS pour les différentes tailles de forets utilisés. Cette figure confirme, d'une part la bonne qualité du perçage dans l'épaisseur des éprouvettes, et d'autre part illustre la façon dont est mesurée l'aire du défaut. En procédant

de la sorte pour toutes les éprouvettes, les différentes phases de la durée de vie analysées précédemment peuvent être retracées, non plus en fonction du diamètre du foret utilisé, mais en fonction de  $\sqrt{aire}$  du défaut. Les nouvelles quantifications pour les nombres de cycles  $N_r$ ,  $N_p$  et  $N_a$  sont respectivement représentées sur les Figures 6.16a, 6.16b et 6.16c. Les mêmes tendances sont observées, et les mêmes conclusions en découlent, avec cette fois une mesure de la taille du défaut prenant en compte une dimension supplémentaire de la géométrie du défaut en comparaison avec le diamètre du foret utilisé pour le perçage.

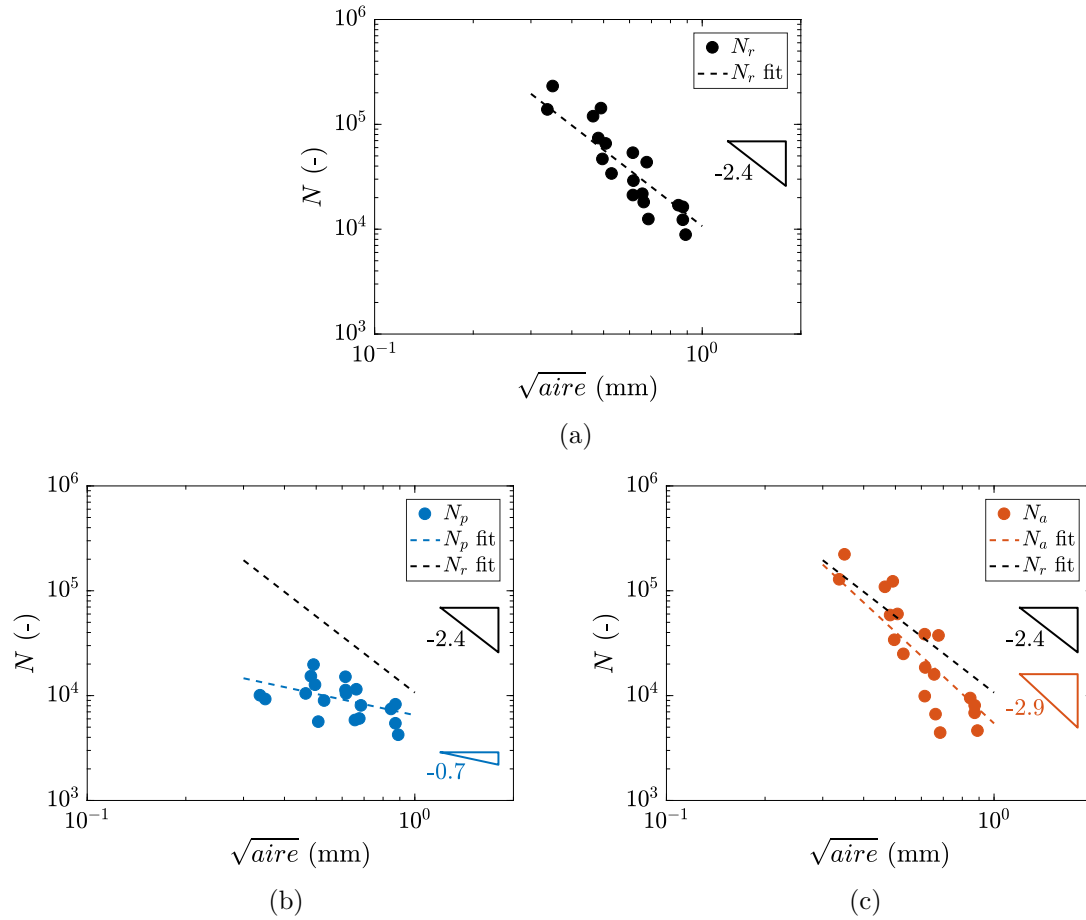


FIGURE 6.16 – Influence de  $\sqrt{aire}$  des défauts introduits dans les éprouvettes mini-PS en EPDM\_S pour (a) le nombre de cycles à rupture, (b) le nombre de cycles de la phase de propagation de fissure de fatigue et (c) le nombre de cycles nécessaire à l'amorçage d'une fissure de fatigue, avec pour les deux dernières courbes un rappel des nombres de cycles à rupture avec une droite pointillée noire.

### 6.3.2 Lien avec les défauts naturels

Dans la section précédente, seuls les résultats relatifs aux défauts calibrés ont été présentés. Dans cette section sont traités les défauts naturels, avec notamment l'analyse des ruptures des éprouvettes sans défauts calibrés. Il est intéressant de noter que même en présence d'un défaut calibré, certaines ruptures sont causées par des défauts naturellement présents dans le matériau. Il est rappelé que ce phénomène est observé dans la littérature sur les matériaux métalliques lorsque les défauts calibrés sont trop petits et deviennent moins critiques que les défauts naturellement présents dans le matériau (Vincent *et al.*, 2016). La Figure 6.17 montre un exemple de fissuration sur un défaut naturel, et ce malgré la présence d'un défaut calibré. Cette compétition entre défauts apparaît surtout pour les



tailles de trous les plus petites, lorsque les dimensions des défauts naturels s'approchent des dimensions des défauts calibrés. Sur les cinq éprouvettes testées pour la taille de foret 0,1 mm, trois ont rompu sur des défauts naturels. Ces observations montrent qu'il n'est pas pertinent de diminuer indéfiniment la taille des défauts calibrés, car les défauts naturels deviennent, à un moment, plus critiques, et pilotent les ruptures en fatigue, comme évoqué dans l'état de l'art. Ici, la plus petite taille de foret utilisée se situe dans une zone de transition dans laquelle la compétition entre les défauts calibrés et naturels est équilibrée.

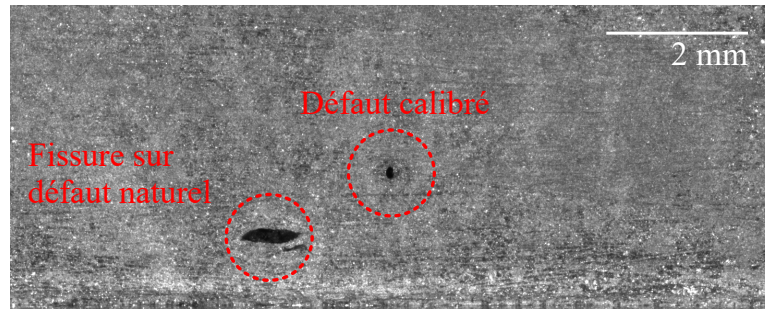


FIGURE 6.17 – Photo d'une éprouvette mini-PS en EPDM\_S comportant un défaut calibré de 0,1 mm et dont la fissuration a lieu sur un défaut naturellement présent dans le matériau.

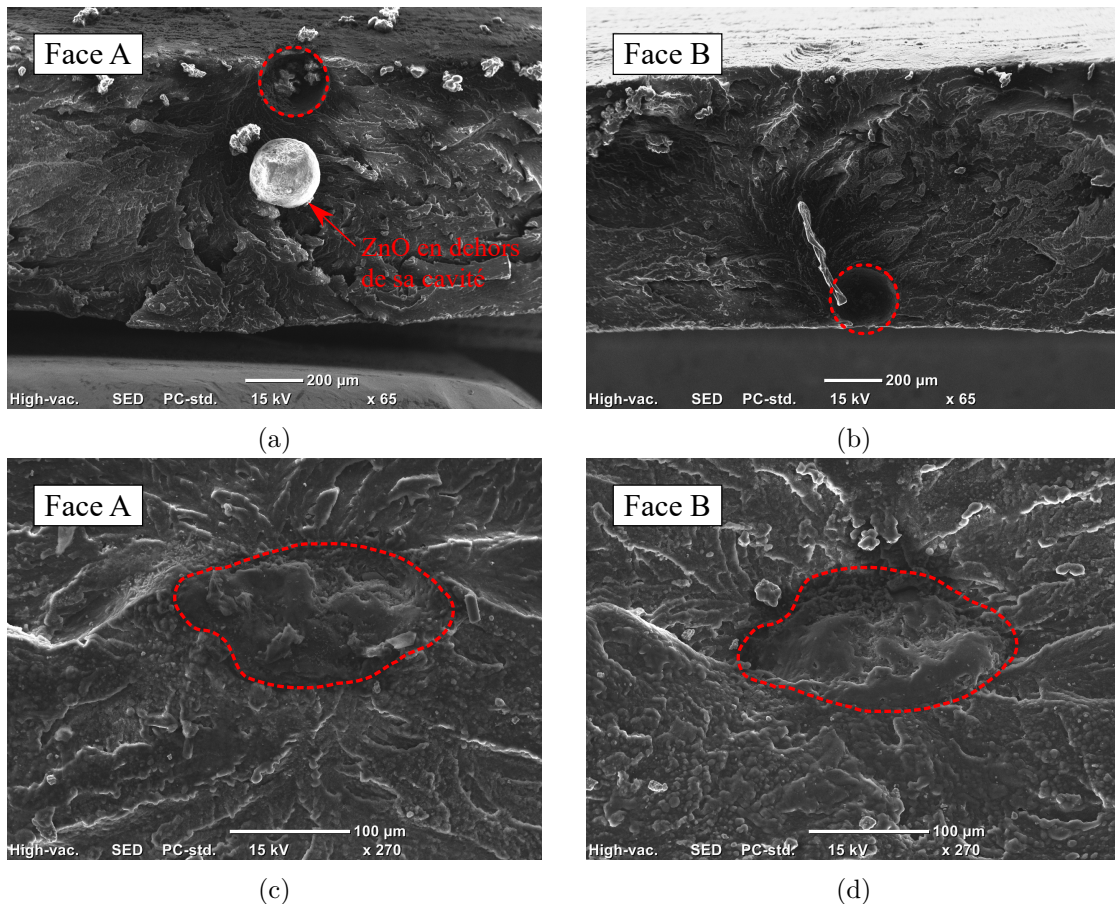


FIGURE 6.18 – Clichés MEB des faciès de rupture des éprouvettes mini-PS en EPDM\_S qui ont rompu sur des défauts naturels avec encadrée en rouge la mesure de l'aire du défaut sur les deux côtés des faciès de rupture pour (a) un agglomérat d'oxyde de zinc sur la face A, (b) un agglomérat d'oxyde de zinc sur la face B, (c) une inclusion carbonée sur la face A et (d) une inclusion carbonée sur la face B.

Dans le but de faire un lien entre les résultats du chapitre précédent et les ruptures sur défauts naturels, les faciès de rupture sont analysés. Les mêmes types d'inclusions que celles décrites dans le chapitre 5 sont alors identifiées : des agglomérats d'oxyde de zinc (cf. Figure 6.18a et Figure 6.18b) et des inclusions carbonées (cf. Figure 6.18c et Figure 6.18d). L'aire des défauts est alors mesurée pour en déduire  $\sqrt{aire}$ , la taille représentative utilisée précédemment pour les défauts calibrés. Par ailleurs, l'agglomérat d'oxyde de zinc de la Figure 6.18a est presque en dehors du faciès. Ce dernier est sorti de sa cavité lors de l'introduction de l'éprouvette dans le MEB, ce qui indique une très faible adhésion avec la matrice, et donc justifie l'observation d'un mécanisme de décohésion. À l'inverse, l'inclusion carbonée visible sur les Figures 6.18c et 6.18d est, elle, bien attachée à la matrice, et un mécanisme de rupture est observé, avec une partie de l'inclusion des deux côtés du faciès. Les mécanismes d'amorçage observés sur les éprouvettes mini-PS sont donc cohérents avec ceux décrits sur les éprouvettes AE2 dans le cadre du chapitre 5.

En utilisant la procédure décrite précédemment pour séparer les différentes phases de la durée de vie, les nombres de cycles  $N_r$ ,  $N_p$  et  $N_a$  des défauts naturels sont tracés en fonction de  $\sqrt{aire}$  sur la Figure 6.19. Les droites pointillées correspondent aux lois puissances ajustées uniquement sur les défauts calibrés, et présentent des pentes de  $-2,4$  pour  $N_r$ ,  $-0,7$  pour  $N_p$  et  $-2,9$  pour  $N_a$ . Il apparaît alors que les résultats des défauts naturels se superposent relativement correctement avec ces ajustements. Il semble donc que  $\sqrt{aire}$  est un paramètre permettant de rassembler les résultats de plusieurs types de défauts de natures très différentes, et constitue donc une mesure représentative de la taille des défauts dans le cadre de ces travaux de thèse.

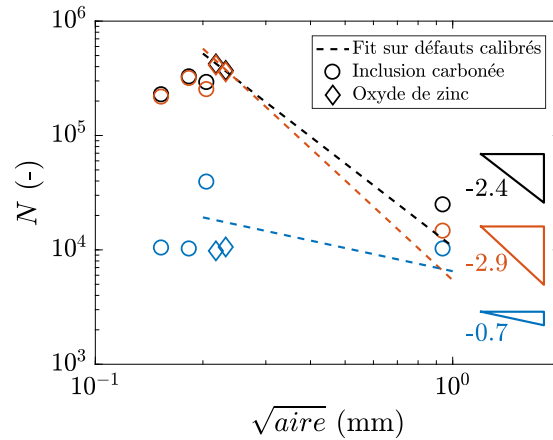


FIGURE 6.19 – Courbe représentant les différentes durées de vie en fatigue  $N_r$  en noir,  $N_p$  en bleu et  $N_a$  en rouge en fonction de  $\sqrt{aire}$  des défauts naturels, illustrés en losange pour les oxydes de zinc et en rond pour les inclusions carbonées, et des ajustement effectués sur les défauts calibrés uniquement en lignes pointillées pour les éprouvettes mini-PS en EPDM\_S.

## 6.4 Discussion complémentaire

Les résultats présentés dans la section précédente confirment les tendances du chapitre 5, à savoir que la taille des défauts a une grande influence sur les durées de vie en fatigue, et en particulier sur la phase d'**amorçage** de fissures de fatigue pour un niveau de chargement donné. En comparaison, le nombre de cycles de la phase de propagation est très peu influencé par la taille des défauts. Il apparaît donc que l'évolution des durées de vie en fatigue avec la taille du défaut pour l'EPDM\_S étudié dans ces travaux est

principalement causée par l'évolution du nombre de cycles nécessaire à l'amorçage d'une fissure. Pour les défauts les plus gros, la contribution des phases d'amorçage et de propagation sont équivalentes par rapport à la durée de vie finale. En revanche, plus le défaut est petit, et se rapproche de la taille des défauts naturellement présents dans le matériau, plus la contribution de l'amorçage devient importante jusqu'à représenter plus de 95% de la durée de vie totale de l'éprouvette. Ainsi, pour les défauts sur la partie gauche de la courbe de la Figure 6.19, c'est l'étape d'amorçage de la fissure qui pilote la durée de vie.

Aucune étude similaire n'a été réalisée sur d'autres matrices élastomères. Il serait pourtant intéressant de pouvoir comparer les résultats de ce chapitre à d'autres matériaux, comme le NR. Il est de plus très difficile de discuter ces résultats avec les travaux effectués sur les matériaux métalliques, car ces derniers s'intéressent majoritairement à la limite de fatigue. Toutefois, les résultats de Le *et al.* (2019) présentés sur la Figure 6.6 peuvent être retracés en ne prenant en compte qu'un niveau de chargement, comme cela est le cas dans ce chapitre, afin d'estimer l'évolution des durées de vie avec la taille des défauts pour un alliage de titane. Le niveau  $S_{max,normalized} = 0,6$  est choisi, et la courbe est donnée sur la Figure 6.20. Une pente de  $-1,8$  sur une loi puissance est trouvée, en comparaison avec celle de  $-2,4$  trouvée pour l'EPDM\_S. Cela signifie que la variation dans les durées de vie induite par la variation de la taille des défauts est plus importante pour l'EPDM étudié que pour cet alliage de titane. Pour un niveau de chargement donné, il apparaît que l'EPDM\_S est un matériau très sensible à la taille des défauts.

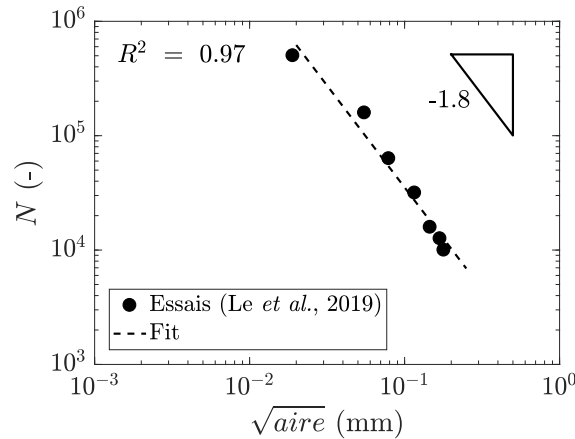


FIGURE 6.20 – Influence de  $\sqrt{aire}$  des défauts sur les durées de vie en fatigue d'un alliage de titane pour le niveau de chargement  $S_{max,normalized} = 0,6$ , courbe retracée d'après Le *et al.* (2019).

Par ailleurs, la grandeur  $\sqrt{aire}$  ne permet pas de rendre compte de l'intégralité des paramètres influents sur la criticité d'un défaut. Tout d'abord, elle ne prend pas en considération la forme du défaut, or Billaudeau *et al.* (2004) montrent que cette dernière n'est pas négligeable. De plus, la nature et les propriétés du défaut comme sa cohésion interne ou son adhésion à la matrice devraient avoir un effet sur le comportement en fatigue des élastomères. Malgré ces effets, le paramètre  $\sqrt{aire}$  permet de rassembler de manière satisfaisante les résultats de plusieurs types de défauts ayant des natures, des géométries et des propriétés très différentes. **Cela suggère que la taille des défauts est le paramètre le plus influent sur les durées de vie en fatigue de l'EPDM\_S.**

En termes de perspectives, seules des éprouvettes mini-PS sont utilisées dans ce chapitre, car il est technologiquement plus simple de réaliser le perçage sur cette géométrie. Il pourrait être intéressant d'introduire des défauts calibrés dans des éprouvettes de caractérisation des durées de vie plus classiques, par exemple des éprouvettes AE2, comme cela

est le cas dans les études sur les matériaux métalliques. En effet, les éprouvettes mini-PS ne sont généralement pas utilisées pour les approches en durées de vie, mais plutôt pour celles en propagation. Enfin, un unique niveau de chargement, correspondant à une elongation  $\lambda = 3$ , est imposé sur les mini-PS. Ce dernier est choisi pour être le plus proche possible du niveau  $\varepsilon_{max} = 200\%$  utilisé dans chapitre précédent sur les AE2. Cependant, les champs mécaniques de ces deux éprouvettes sont très différents, ce qui rend la comparaison des résultats difficile. L'évolution des durées de vie quantifiée ici n'est donc pas directement transposable à d'autres géométries d'éprouvettes.

## 6.5 Conclusions

Pour conclure, dans ce chapitre, l'influence de la taille des défauts sur les durées de vie en fatigue est étudiée en utilisant des défauts calibrés. Ces derniers sont introduits dans des éprouvettes mini-PS en effectuant un micro-perçage à froid. Cette procédure s'inspire des approches développées dans le cadre de la fatigue des matériaux métalliques depuis les années 1970, et est adaptée pour la première fois pour les élastomères. Un suivi régulier de l'endommagement en fatigue est effectué afin d'analyser les différentes étapes des durées de vie. Un découpage entre les phases d'amorçage et de propagation est ainsi proposé :  $N_i$  est le nombre de cycles correspondant à l'apparition d'une fissure, et  $N_p$  celui nécessaire pour propager cette fissure jusqu'à la rupture finale.

Le paramètre géométrique  $\sqrt{aire}$ , initialement proposé par Murakami et Endo (1983) pour représenter la taille des défauts, est ici utilisé pour regrouper les résultats des durées de vie en fatigue relatifs aux défauts calibrés et aux défauts naturels. Cette grandeur, bien qu'incomplète, permet de réunir de manière satisfaisante les résultats de ces deux types de défauts, ce qui justifie son utilisation pour estimer leur taille.

Enfin, les résultats de ce chapitre permettent de confirmer quantitativement les tendances observées dans le chapitre précédent. Les principales conclusions sont les suivantes :

- La durée de vie en fatigue diminue fortement lorsque la taille du défaut pilotant la rupture augmente, avec une pente de  $-2,4$  sur une loi puissance en considérant  $\sqrt{aire}$  pour la taille du défaut ;
- La taille du défaut influence majoritairement la phase d'amorçage qui présente une pente de  $-2,9$  en comparaison avec la phase de propagation, qui elle n'augmente presque pas lorsque la taille du défaut diminue (pente de  $-0,7$ ) ;
- L'évolution des durées de vie en fatigue est donc principalement pilotée par l'évolution du nombre de cycles nécessaire à l'amorçage d'une fissure.



## Chapitre 7

# Étude de la phase de propagation de fissures à partir de la taille des défauts jusqu'à la rupture finale

---

Dans les deux chapitres précédents, l'endommagement en fatigue d'éprouvettes AE2 et mini-PS trouées a été étudié afin de mieux comprendre les proportions des étapes d'amorçage et de propagation de fissures sur les durées de vie en fatigue. Il apparaît alors que la rupture en fatigue de l'EPDM\_S est pilotée par un seul défaut, et que plus ce dernier est gros, plus les durées de vie sont courtes. Cette influence est particulièrement marquée sur le nombre de cycles nécessaire à l'amorçage de fissures de fatigue. En comparaison, le nombre de cycles de la phase de propagation semble peu influencé par la taille des défauts. Dans le but de mieux comprendre cette étape de propagation, il est proposé dans ce chapitre de caractériser les vitesses de propagation de fissures de fatigue dans les géométries d'éprouvette AE2 et mini-PS, c'est-à-dire pour des fissures très petites en comparaison avec celles étudiées dans les grandes éprouvettes PS lors des essais de caractérisation classiques (cf. chapitre 3).

---

### Sommaire

---

7.1	État de l'art de la propagation de fissures de fatigue de petites tailles .	<b>148</b>
7.1.1	Problème des « fissures courtes » dans les matériaux métalliques	148
7.1.2	Petites fissures dans le cas des élastomères . . . . .	150
7.2	Procédures expérimentales et numériques utilisées pour caractériser les vitesses de propagation de fissures dans des éprouvettes non standard .	<b>152</b>
7.2.1	Mesures expérimentales de vitesses de propagation de fissures de fatigue . . . . .	152
7.2.2	Procédure de calcul de l'énergie de déchirement par simulations numériques . . . . .	155
7.3	Résultats relatifs à l'étape de propagation de fissures de fatigue pour différentes géométries d'éprouvettes . . . . .	<b>161</b>
7.3.1	Vitesses de propagation de fissures de fatigue mesurées expérimentalement . . . . .	161
7.3.2	Résultats de l'estimation numérique de l'énergie de déchirement	165
7.3.3	Superposition des vitesses de propagation en fonction de l'énergie de déchirement dans différentes géométries . . . . .	169
7.4	Conclusions . . . . .	<b>174</b>

---

## 7.1 État de l'art de la propagation de fissures de fatigue de petites tailles

Cette section propose un état de l'art des principaux résultats disponibles dans la littérature traitant de la propagation de fissures de petites tailles. Tout d'abord, le cas particulier des « fissures courtes » défini dans le cadre des matériaux métalliques est présenté. Puis, les quelques études traitant de la propagation de petites fissures dans le cas des élastomères sont abordées.

### 7.1.1 Problème des « fissures courtes » dans les matériaux métalliques

Pour les matériaux métalliques, la caractérisation des vitesses de propagation des fissures de fatigue est généralement faite sur des éprouvettes normalisées comportant des fissures de tailles supérieures à quelques millimètres (éprouvettes dites CT, pour *Compact Tension*). Le paramètre mécanique alors associé aux vitesses mesurées est l'amplitude du facteur d'intensité des contraintes au cours d'un cycle  $\Delta K = K_{max} - K_{min}$ . Son unité est le  $\text{MPa}\cdot\text{m}^{\frac{1}{2}}$ , et son expression mathématique est la suivante :

$$\Delta K = \alpha \Delta \sigma \sqrt{\pi a}, \quad (7.1)$$

avec  $\alpha$  un facteur de forme dépendant de la géométrie de la fissure et de la répartition des contraintes,  $\Delta \sigma$  l'amplitude de contrainte dans la direction normale au plan de la fissure en l'absence de celle-ci au cours d'un cycle et  $a$  la longueur de la fissure (Irwin, 1957).

Une courbe expérimentale représentant la vitesse de propagation de la fissure en fonction de  $\Delta K$  est montrée sur la Figure 7.1. Sur la partie droite de celle-ci, pour les grandes valeurs de  $\Delta K$ , on trouve une valeur critique notée  $K_{IC}$ , correspondant à la ténacité du matériau, pour laquelle la fissure se propage de manière catastrophique. Une évolution linéaire en représentation log-log est ensuite trouvée sur une large gamme de  $\Delta K$  (loi de Paris-Erdogan (Paris et Erdogan, 1963)). La grande particularité de certains matériaux métalliques est la présence d'un seuil, noté  $\Delta K_{th}$  ou  $\Delta K_0$ , visible sur la partie gauche de la courbe de la Figure 7.1. En dessous de ce seuil, aucune propagation de fissure de fatigue n'est observée, dans les conditions expérimentales standard utilisant des fissures longues de quelques millimètres. L'évolution de cette courbe est donc comparable avec celle des matériaux élastomères, avec toutefois l'absence de seuil pour ces derniers (cf. chapitre 1).

Cependant, pour les fissures dites « courtes », un comportement différent est observé. Ces dernières peuvent se propager pour des valeurs de  $\Delta K$  inférieures au seuil  $\Delta K_0$ , et plus vite que les fissures longues étudiées dans les éprouvettes CT pour les mêmes  $\Delta K$ . Ces effets sont représentés sur la courbe de la Figure 7.2 avec les traits pointillés en comparaison avec le trait plein qui correspond aux fissures longues. Dans la littérature, quatre types de « fissures courtes » sont identifiés (Suresh, 1991) :

- Les fissures micro-structuralement courtes, dont la taille est comparable à la taille caractéristique de la microstructure du matériau (par exemple la taille des grains pour les métaux) ;
- Les fissures mécaniquement courtes dont la taille est comparable à la taille de la zone plastique induit par leur présence ;
- Les fissures physiquement courtes, qui sont petites vis-à-vis des échelles classiques de mesures, c'est-à-dire de l'ordre du millimètre ;
- Les fissures chimiquement courtes pour lesquelles les effets d'environnement (oxydation, corrosion, etc.) sont prépondérants par rapport à la propagation mécanique de la fissure.

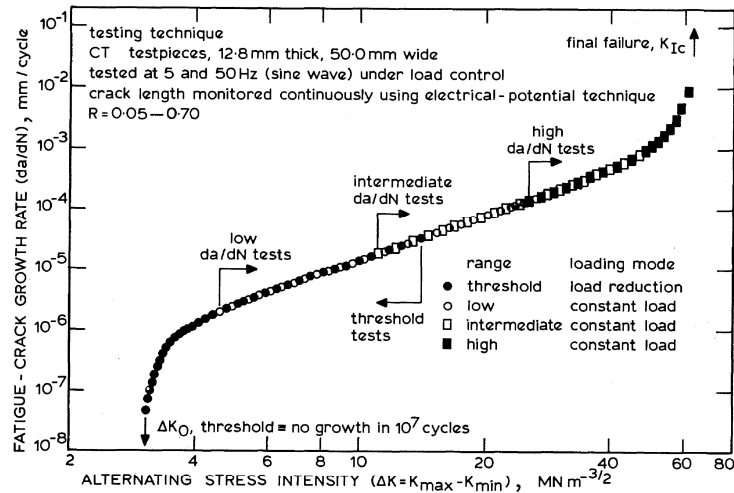


FIGURE 7.1 – Courbe de caractérisation des vitesses de propagation de fissures de fatigue en fonction du facteur d'intensité des contraintes dans un acier en utilisant des éprouvettes CT (Ritchie, 1979).

Ces définitions étant données, il est important de comprendre que la distinction entre « fissures courtes » et « fissures longues » est motivée par les observations expérimentales d'un comportement en propagation différent. La courbe de la Figure 7.2 montre que lorsqu'une fissure de fatigue s'amorce à l'échelle des défauts du matériau, sa vitesse de propagation est plus importante que celle déduite de la caractérisation faite sur des éprouvettes comportant des fissures longues. Ainsi, l'application directe des données obtenues sur des fissures longues dans le but de prédire la rupture en fatigue d'une structure peut mener à de dangereuses surestimations des durées de vie.

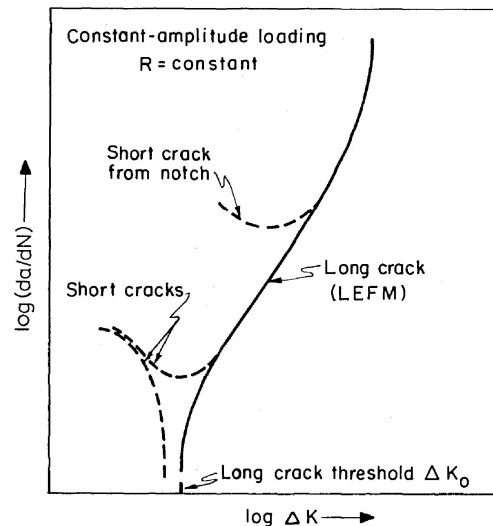


FIGURE 7.2 – Courbes de vitesses de propagation de fissures de fatigue pour les « fissures courtes » et les fissures longues (Suresh et Ritchie, 1984).

Ce phénomène de propagation de « fissures courtes » en dessous du seuil  $\Delta K_0$  est mis en évidence dans un premier temps par Frost (1959), puis confirmé par Pearson (1975) et plus tard par Kitagawa et Takahashi (1976). De nombreux articles de revues de la littérature rassemblent les résultats de différentes études dans des documents de référence, notamment (Suresh et Ritchie, 1984) et (Miller, 1987b,a). Plusieurs explications de l'origine du phénomène sont alors proposées :



- La présence de discontinuités microscopiques telles que les joints de grain ou encore les inclusions ;
- La mauvaise description de l'évolution des champs mécaniques en pointe d'une fissure courte ;
- La méconnaissance de la géométrie complexe et tridimensionnelle d'une fissure courte ;
- La difficulté de prendre en compte les effets de fermeture de fissure, qui dépendent de la taille de la fissure.

### 7.1.2 Petites fissures dans le cas des élastomères

Concernant les élastomères, très peu d'études traitent de la caractérisation des vitesses de propagation sur des pièces ou éprouvettes pour des fissures petites en comparaison avec les longues fissures utilisées dans les éprouvettes PS. Tout d'abord, dans les travaux de Busfield *et al.* (2005), des supports de boîte de vitesse sont étudiés (cf. Figure 7.3a). Des entailles d'environ 2 mm de long sont introduites sur la surface des pièces à l'aide d'une lame de rasoir. Des essais interrompus en fatigue sont ensuite réalisés, et le front de fissure est marqué à l'aide d'un stylo blanc (cf. Figure 7.3b). De cette manière, l'évolution de la géométrie du front de fissure est estimée, et la vitesse de propagation de fissure est mesurée en suivant le trajet de la profondeur de la fissure, illustré par une flèche sur la Figure 7.3b. Cependant, il n'existe pas d'expression mathématique analytique de l'énergie de déchirement pour cette géométrie de pièce. C'est pourquoi Busfield *et al.* (2005) calculent cette énergie numériquement en utilisant la méthode d'extension virtuelle de fissure (cf. Figure 7.3c).

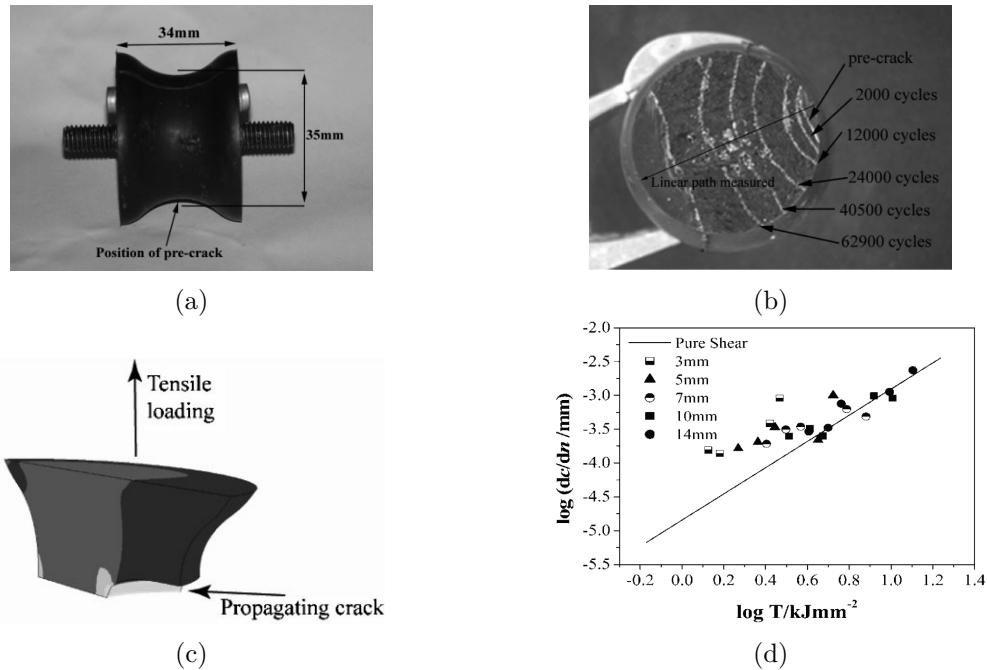


FIGURE 7.3 – Démarche expérimentale et numérique développée par Busfield *et al.* (2005) pour construire une courbe de propagation sur une pièce en NR (a) support de boîte de vitesse testé dans l'étude, (b) estimation des vitesses de propagation et de l'évolution du front de fissure par l'interruption régulière de l'essai de fatigue, (c) simulation numérique de la pièce avec une fissure pour estimer l'énergie de déchirement et (d) courbe représentant la vitesse de propagation de fissure de fatigue pour la pièce à différents niveaux de chargement et pour une éprouvette PS.

La courbe de la Figure 7.3d représente la vitesse de propagation de fissures de fatigue en fonction de l'énergie de déchirement, et ce pour plusieurs niveaux de chargement de la pièce. La droite en trait plein représente les résultats obtenus sur les éprouvettes de caractérisation PS utilisant des fissures longues. Une courbe maitresse réunissant les résultats des pièces pour les différents niveaux de chargement se dessine. De plus, une déviation par rapport à la droite correspondant aux éprouvettes PS semble apparaître sur la partie gauche de la courbe. Cette déviation correspond aux faibles niveaux d'énergie, et donc aux fissures les plus petites. Ce phénomène pourrait être comparable aux « fissures courtes » des matériaux métalliques, c'est-à-dire que pour le même taux de restitution d'énergie, les petites fissures se propagent plus vite que les fissures longues utilisées pour les éprouvettes PS. Toutefois, les auteurs attribuent cette déviation à l'effet de la lame de rasoir, qui induit une grande vitesse de propagation au début de l'essai, le temps que la fissure de fatigue s'émousse.

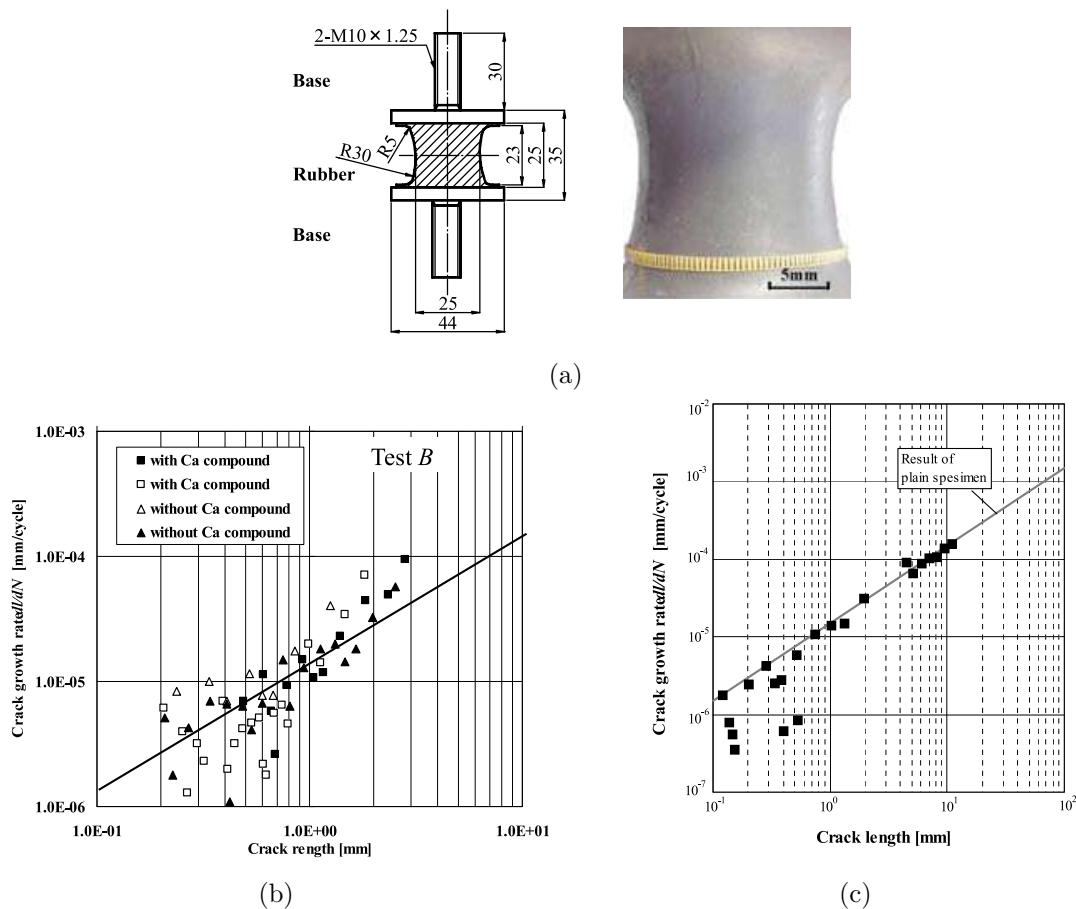


FIGURE 7.4 – Démarche expérimentale développée par Oshima *et al.* (2007) pour construire une courbe de propagation sur une éprouvette en NR (a) géométrie de l'éprouvette diabolo utilisée, (b) courbe représentant les vitesses de propagation des fissures de fatigue mesurées sur des éprouvettes diabolo en fonction de la taille des fissures pour les matériaux NR sans et avec  $\text{CaCO}_3$  et (c) pour une fissure créée par une lame.

Par ailleurs, Oshima *et al.* (2007) étudient le comportement en fatigue de deux NR, chargés ou non avec du carbonate de calcium  $\text{CaCO}_3$ , à l'aide d'une géométrie d'éprouvette diabolo (cf. Figure 7.4a). Concernant les durées de vie, ils montrent que l'ajout de  $\text{CaCO}_3$  réduit le nombre de cycles à rupture (cf. Tableau 7.1). Ils justifient cette diminution par un amorçage de fissure prématuré sur les agglomérats de  $\text{CaCO}_3$  en comparaison avec les défauts naturellement présents dans le matériau. Pour confirmer cette analyse, les

vitesse de propagation de fissures sont quantifiées. Pour ce faire, un dispositif de prise de photo est installé afin d'observer l'éprouvette à intervalles réguliers durant l'essai de fatigue. La plus petite taille de fissure ainsi mesurable est d'environ 100  $\mu\text{m}$ . La courbe de la Figure 7.4b montre les vitesses de propagation mesurées sur différentes éprouvettes en fonction de la longueur des fissures. Cette abscisse est choisie car aucun calcul d'énergie de déchirement n'est réalisé, et qu'elle semble pertinente pour comparer différentes fissures entre elles. En effet, pour un même chargement sur des éprouvettes de la même géométrie, il peut être supposé que les fronts de fissures se développent tous de la même manière. Les carrés correspondent au matériau NR sans  $\text{CaCO}_3$  et les triangles au NR avec  $\text{CaCO}_3$ . Les symboles creux ou pleins représentent des éprouvettes différentes, et la droite est un ajustement des données par une loi puissance. Tous les points expérimentaux semblent alors alignés sur une même courbe maitresse, que les fissures se soient amorcées sur des agglomérats de  $\text{CaCO}_3$  ou non.

Une entaille modèle est par la suite introduite à l'aide d'une petite lame à la surface des éprouvettes diabolos. Sur la Figure 7.4c, les vitesses de propagation obtenues, représentées par des carrés, sont comparées à la droite correspondant à l'ajustement des données mesurées précédemment sur la Figure 7.4b. Cette courbe montre que les deux résultats sont relativement bien superposés, ce qui confirme que les vitesses de propagation de fissures de fatigue mesurées ne dépendent pas des défauts à l'origine de ces fissures.

	$R$	$\sigma_a$ (MPa)	$\sigma_m$ (MPa)	$N_r$ (sans $\text{CaCO}_3$ )	$N_r$ (avec $\text{CaCO}_3$ )
Test B	-0,62	1,11	0,26	2 790	2 090

Tableau 7.1 – Conditions d'essais du Test B et résultats des durées de vie moyennes des matériaux NR sans et avec  $\text{CaCO}_3$  (Oshima *et al.*, 2007).

## 7.2 Procédures expérimentales et numériques utilisées pour caractériser les vitesses de propagation de fissures dans des éprouvettes non standard

Les procédures d'essais de fatigue interrompus effectuées dans les chapitre 5 et chapitre 6 respectivement sur des éprouvettes AE2 et mini-PS permettent de mesurer expérimentalement des vitesses de propagation de fissures. Cependant, les géométries d'éprouvettes utilisées dans ces chapitres n'étant pas standard, il n'existe pas d'expression analytique de l'énergie de déchirement. C'est pourquoi il est proposé dans un premier temps de décrire la manière dont sont mesurées les vitesses de propagation de fissures de fatigue pour les différentes géométries d'éprouvettes, puis, dans un second temps, de détailler les procédures numériques utilisées pour estimer l'énergie de déchirement correspondant aux vitesses mesurées.

### 7.2.1 Mesures expérimentales de vitesses de propagation de fissures de fatigue

Grâce aux essais interrompus réalisés dans les deux chapitres précédents, les vitesses de propagation de fissures de fatigue sont mesurées expérimentalement sur les éprouvettes mini-PS d'une part, puis AE2 d'autre part.

### 7.2.1.1 Dans les éprouvettes mini-PS avec défauts calibrés

Dans le chapitre 6, des photos sont prises tous les 200 cycles jusqu'à la rupture finale des éprouvettes mini-PS. Il est donc proposé ici de mesurer les vitesses de propagation des fissures de fatigue de toutes les éprouvettes testées. Un traitement d'image est alors réalisé pour séparer numériquement la fissure du reste de l'éprouvette. L'étape de binarisation est dans ce cas légèrement plus complexe que dans le cas des éprouvettes PS du chapitre 3 car les conditions expérimentales sont différentes. En effet, l'éclairage étant ici de face, il est nécessaire de réaliser quelques étapes supplémentaires. Dans un premier temps, un filtre médian sur une fenêtre de 2x2 pixels est appliqué pour réduire le bruit dans l'image (cf. Figure 7.5a). La binarisation est ensuite effectuée, avec un seuillage automatique (méthode d'Otsu) mais cela ne suffit pas à capturer correctement la géométrie de la fissure (cf. Figure 7.5b). Une dilatation suivie d'une érosion sur une fenêtre 10x10 pixels est par la suite réalisée pour lisser la géométrie des objets binarisés. S'en suit une érosion, suivie d'une dilatation, sur une fenêtre de 2x2 pixels pour supprimer les plus petits objets et ceux très allongés dans une direction (cf. Figure 7.5c). Un remplissage des objets est par la suite effectué, pour enfin ne conserver que le plus gros, c'est-à-dire ici le trou au milieu de l'éprouvette, incluant les fissures de part et d'autre de ce dernier. Le résultat final est présenté sur la Figure 7.5d avec le profil rouge illustrant la détection automatique du contour des fissures et du trou et les points blancs correspondant aux pointes de fissures à gauche et à droite du trou.

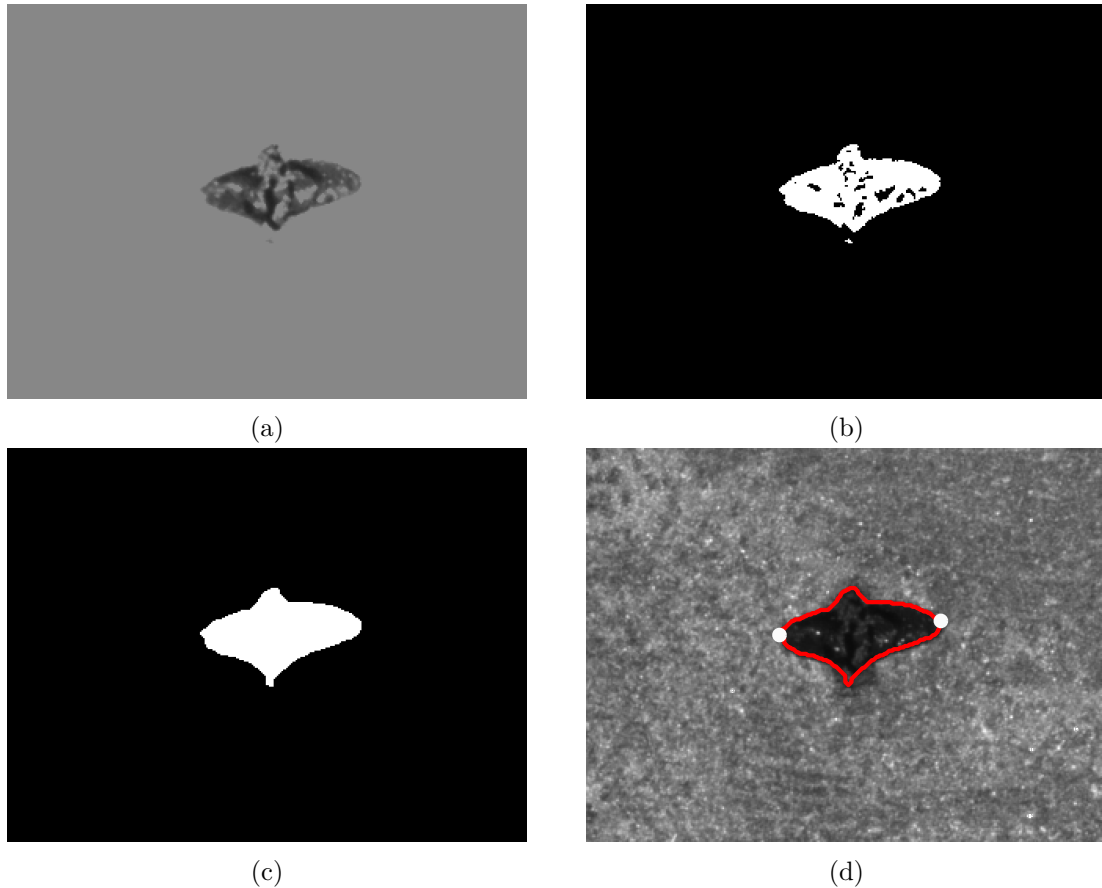


FIGURE 7.5 – Illustration de la détection automatique du trou et de la fissure avec (a) image après application d'un filtre médian, (b) image après binarisation, (c) image après dilatation/érosion suivie d'une érosion/dilatation et (d) détection des pointes de fissures à gauche et à droite en rond blanc avec le contour de la fissure en rouge sur l'image d'origine.

Une fois le trou et la fissure séparés numériquement du reste de l'éprouvette, les coordonnées des pointes de fissures à gauche et à droite du trou sont mesurables. Comme le dispositif expérimental est immobile durant toute la durée de l'essai de fatigue, l'évolution des longueurs des fissures en fonction du nombre de cycles est calculée de manière automatisée. Les deux pointes de fissures sont par la suite traitées séparément, et l'évolution de la longueur d'une fissure en fonction du nombre de cycles est illustrée sur la Figure 7.6a. La longueur de la fissure est ici définie du centre du trou à la pointe de la fissure, comme illustré sur la Figure 7.6a. Ce choix est fait car il semble le plus cohérent pour comparer les fissures émanant de différentes tailles de trous. C'est pourquoi la longueur de la fissure est constante du début de l'essai jusqu'au début de la phase de propagation, puis augmente jusqu'à la rupture finale. En dérivant cette courbe, la vitesse de propagation, notée  $\frac{dc}{dN}$  et s'exprimant en m/cycle, est calculée (cf. Figure 7.6b). La dérivation en chaque point est effectuée en calculant une pente mobile linéaire sur 3 points.

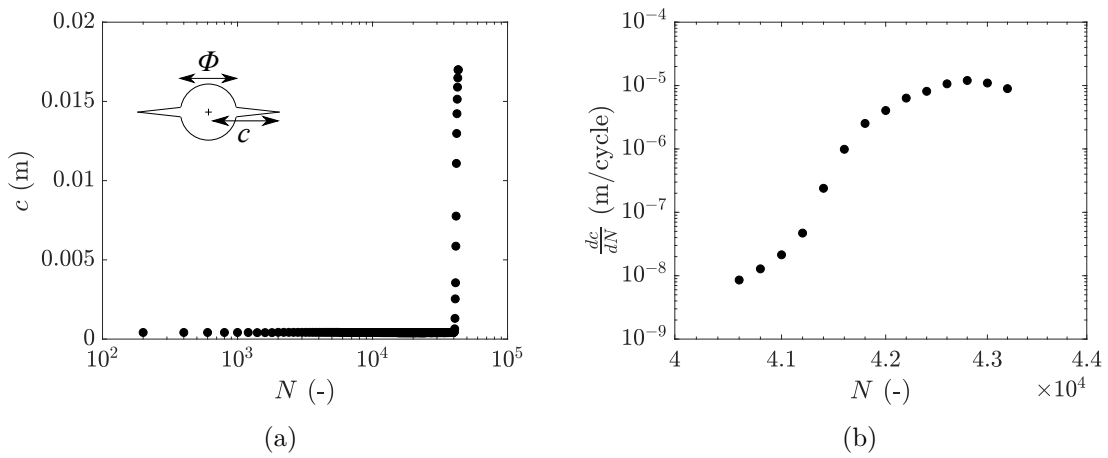


FIGURE 7.6 – Exemple de post-traitement de la vitesse de propagation d'une fissure de fatigue dans une éprouvette mini-PS en EPDM\_S avec un trou de diamètre 0,8 mm (a) évolution de la longueur de la fissure, notée  $c$ , en fonction du nombre de cycles et schéma représentant la méthode de mesure de la longueur de la fissure avec  $\phi$  le diamètre du trou et (b) calcul de la vitesse de propagation par dérivation.

### 7.2.1.2 Dans les éprouvettes AE2 interrompues en fatigue

Les observations MEB du chapitre 5 sont reprises ici, et analysées en terme de vitesse de propagation de fissures de fatigue. Sachant que chaque observation est séparée de 1 050 cycles, il est possible d'en déduire une vitesse de propagation de fissures de fatigue. Pour ce faire, la longueur des fissures dans la direction perpendiculaire à la direction de traction, notée  $l$ , est mesurée tout au long de l'essai (cf. Figure 7.7a). Contrairement aux éprouvettes mini-PS de la section précédente, l'automatisation de la mesure des longueurs des fissures est délicate car les conditions d'observation sont différentes à chaque interruption. La mesure se fait donc manuellement en utilisant le logiciel ImageJ<sup>1</sup>. A chaque fissure est associée une évolution de longueur en fonction du nombre de cycles (cf. Figure 7.7b). En traçant cette courbe, une estimation de la vitesse de propagation, notée  $\frac{dl}{dN}$  et s'exprimant en m/cycle, est obtenue (cf. Figure 7.7c). Tout comme pour les éprouvettes mini-PS, la dérivation en chaque point est effectuée en calculant une pente mobile linéaire sur 3 points.

1. <https://imagej.nih.gov/ij/>

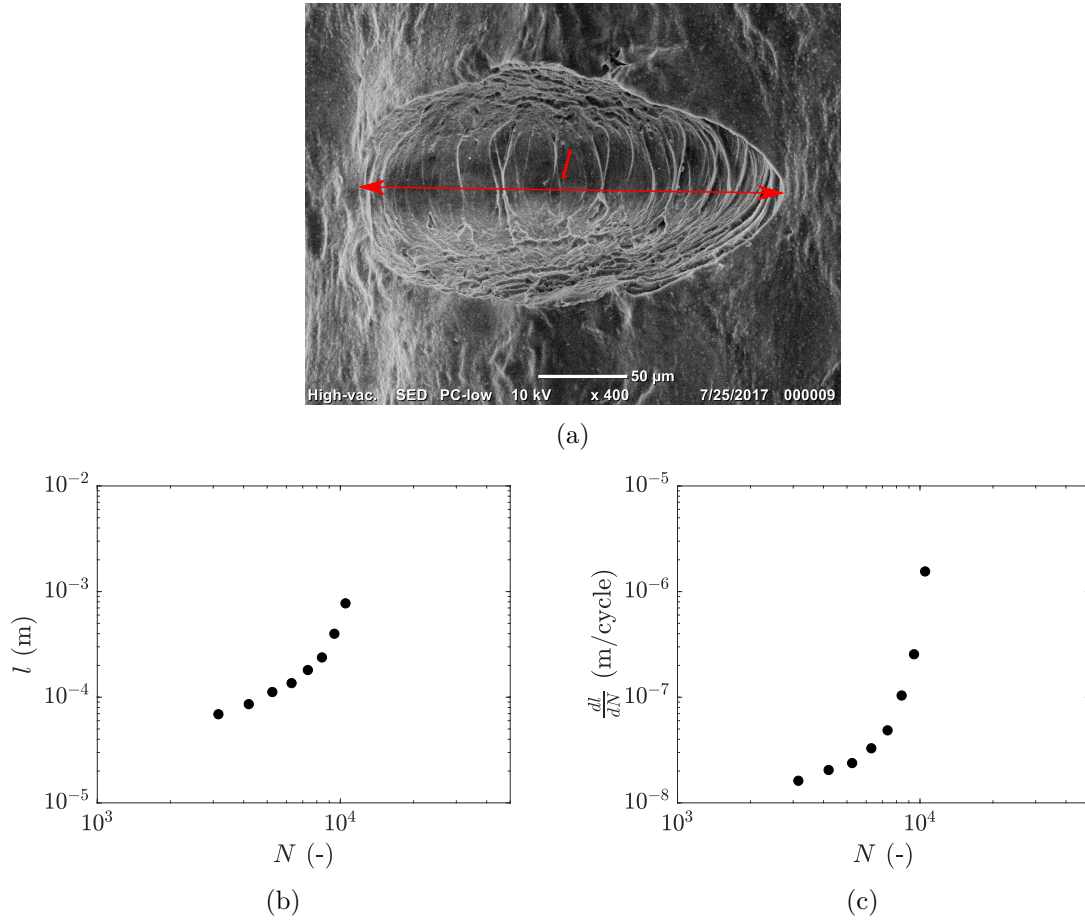


FIGURE 7.7 – Procédure de mesure de la vitesse de propagation des fissures de fatigue pour les éprouvettes AE2 (a) mesure de la longueur de la fissure sur un cliché MEB de la surface d’une éprouvette AE2 en EPDM\_S après une interruption de l’essai de fatigue, (b) évolution de la longueur de la fissure en fonction du nombre de cycles et (c) calcul de la vitesse de propagation par dérivation.

### 7.2.2 Procédure de calcul de l’énergie de déchirement par simulations numériques

Dans cette section, la méthode d’extension virtuelle de fissure est choisie pour estimer l’énergie de déchirement dans les différentes géométries d’éprouvettes testées. Cette méthode consiste en la réalisation d’un grand nombre de simulations, chacune comportant une fissure de taille différente, pour en déduire une énergie de déchirement (Hellen, 1975, 1989). Elle implique donc d’imposer une géométrie de front de fissure et un trajet de propagation. Dans ces travaux de thèse, ces caractéristiques sont déduites des expériences réalisées dans les chapitres précédents. Le logiciel Abaqus est utilisé pour réaliser les simulations numériques, et une programmation Python est développée pour automatiser la mise en données et le post-traitement des résultats. Les calculs sont effectués sur le supercalculateur LIGER<sup>2</sup> disponible à l’Institut de Calcul Intensif (ICI) à l’École Centrale de Nantes. Seul le modèle de comportement Mooney-Rivlin identifié dans le chapitre 3 est utilisé. Les simulations sont faites dans un cadre quasi-statique, et la non-linéarité géométrique est activée.

---

2. <https://supercomputing.ec-nantes.fr/>

### 7.2.2.1 Pour les éprouvettes mini-PS avec défauts calibrés

Les simulations des éprouvettes mini-PS sont faites en 2D en contraintes planes. On suppose que les axes  $x$  et  $y$  passant par le centre du trou sont des axes de symétrie du problème (cf. Figure 7.8). C'est pourquoi, seul un quart des éprouvettes mini-PS trouées est modélisé. Il est de plus rappelé que seul le niveau d'élongation  $\lambda = 3$  est étudié sur cette géométrie d'éprouvette dans ces travaux de thèse. Les conditions limites sont présentées sur la Figure 7.8. Pour représenter le chargement appliqué par les mors sur le haut de l'éprouvette ( $\lambda = 3$ ), le déplacement dans la direction  $x$  est bloqué, et celui dans la direction  $y$  est imposé et égal à 6 mm. Sur le côté droit de l'éprouvette, une condition de symétrie par rapport à l'axe  $y$  est imposée. Sur le bas de l'éprouvette, une condition de symétrie par rapport à l'axe  $x$  est imposée, sauf pour les nœuds définissant la fissure. Cela implique que le trajet de propagation de la fissure est supposé rectiligne suivant l'axe  $x$ . Bien que cela permette de simplifier la modélisation, il est montré dans le chapitre 6 que le trajet n'est pas rigoureusement rectiligne, et qu'il y a un léger décalage au début de la propagation entre les fissures à gauche et à droite, ce qui induit une asymétrie. Ces effets sont considérés ici comme négligeables sur le calcul de l'énergie de déchirement.

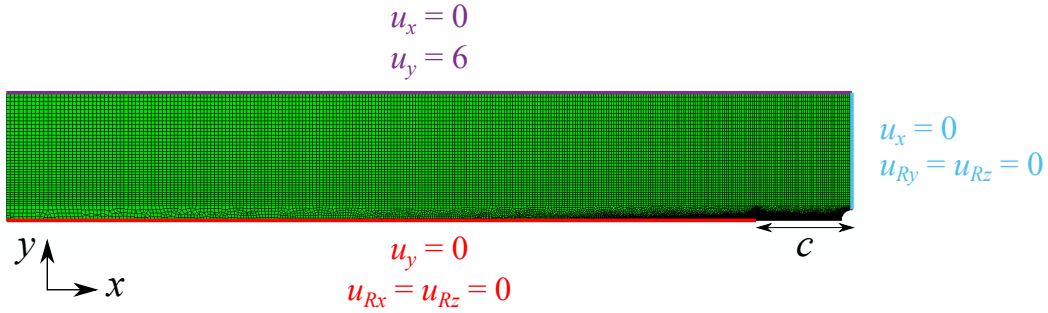


FIGURE 7.8 – Conditions limites appliquées sur une éprouvette mini-PS avec un trou de 0,8 mm et une fissure de 2 mm de long.

Des éléments de type rectangulaire totalement intégré (CPS4) sont utilisés. Le maillage est raffiné au niveau de la pointe de fissure jusqu'à une taille de maille de 0,0005 mm, et il est relâché sur les bords de l'éprouvette pour atteindre une taille de maille de 0,05 mm. Pour chaque taille de trou, 280 tailles de fissures comprises entre 0,01 mm et 19 mm sont simulées. Pour chacune de ces simulations, l'énergie interne totale, notée ici  $U$ , est calculée. Cette mesure correspond à l'énergie « ALLIE » pour *All Internal Energy* sur Abaqus. Puisque la loi de comportement Mooney-Rivlin est utilisée, sans aucun phénomène dissipatif modélisé, cette énergie correspond à l'énergie de déformation totale dans l'éprouvette. L'énergie de déchirement  $T$  est calculée en utilisant sa définition originelle (Rivlin et Thomas, 1953), dont l'expression mathématique est rappelée ci-dessous :

$$T = -\frac{dU}{dS}, \quad (7.2)$$

avec  $S$  la surface de la fissure, c'est-à-dire dans notre cas  $S = el$  avec  $e$  l'épaisseur de l'éprouvette mini-PS et  $l$  la longueur de la fissure.

La dérivation en chaque point est effectuée en calculant une pente mobile linéaire sur 3 points. Par ailleurs, afin de vérifier la validité des simulations en deux dimensions, des simulations 3D d'éprouvettes mini-PS trouées, sans fissure, sont effectuées. Les résultats sont présentés en Annexe B et montrent que l'évolution des champs mécaniques dans l'épaisseur de l'éprouvette mini-PS au voisinage du trou est très faible. Malgré quelques différences, les simulations numériques en 2D et 3D sont considérées suffisamment proches pour choisir une représentation 2D.



### 7.2.2.2 Pour les éprouvettes PS

Des simulations d'extensions virtuelles de fissures sont réalisées pour les éprouvettes PS utilisées dans le chapitre 3 dans le cadre de la caractérisation des vitesses de propagation de fissures de fatigue. Malgré l'existence d'une équation analytique permettant de calculer l'énergie de déchirement pour ces géométries, ces simulations sont effectuées afin de comparer de manière cohérente les résultats de toutes les géométries d'éprouvettes testées dans ces travaux de thèse. La procédure est très similaire à celle développée pour les éprouvettes mini-PS. Un quart de l'éprouvette est modélisé en 2D en contraintes planes. Des éléments de type rectangulaire totalement intégré (CPS4) sont utilisés. Le maillage est raffiné au niveau de la pointe de fissure jusqu'à une taille de maille de 0,05 mm, et il est relâché sur les bords de l'éprouvette pour atteindre une taille de maille de 0,1 mm. Les conditions limites sont illustrées sur la Figure 7.9. Contrairement aux éprouvettes mini-PS, la fissure est cette fois sur le bord gauche de l'éprouvette. De plus, les mesures de vitesses de propagation expérimentales sont effectuées dans les conditions de cisaillement pur de l'éprouvette, c'est-à-dire lorsque la fissure est suffisamment grande et que l'énergie de déchirement ne dépend plus de la taille de la fissure. C'est pourquoi seulement 16 fissures de tailles différentes sont simulées entre 40 mm et 70 mm de longueur pour tous les niveaux de chargement testés dans le chapitre 3. L'énergie de déchirement est ensuite calculée grâce à l'équation 7.2.

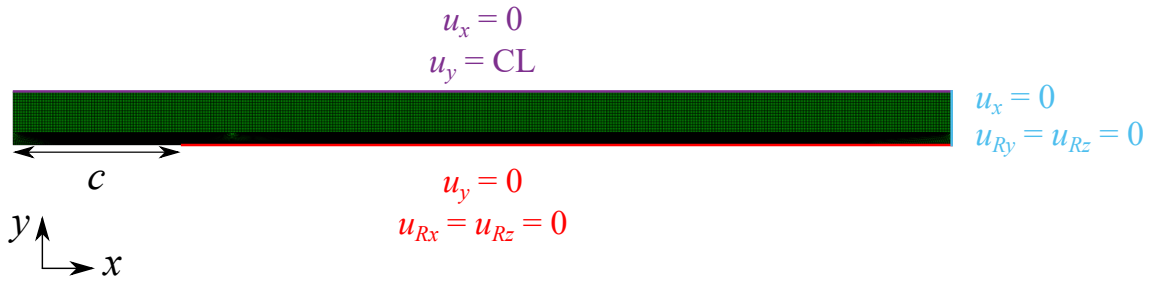


FIGURE 7.9 – Conditions limites appliquées sur une éprouvette PS comportant fissure de longueur 70 mm, avec CL le déplacement imposé par les mors.

### 7.2.2.3 Pour les éprouvettes AE2

Dans l'ensemble, le concept général de calcul de l'énergie de déchirement est le même que celui de la section précédente. Toutefois, dans le cas des éprouvettes AE2, la géométrie des fissures est complexe et il est nécessaire de réaliser des simulations 3D. De plus, les éprouvettes AE2 sont de grandes dimensions par rapport aux fissures étudiées, ce qui pose un problème pour la taille du domaine considéré.

Dans un premier temps, une estimation de la forme des fissures dans les éprouvettes AE2 est nécessaire. Pour ce faire, des éprouvettes AE2 interrompues en fatigue sont obtenues et des coupes sont réalisées au cutter au milieu des fissures de fatigue présentes en surface (cf. Figure 7.10a). De cette manière, il est possible de mesurer leurs dimensions dans le plan découvert par la découpe (cf. Figure 7.10b). Trois fissures sont étudiées de la sorte, ce qui permet de faire une hypothèse sur le front de fissure et son évolution en fonction de sa taille. Il est ainsi montré sur la Figure 7.10c que le front de fissure peut être supposé semi-elliptique, avec un rapport de demi-grands axes qui semble constant avec  $\frac{a}{b} = 0,8$ . Cette géométrie de fissure est par conséquent extrapolée à toutes les tailles de fissures étudiées dans la suite de cette section. Cette hypothèse semble raisonnable car les plus grandes fissures rencontrées dans les éprouvettes AE2 ne dépassent pas les 2 mm de longueur. Pour ces dimensions, Busfield *et al.* (2005) montrent que le front de fissure sur



des géométries de pièces axisymétriques ne semble pas encore influencé par la taille de la fissure (cf. Figure 7.3d).

En pratique, la longueur mesurée expérimentalement est notée  $l$ . La profondeur de la fissure, notée  $c$ , s'exprime alors de la manière suivante :

$$c = \frac{0,8}{2}l. \quad (7.3)$$

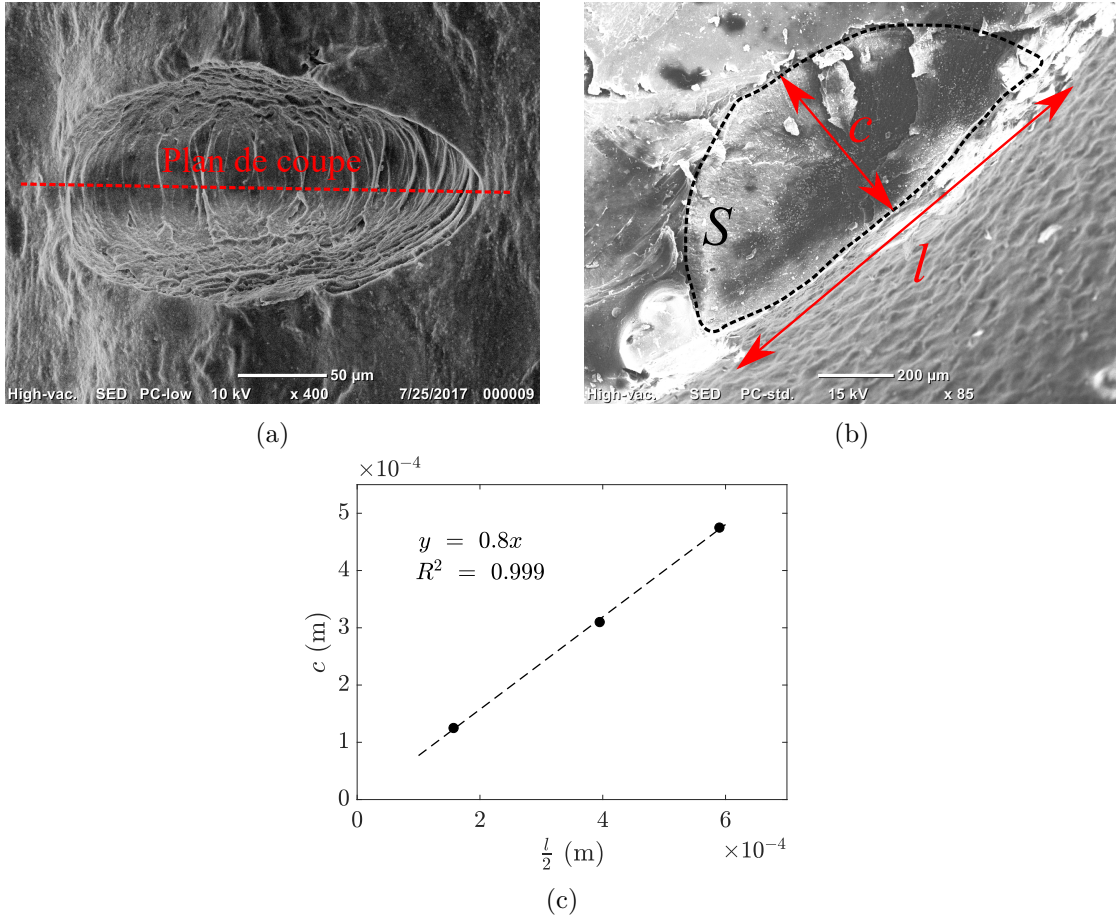


FIGURE 7.10 – Méthode d'estimation de la géométrie du front de fissure (a) cliché MEB d'une fissure de fatigue sur la surface d'une éprouvette AE2 en EPDM\_S avec une droite rouge pointillée représentant le plan de découpe, (b) cliché MEB de la surface découpée et analyse des dimensions de cette fissure et (c) courbe représentant la demi-longueur de la fissure en fonction de sa profondeur avec l'ajustement d'une loi linéaire.

Dans le but de réduire la taille du modèle 3D, des simulations 2D axisymétriques sans fissures sont dans un premier temps effectuées. Des éléments de type rectangulaire axisymétrique hybride avec intégration complète (CAX4H) sont choisis et la taille de maille est de 0,05 mm. Une fois la simulation terminée, les conditions limites en déplacement sur un petit morceau de l'éprouvette AE2 sont extraites. Les bords de ce morceau, mesurant 1 mm de hauteur et 2 mm de longueur sur la partie supérieure, sont illustrés en rouge sur la Figure 7.11a. Un modèle 3D de ce morceau est construit en effectuant une révolution de ce dernier sur un angle de  $20^\circ$ . Cet angle correspond à un arc de cercle de longueur 1,8 mm au niveau de la zone médiane de l'éprouvette. La plus grande fissure modélisée dans cette section est de longueur  $\frac{l}{2} = 0,55$  mm, ce qui est considéré par la suite comme petit devant la taille du domaine. Les conditions limites ensuite appliquées au modèle sont présentées sur la Figure 7.11b. Sur les faces correspondant aux bords illustrés en rouge

sur la Figure 7.11a, les conditions limites extraites de la simulation 2D sont affectées. Une symétrie par rapport à l'axe  $\theta$  est imposée sur les deux faces sur les côtés. Enfin une symétrie d'axe  $z$  est utilisée sur la face inférieure.

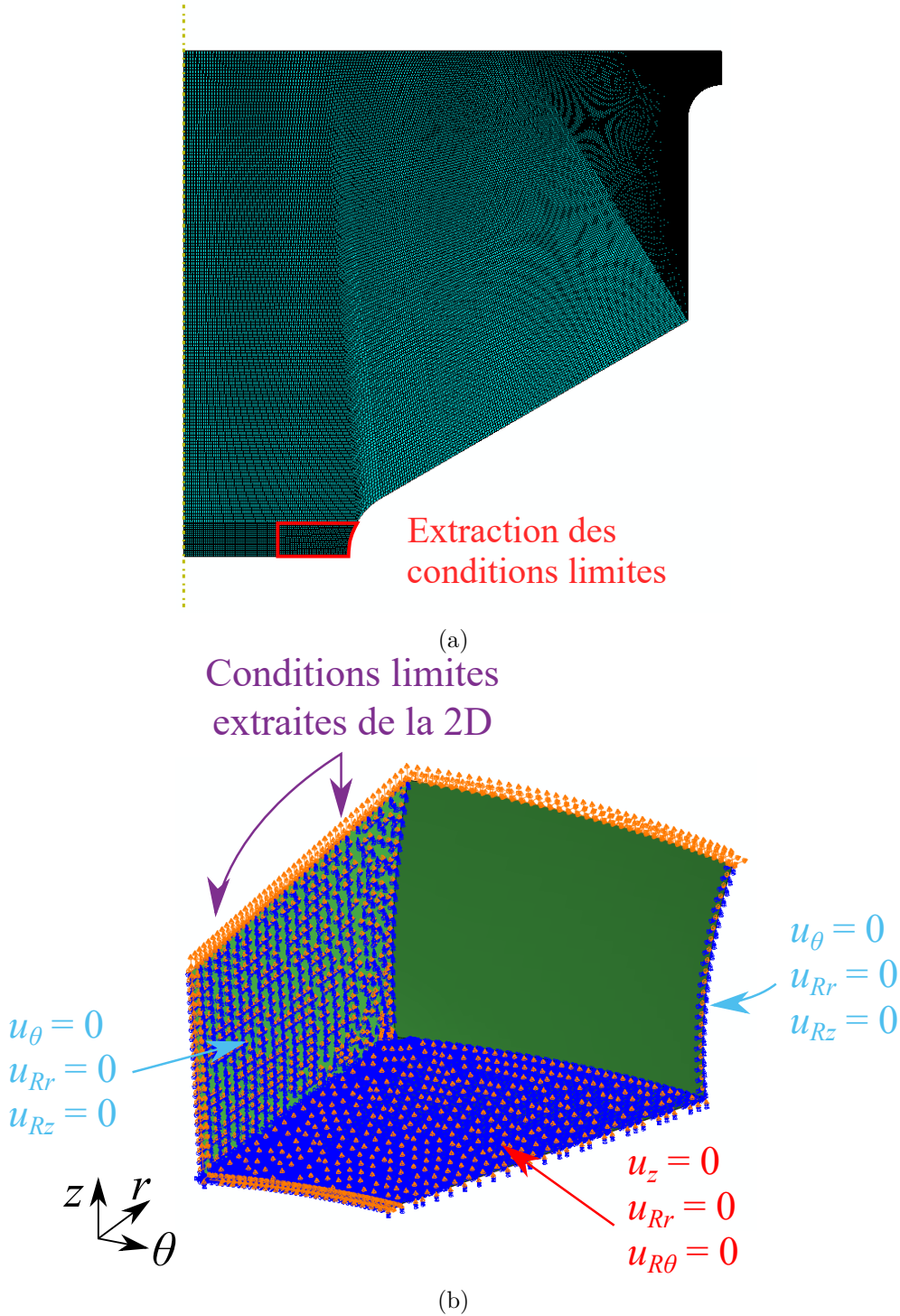


FIGURE 7.11 – (a) Modèle 2D axisymétrique d'une éprouvette AE2 avec en rouge la définition de la portion utilisée pour le modèle 3D et (b) modèle 3D d'une portion d'éprouvette AE2 avec les différentes conditions limites appliquées sur les bords du domaine.

En utilisant ce morceau d'AE2 en 3D, la taille du domaine numérique est grandement réduite, et il est possible d'affiner la taille du maillage au voisinage de la fissure. Un exemple de modèle 3D avec une fissure en surface est montré sur la Figure 7.12a. La

stratégie de maillage est présentée sur les Figures 7.12b et 7.12c. La pointe de fissure, de forme elliptique, est entourée par un demi-tube composé uniquement d'éléments de type hexaédrique hybride avec intégration complète (C3D8H) de taille 0,0005 mm. Une zone sphérique comprenant ce tube est ensuite maillée librement avec des éléments de type tétraédrique (C3D4) pour assurer une transition vers le reste du domaine, composé d'éléments C3D8H de taille 0,05 mm. La fissure est ensuite définie par l'absence de conditions limites pour les nœuds composant la fissure (cf. Figure 7.12d).

Maintenant que le modèle 3D est établi, et que le front de fissure est supposé connu, la même méthode que pour les éprouvettes mini-PS peut être appliquée. 100 tailles de fissures d'une longueur comprise entre 0,01 mm et 1 mm sont simulées. Pour chacune de ces simulations, l'énergie interne totale  $U$  est récupérée. L'énergie de déchirement  $T$  est calculée d'après l'équation 7.2. La dérivation en chaque point est effectuée en calculant une pente mobile linéaire sur 3 points.

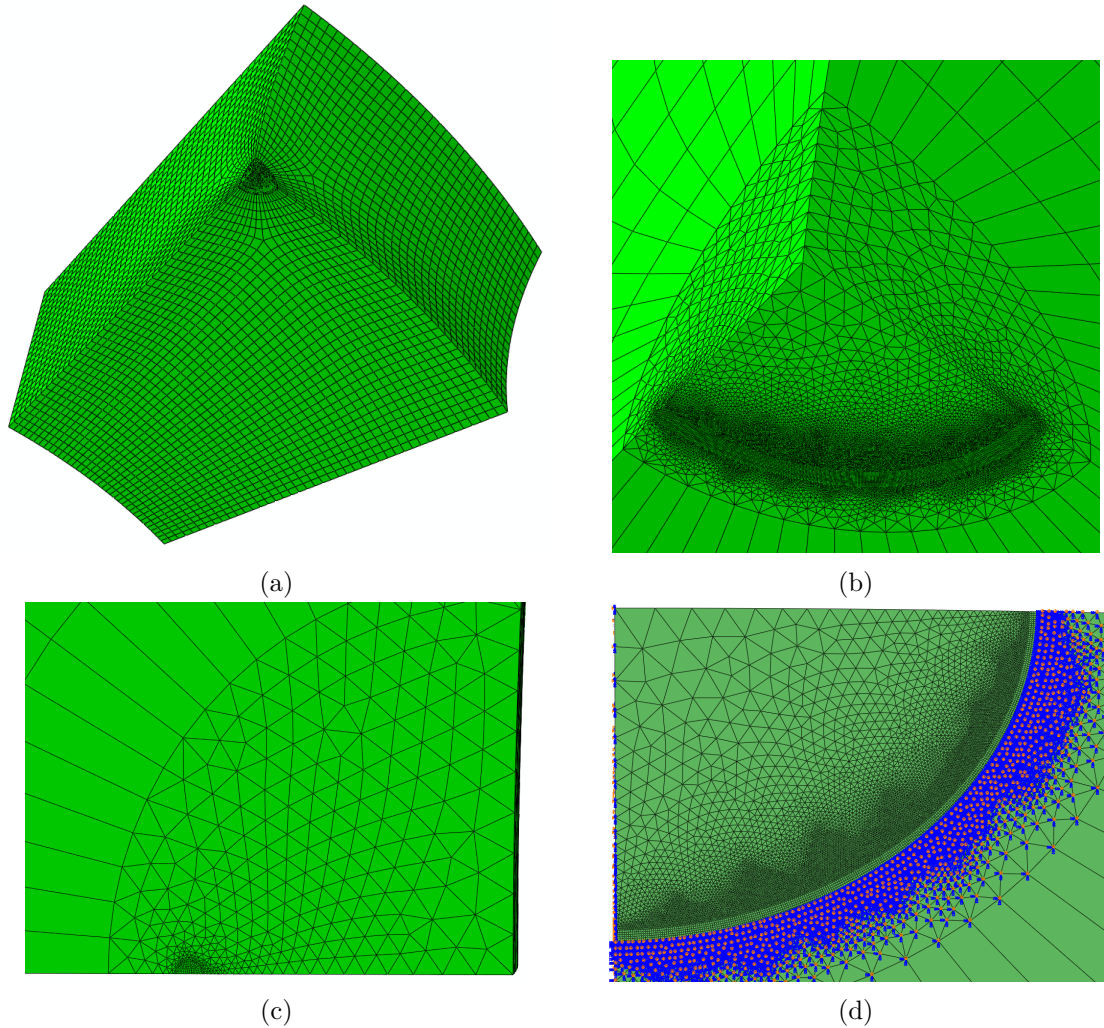


FIGURE 7.12 – Modèle 3D d'une petite portion d'une éprouvette AE2 avec une fissure au niveau de la surface (a) modèle 3D complet, (b) zoom sur la zone de la fissure, (c) vue de côté du maillage proche de la fissure et (d) vue de dessous du maillage avec en bleu les conditions limites de symétrie sur l'axe  $z$  qui définissent la géométrie de la fissure.

## 7.3 Résultats relatifs à l'étape de propagation de fissures de fatigue pour différentes géométries d'éprouvettes

Les résultats de ce chapitre se répartissent dans trois sections. Dans un premier temps, seules les mesures expérimentales des vitesses de propagation de fissures de fatigue sont présentées pour les éprouvettes mini-PS et AE2. Ces vitesses sont alors tracées en fonction de la longueur des fissures, un paramètre purement géométrique et dépendant de la géométrie des éprouvettes. Dans un second temps, les résultats des simulations numériques de toutes les géométries d'éprouvettes sont détaillés, et les estimations des énergies de déchirement en fonction des tailles des fissures sont fournies. Enfin, la dernière section rassemble les résultats des deux sections précédentes afin de comparer les vitesses de propagation mesurées pour les trois géométries d'éprouvettes testées dans ces travaux de thèse, à savoir : mini-PS, PS et AE2.

### 7.3.1 Vitesses de propagation de fissures de fatigue mesurées expérimentalement

Dans cette section sont présentées les mesures expérimentales des vitesses de propagation de fissures de fatigue dans les éprouvettes mini-PS d'une part, puis dans les éprouvettes AE2 d'autre part.

#### 7.3.1.1 Dans les éprouvettes mini-PS

Pour chaque taille de trou introduit dans les éprouvettes mini-PS, les vitesses de propagation de fissures de fatigue en fonction de la taille des fissures sont analysées sur la Figure 7.13. Il est rappelé que la taille de la fissure est ici définie par rapport au centre du trou. Les plus petites fissures détectées mesurent environ 70  $\mu\text{m}$ . Cela correspond en pratique à une fissure de 2 pixels sur un trou de 100  $\mu\text{m}$ , ce qui constitue notre limite de résolution. Toutes les courbes de la Figure 7.13 présentent à peu près la même évolution. Pour les petites fissures, sur la partie gauche de la courbe, la vitesse de propagation est à peu près égale à  $\frac{dc}{dN} = 7\text{e}-9$  m/cycle. La vitesse augmente ensuite avec la croissance de la fissure jusqu'à atteindre un plateau de vitesse d'environ  $\frac{dc}{dN} = 5\text{e}-6$  m/cycle à partir de fissures de taille  $c = 2$  mm. Ces conditions mécaniques pour lesquelles la vitesse de propagation ne dépend plus de la longueur de la fissure correspondent aux conditions de cisaillement pur recherchées dans les expériences de caractérisation classiques, ce qui sera confirmé par la suite grâce aux simulations numériques de propagation de fissures dans la section 7.3.2.1.

Les vitesses de propagation associées à toutes les tailles de défauts calibrés sont superposées sur la Figure 7.14. Les résultats sont relativement dispersés, mais il apparaît tout de même que les évolutions de ces courbes sont comparables. Cela suggère que la taille des défauts n'a pas d'influence notable sur le comportement du matériau à la propagation de fissure. En revanche, la taille du défaut détermine la taille de la fissure, et donc sa vitesse initiale.

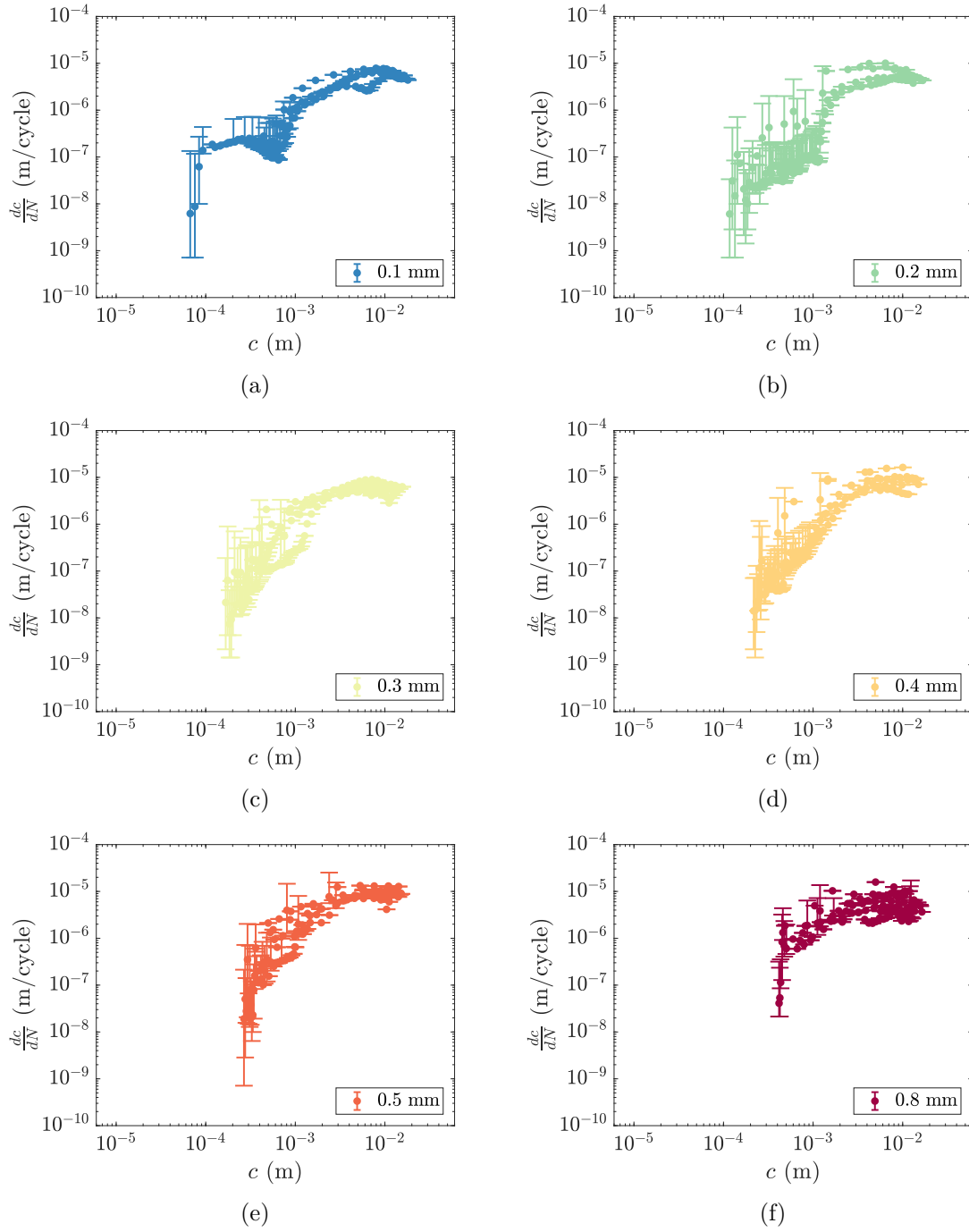


FIGURE 7.13 – Vitesses de propagation de fissures de fatigue en fonction de la longueur des fissures dans les éprouvettes mini-PS en EPDM\_S pour les différents diamètres de trou (a) 0,1 mm, (b) 0,2 mm, (c) 0,3 mm, (d) 0,4 mm, (e) 0,5 mm et (f) 0,8 mm.



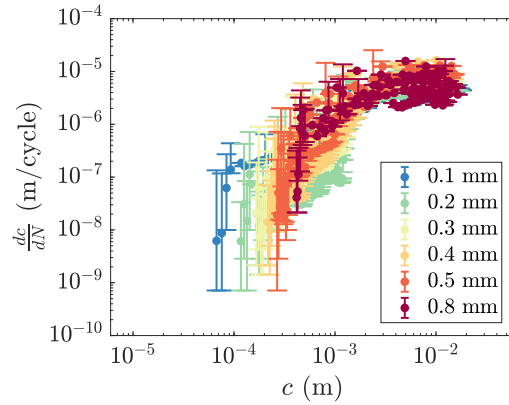


FIGURE 7.14 – Vitesses de propagation de fissures de fatigue en fonction de la longueur des fissures dans les éprouvettes mini-PS en EPDM\_S pour l'ensemble des tailles de défauts calibrés.

### 7.3.1.2 Dans les éprouvettes AE2

Les vitesses de propagation mesurées sur les éprouvettes AE2 sont tracées en fonction de la longueur des fissures (cf. Figure 7.15). Ceci permet dans un premier temps de superposer les résultats des 47 fissures observées sur les dix éprouvettes AE2. Chaque point correspond à la vitesse d'une fissure à un instant donné. Une courbe maitresse semble alors se dessiner pour l'ensemble des points expérimentaux. La courbe de la Figure 7.15 fait apparaître deux régimes, qui sont affichés en pointillés rouges. Ces derniers sont uniquement tracés pour simplifier la lecture et ne correspondent pas à une régression des données. La transition entre ces deux régimes se trouve au niveau des fissures mesurant 100  $\mu\text{m}$  de long. En dessous de cette taille, l'augmentation de la vitesse est relativement faible, et les fissures se propagent à des vitesses comprises entre  $1\text{e-}9 < \frac{dl}{dN} < 1\text{e-}8$  m/cycle. Au-dessus de 100  $\mu\text{m}$ , la vitesse de propagation des fissures augmente avec une pente plus importante, et ce jusqu'à la rupture finale.

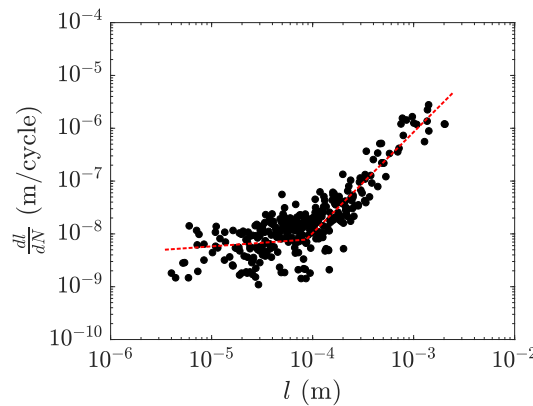


FIGURE 7.15 – Évolution de la vitesse de propagation de fissures de fatigue en fonction de la taille de la fissure mesurée sur des éprouvettes AE2 en EPDM\_S.

Pour compléter l'analyse, chaque fissure est associée au type de défaut responsable de cette dernière. Les résultats sont présentés sur les courbes des Figure 7.16a pour les inclusions carbonées, Figure 7.16b pour les oxydes de zinc et Figure 7.16c pour les bavures. Un code couleur permet également d'identifier les différents stades auxquels elles appartiennent. Pour les deux types d'inclusions, aucune différence particulière n'est notable.

Pour les oxydes de zinc comme pour les inclusions carbonées, la transition de régimes semble liée au stade de la fissure. En effet, lorsqu'elle est en stade 3, elle est dans le deuxième régime de propagation, et montre une forte accélération liée à sa croissance. En revanche lorsqu'elle est en stade 2, elle suit le premier régime, de faible accélération. Cela pourrait signifier que le défaut influence bien le comportement de la fissure sur le début de la propagation (c'est-à-dire en stade 2). Il est important de noter que cette influence est néfaste pour le comportement en fatigue. En effet, si l'on considère uniquement le régime du stade 3 et qu'on le prolonge pour les plus petites tailles de fissures, alors il apparaît que les vitesses de propagation mesurées expérimentalement pour le stade 2 sont au-dessus de ce prolongement. Toutefois, cette tendance est beaucoup moins claire pour les bavures, où seul un régime semble se démarquer. Le premier régime pour les inclusions carbonées et les oxydes de zinc apparaît surtout grâce aux petites inclusions d'environ  $10\text{ }\mu\text{m}$ , et aucune bavure de ces dimensions n'a été observée comme responsable de l'amorçage de fissures, ce qui rend la discussion de la courbe délicate. En effet, la taille des pieds de bavures est en moyenne plus importante que celle des inclusions, ce qui fait que lorsqu'une fissure s'amorce sur une bavure, sa taille est déjà proche de la phase de transition (cf. Figure 7.16c).

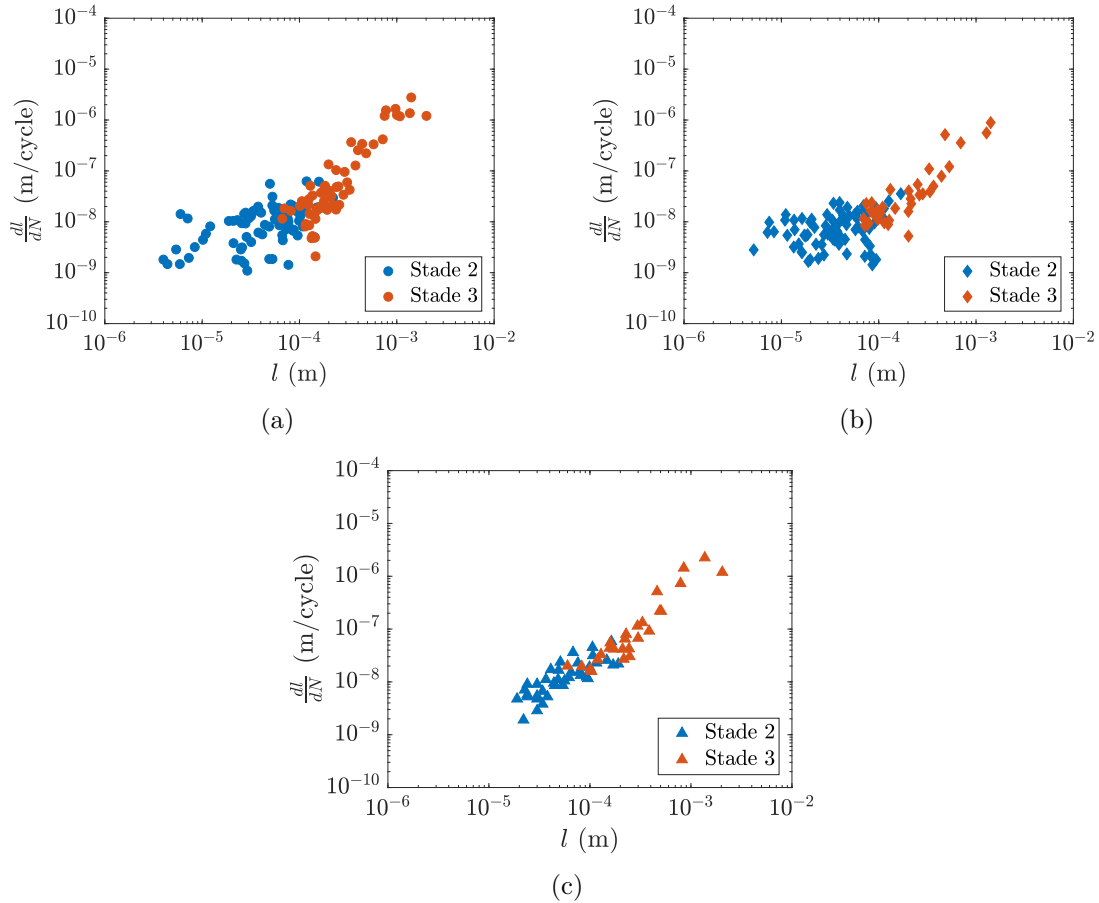


FIGURE 7.16 – Vitesses de propagation de fissures de fatigue en fonction de la taille des fissures mesurées sur des éprouvettes AE2 en EPDM\_S pour (a) les inclusions carbonées, (b) les oxydes de zinc et (c) les bavures.

Dans la littérature, Oshima *et al.* (2007) trouvent que la vitesse de propagation dépend uniquement de la taille de la fissure à un instant donné et pas du défaut à l'origine de l'amorçage de cette fissure. En revanche, ils ne mettent pas en évidence l'existence de deux régimes. Deux hypothèses sont alors envisagées pour expliquer cette différence. La

première est que la résolution de leur dispositif expérimental est trop faible pour capter ce régime. En effet, les plus petites fissures observées dans les travaux de Oshima *et al.* (2007) sont de l'ordre de 100  $\mu\text{m}$  de long, or il est montré ici que la plupart des fissures de cette taille sont déjà en stade 3 de la propagation, c'est-à-dire sur le deuxième régime. Le premier régime est uniquement visible pour les fissures dont les longueurs sont inférieures à 100  $\mu\text{m}$ . La deuxième hypothèse est que le MEB pourrait avoir une influence non négligeable sur le comportement en fatigue de l'EPDM\_S. Les observations sont susceptibles d'augmenter les vitesses de propagation en particulier pour les petites fissures car ces dernières nécessitent une grande focalisation du faisceau d'électrons lors des prises de photos en comparaison avec les grandes fissures. Cependant, l'EPDM étant une matrice élastomère ayant une bonne résistance au rayonnement électromagnétique (IFOCA, 2017), et des précautions ayant été prises lors de l'acquisition des photos MEB, la première hypothèse est privilégiée.

En résumé, les procédures développées dans les chapitre 5 et chapitre 6 permettent de mesurer expérimentalement des vitesses de propagation pour des fissures de fatigue dont les dimensions sont inférieures à celles classiquement rencontrées lors des essais de caractérisation sur des éprouvettes PS (cf. chapitre 3). Les résultats des éprouvettes AE2 suggèrent que les vitesses mesurées pour les petites fissures sont supérieures à celles qui pourraient être déduites d'une extrapolation de celles des fissures longues. Cependant, ces vitesses sont seulement tracées en fonction de la taille des fissures, qui est un paramètre très dépendant de la géométrie des éprouvettes. Il est donc délicat de conclure sur cette tendance uniquement. C'est pourquoi dans la section suivante, il est proposé d'estimer l'énergie de déchirement pour ces deux géométries afin d'être en mesure de retracer les différents résultats sur une même courbe de propagation.

#### 7.3.2 Résultats de l'estimation numérique de l'énergie de déchirement

Dans cette section, les estimations numériques des énergies de déchirement en fonction de la taille des fissures sont présentées, et ce pour les trois types de géométries d'éprouvettes testées dans ces travaux de thèse : mini-PS, PS et AE2.

##### 7.3.2.1 Dans les éprouvettes mini-PS

Une vue de la déformée est donnée sur la Figure 7.17a. Sur cette dernière, la déformation nominale principale maximale (NE) est représentée. Les valeurs atteintes en pointe de fissure sont extrêmement grandes et non-physiques (24 900%), mais elles sont très localisées dans un faible volume (cf. Figure 7.17b).

Lorsque la fissure grandit, l'énergie interne totale décroît, comme illustré sur la Figure 7.18a tout en sachant que les champs mécaniques dans la zone de la pointe de fissure restent similaires. La décroissance d'énergie interne totale observée sur la Figure 7.18a est due au fait qu'il y a de moins en moins de matière résistant au chargement. De plus, la proportion d'énergie interne dans la zone de la pointe de fissure par rapport à l'énergie interne totale est faible (0,01%) car le volume fortement déformé est très petit. Les grandes valeurs de déformations atteintes en pointe de fissure ne sont donc pas critiques pour le calcul de l'énergie de déchirement. Cette énergie de déchirement est représentée sur la Figure 7.18b en fonction de la longueur de la fissure pour toutes les tailles de trous introduits dans les éprouvettes mini-PS. Cette énergie croît avec la taille de la fissure jusqu'à atteindre un plateau où elle ne dépend plus de la taille de la fissure. Ce plateau est atteint pour des fissures d'environ 2 mm de long et correspond aux conditions de cisaillement pur, ce qui confirme les tendances observées sur les vitesses de propagation dans la section 7.3.1.1.



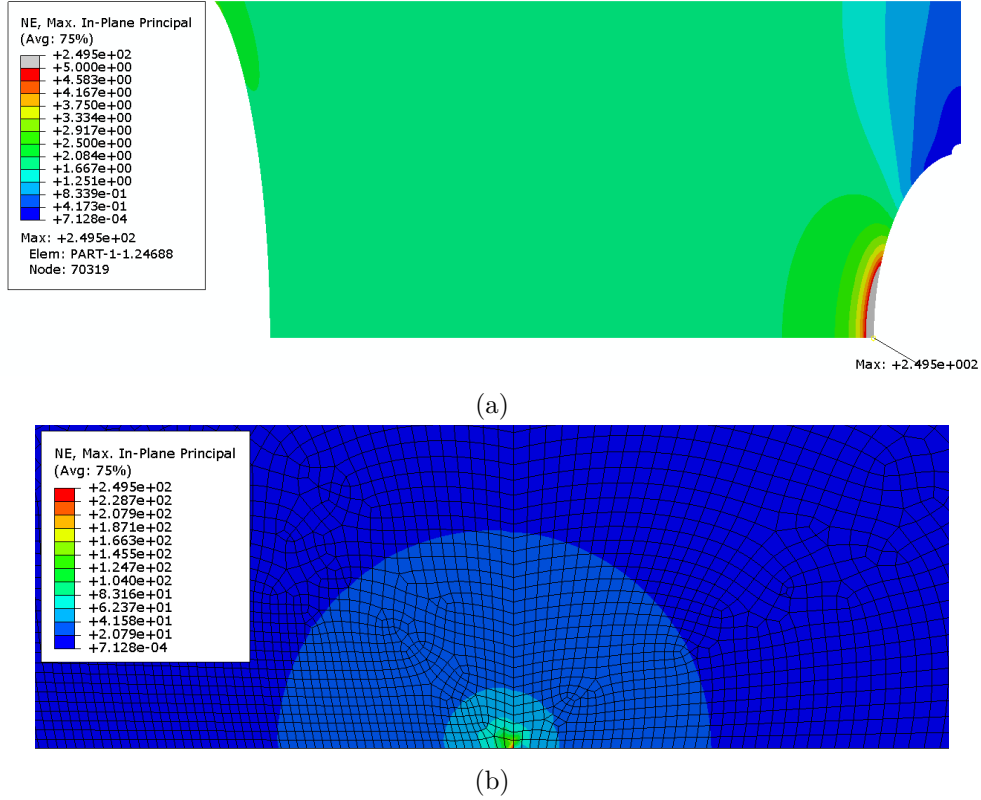


FIGURE 7.17 – Valeurs des déformations nominales maximales principales sur une simulation numérique d'une éprouvette mini-PS avec un trou de 0,5 mm et une fissure de 2 mm de long (a) vue en configuration déformée de l'ensemble de l'éprouvette et (b) vue zoomée sur la pointe de fissure en configuration non déformée.

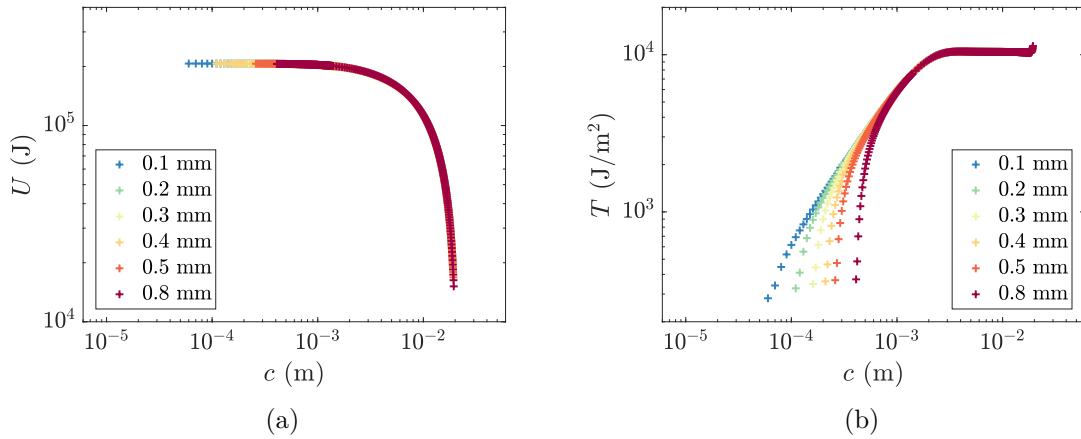


FIGURE 7.18 – (a) Évolution de l'énergie interne totale dans les éprouvettes mini-PS trouées en fonction de la longueur de la fissure et (b) évolution de l'énergie de déchirement dans les éprouvettes mini-PS trouées en fonction de la longueur de la fissure.

### 7.3.2.2 Dans les éprouvettes PS

Une vue de la déformée est donnée sur la Figure 7.19. De la même manière que pour les éprouvettes mini-PS, les valeurs atteintes en pointe de fissure ne sont pas physiques (1 772%), mais sont considérées comme n'ayant pas d'impact sur le calcul de l'énergie de déchirement.



FIGURE 7.19 – Vue de la déformée et des valeurs de déformation nominale principale maximale sur une simulation numérique d'une éprouvette PS pour le cas de chargement 20 mm avec une fissure de 70 mm.

Seules des fissures dans la zone correspondant aux conditions de cisaillement pur sont simulées, ce qui signifie que l'énergie de déchirement est constante en fonction de la longueur de la fissure pour chaque cas de chargement. Sur la Figure 7.20a sont tracées les évolutions des énergies de déchirement en fonction des déplacements imposés pour les simulations numériques et pour l'équation analytique utilisée dans le chapitre 3,  $T = wh_0$ . Il est rappelé que l'énergie de déformation  $w$  est estimée après 10 000 cycles de fatigue. Cette courbe montre que les énergies de déchirement calculées numériquement sont plus grandes que celles estimées par l'équation analytique. Ceci pourrait être dû à la loi de comportement utilisée et à la stratégie d'identification adoptée. En effet, le modèle de Mooney-Rivlin est ajusté uniquement sur les valeurs maximales de contraintes et de déformations atteintes après 5 cycles suivis d'un certain temps de relaxation. Cela signifie que pour une même elongation, l'énergie de déformation calculée par le modèle numérique est surestimée par rapport à la valeur calculée analytiquement, comme cela est illustré sur la Figure 7.20b.

Dans ce chapitre, l'estimation numérique de l'énergie de déchirement est conservée afin d'être comparable avec les autres géométries d'éprouvettes testées pour lesquelles aucune expression analytique n'est disponible.

### 7.3.2.3 Dans les éprouvettes AE2

Une vue de la déformée est donnée sur la Figure 7.21a. Sur cette dernière, la déformation nominale principale maximale (NE) est représentée. Comme vu précédemment, les valeurs atteintes en pointe de fissure sont non physiques (2 916%), mais elles sont très localisées dans un faible volume (cf. Figure 7.21b). La proportion d'énergie interne dans la zone de la pointe de fissure par rapport à l'énergie interne totale est comprise entre 0,0001% et 0,1% suivant la taille de la fissure, ce qui reste relativement faible.

Sur la Figure 7.22 est montrée la déformée ainsi que les valeurs de déformation nominale principale maximale du morceau d'éprouvette AE2 considéré (cf. Figure 7.11), pour la plus grande taille de fissure modélisée. L'échelle des valeurs de déformation est ajustée pour être maximale à la valeur atteinte sans fissure dans la simulation initiale 2D axisymétrique. Les champs mécaniques sur le bord droit et sur la partie supérieure sont comparables aux résultats de la simulation 2D, ce qui suggère que le morceau d'éprouvette AE2 utilisé pour les simulations 3D est suffisamment grand pour que la présence de la fissure ne perturbe pas les conditions limites.

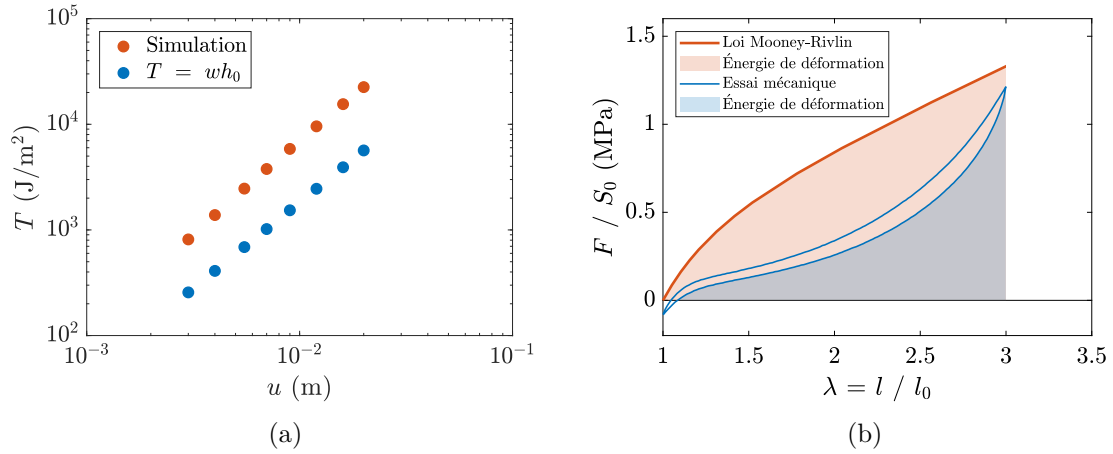


FIGURE 7.20 – (a) Évolution de l'énergie de déchirement calculée numériquement et calculée par l'équation analytique en fonction du déplacement imposé sur une éprouvette PS en EPDM\_S et (b) illustration de l'écart existant entre les deux méthodes de calcul de l'énergie de déformation sur une courbe de traction d'une éprouvette PS en EPDM\_S.

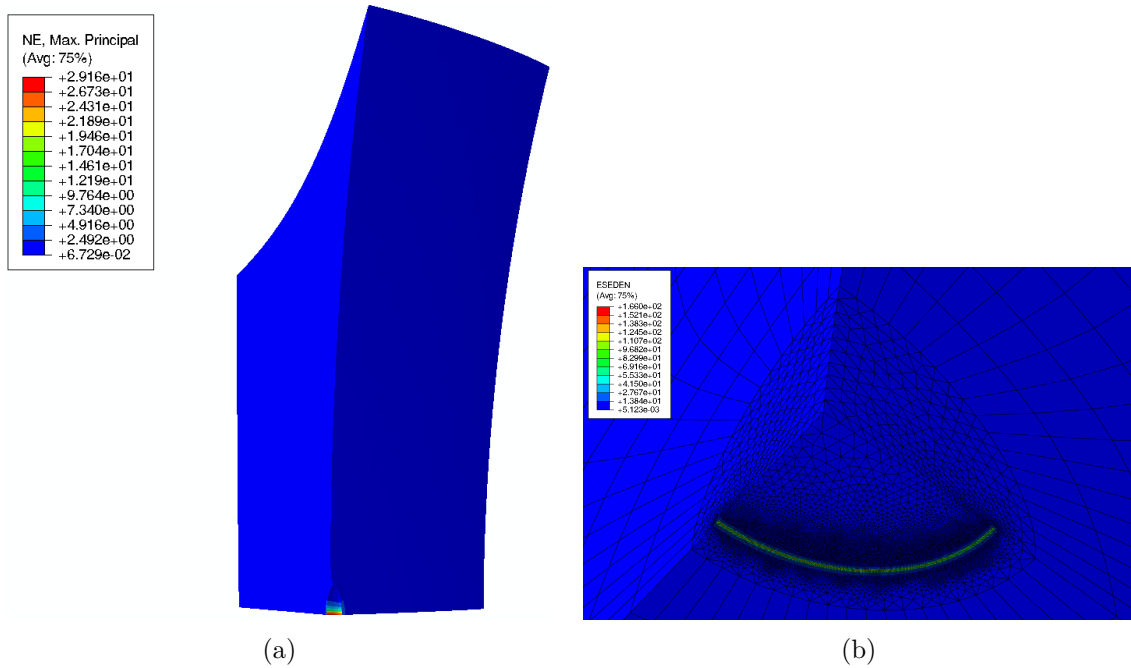


FIGURE 7.21 – (a) Vue en configuration déformée de la déformation nominale principale maximale du domaine 3D réduit de l'éprouvette AE2 pour une fissure de 0,1 mm et (b) vue zoomée sur la pointe de fissure en configuration non déformée de la densité d'énergie de déformation.

La courbe de la Figure 7.23a représente l'évolution de l'énergie interne totale  $U$  dans la portion d'éprouvette AE2 modélisée en fonction de la surface de la fissure  $S$ . La décroissance est assez régulière et suit une loi puissance. Les droites rouges en pointillé correspondent aux trois surfaces des fissures réellement mesurées. On remarque qu'une grande partie de la courbe, en particulier pour les plus petites fissures, est obtenue en dehors de l'intervalle de surfaces mesurées expérimentalement. Cela est principalement dû à la difficulté de détecter des fissures aux dimensions aussi faibles, et donc de les découper pour observer leur surface.

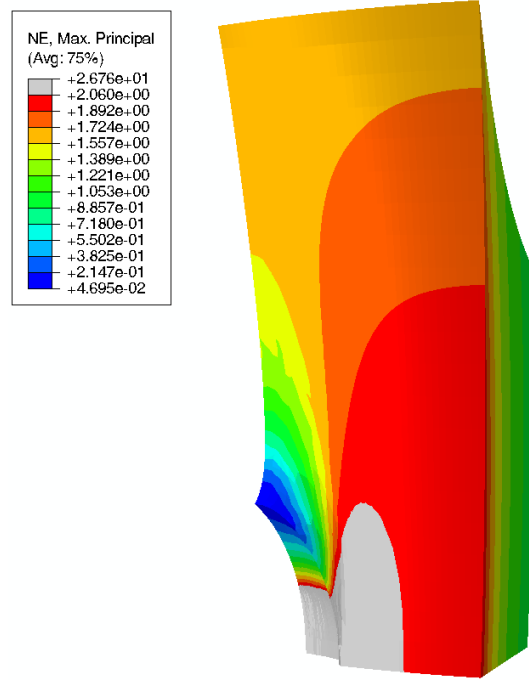


FIGURE 7.22 – Vue en configuration déformée de la déformation nominale principale maximale du domaine 3D réduit de l'éprouvette AE2 pour une fissure de longueur totale 1,1 mm.

L'énergie de déchirement est ensuite obtenue et tracée sur la Figure 7.23b en fonction de la surface de la fissure. L'évolution de l'énergie interne totale  $U$  étant régulière, la dérivation est relativement peu bruitée. Ainsi, dans le cas des éprouvettes AE2, l'énergie de déchirement  $T$  suit une loi puissance croissante en fonction de la surface de la fissure. Bien que l'intervalle des surfaces mesurées expérimentalement soit assez restreint (cf. Figure 7.10c), la continuité de l'évolution de la courbe de la Figure 7.23b conforte le choix de l'extrapolation ici effectuée. Cette méthode permet finalement de connaître l'énergie de déchirement associée à chaque taille de fissure mesurée expérimentalement. Cependant, la vitesse de propagation de la fissure n'est pas la même en tout point de son front, et elle est plus élevée sur les bords qu'en profondeur. C'est pourquoi le front de fissure est semi-elliptique. L'énergie de déchirement calculée dans le cadre de ces simulations est une énergie de déchirement moyenne sur le front de fissure, à laquelle est associée une vitesse de propagation pour un point précis du front de fissure. De plus, aucune inclusion n'est modélisée dans ces simulations numériques, ce qui fait que les fissures sont considérées en stade 3 uniquement, c'est-à-dire indépendantes des défauts sur lesquelles elles se sont amorcées.

En résumé, l'évolution des énergies de déchirement en fonction de la taille des fissures est ici estimée grâce à la méthode d'extension virtuelle de la fissure développée pour les éprouvettes mini-PS et PS en 2D, et AE2 en 3D. Les courbes de vitesses de propagation tracées dans la section 7.3.1 en fonction de la taille de la fissure peuvent donc maintenant être retracées en fonction de l'énergie de déchirement.

### 7.3.3 Superposition des vitesses de propagation en fonction de l'énergie de déchirement dans différentes géométries

Dans un premier temps, les vitesses de propagation pour les éprouvettes mini-PS sont tracées en fonction de l'énergie de déchirement et comparées avec les éprouvettes PS sur la Figure 7.24. Sur l'ensemble des courbes, il apparaît que pour les petites fissures, au

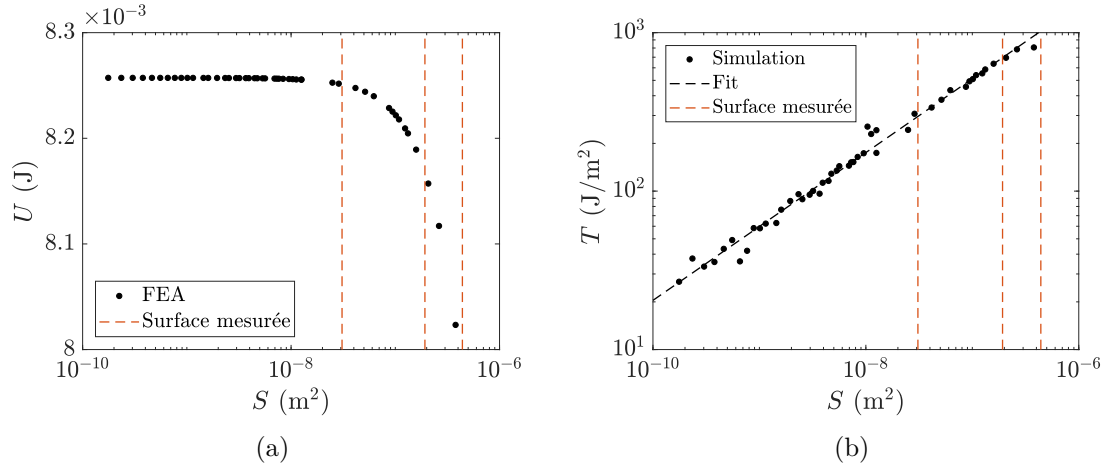


FIGURE 7.23 – (a) Évolution de l'énergie interne totale et (b) évolution de l'énergie de déchirement, dans les deux cas en fonction de la surface de la fissure dans une éprouvette AE2, avec les droites en rouges pointillées représentant les surfaces de fissures mesurées expérimentalement.

début de la propagation, les vitesses de propagation sont plus élevées que pour les fissures longues des éprouvettes PS, et ce pour les mêmes valeurs d'énergie de déchirement. A partir d'une énergie de déchirement d'environ  $T = 5 \times 10^3 \text{ J/m}^2$ , les résultats des deux géométries se rejoignent. Enfin, pour une énergie de déchirement de  $T = 1 \times 10^4 \text{ J/m}^2$ , les vitesses mesurées sont constantes quelle que soit la taille de la fissure dans les éprouvettes mini-PS, ce qui correspond aux conditions de cisaillement pur. Il est intéressant de noter que les courbes des éprouvettes mini-PS et PS se rejoignent avant que les fissures des éprouvettes mini-PS ne soient dans les conditions de cisaillement pur, ce qui indique que la déviation observée au début de la courbe n'est pas simplement due à des conditions de chargement différentes entre les deux éprouvettes.

L'évolution des courbes de la Figure 7.24 semble similaire à celle de la courbe de la Figure 7.3d construite par Busfield *et al.* (2005). Lorsque les fissures sont petites, au début de leur propagation, leur vitesse de propagation est supérieure à celle des fissures longues des éprouvettes PS pour les mêmes énergies de déchirement. Toutefois, dans notre cas, les fissures ne s'amorcent pas sur une entaille faite à l'aide d'une lame, mais sur des petits défauts calibrés de dimensions comparables avec celles des défauts naturellement présents dans le matériau. Cela signifie qu'un régime spécifique aux premiers stades de la propagation est mis en évidence, quel que soit la taille du défaut. Les vitesses mesurées pour ces petites fissures sont ici supérieures à celles mesurées pour les grandes fissures sur les éprouvettes PS et ce pour les mêmes énergies de déchirement. Il est intéressant de remarquer que ce régime n'est ici pas lié à la présence d'une inclusion, comme cela était le cas dans la section 7.3.1.2 pour les éprouvettes AE2. Ce phénomène semble donc comparable à celui des « fissures courtes » rencontrées dans les matériaux métalliques.

### 7.3. Résultats relatifs à l'étape de propagation de fissures de fatigue pour différentes géométries d'éprouvettes

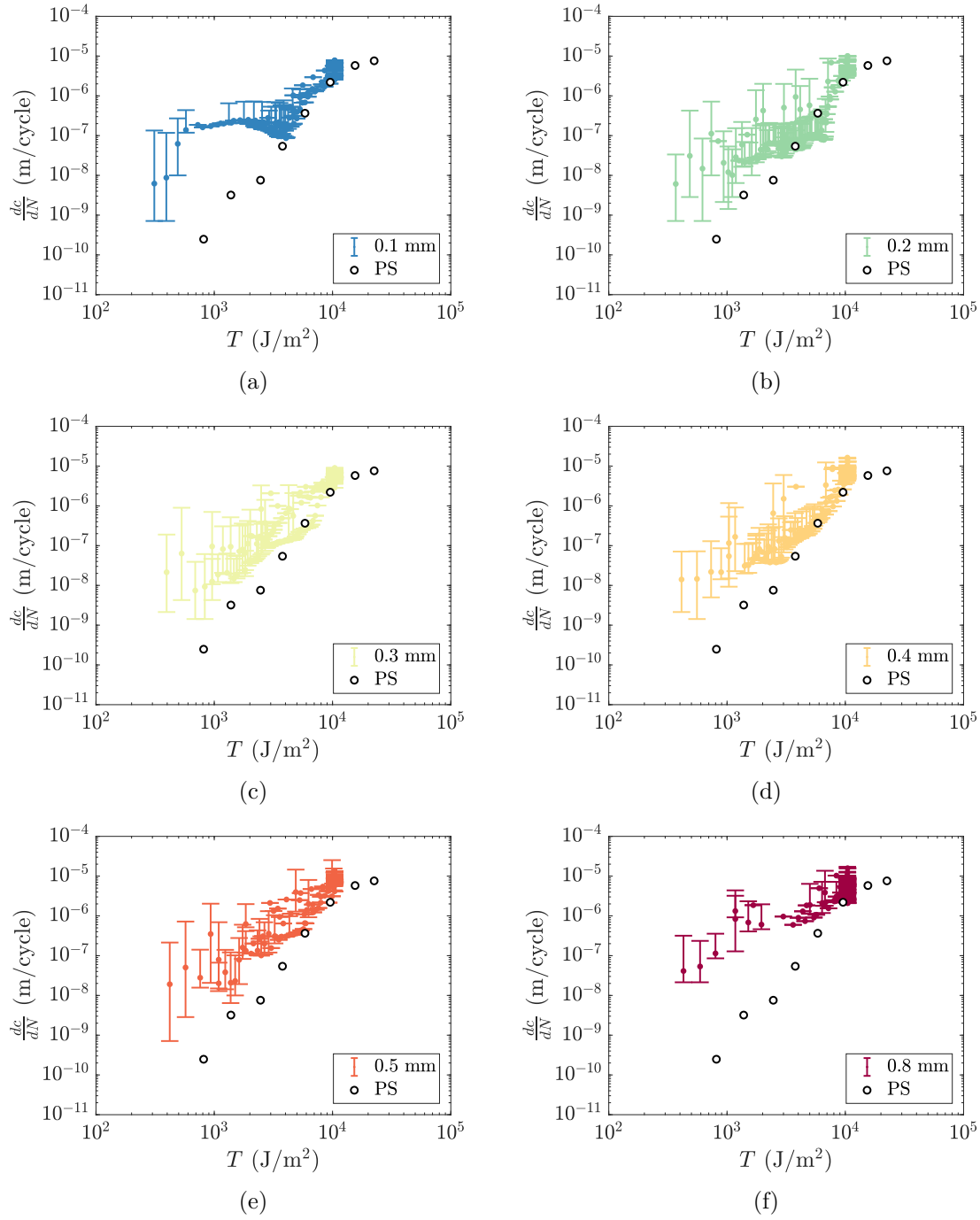


FIGURE 7.24 – Vitesses de propagation de fissures de fatigue en fonction de l'énergie de déchirement pour les éprouvettes PS et mini-PS en EPDM\_S pour les différents diamètres de trou (a) 0,1 mm, (b) 0,2 mm, (c) 0,3 mm, (d) 0,4 mm, (e) 0,5 mm et (f) 0,8 mm.

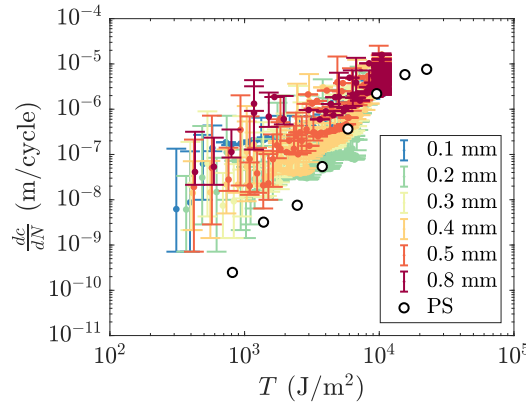


FIGURE 7.25 – Vitesses de propagation de fissures de fatigue en fonction de l'énergie de déchirement pour les éprouvettes PS et mini-PS en EPDM\_S pour l'ensemble des tailles de défauts calibrés.

Les résultats relatifs aux éprouvettes AE2 sont présentés sur la Figure 7.26. Connaissant la géométrie du front de fissure, il est cette fois proposé de tracer la vitesse de propagation liée à la profondeur de la fissure, notée  $\frac{dc}{dN}$ , déduite par la formule  $\frac{dc}{dN} = \frac{0,8}{2} \frac{dl}{dN}$  (cf. équation 7.3 et Figure 7.10c). Ce choix est fait car la profondeur est généralement considérée comme la taille représentative de la fissure.

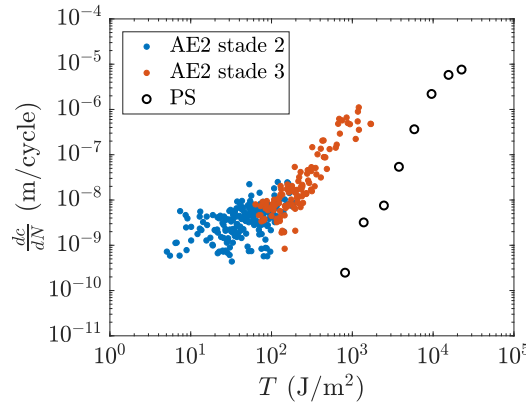


FIGURE 7.26 – Courbes de vitesses de propagation de fissures en fonction de l'énergie de déchirement estimée numériquement pour les éprouvettes PS et AE2 avec séparation en fonction du stade de la fissure pour le matériau EPDM\_S.

Les résultats sont séparés en fonction du stade de la fissure et comparés aux vitesses de propagation mesurées dans les éprouvettes PS. Il apparaît alors que les vitesses de propagation mesurées dans les éprouvettes AE2 sont bien plus grandes que celles mesurées dans les éprouvettes PS pour les mêmes énergies de déchirement. Sur la fin de la courbe des éprouvettes AE2, lorsque les fissures sont d'environ 2 mm de long, les résultats tendent à se rapprocher de la courbe des éprouvettes PS, mais restent éloignés d'environ une décade sur les énergies de déchirement. De la même manière que sur la Figure 7.17, deux régimes de propagation se distinguent : celui pour les fissures en stade 2 pour lequel la vitesse de propagation augmente de façon modérée avec l'énergie de déchirement, et celui pour les fissures en stade 3 pour lequel les vitesses de propagation augmentent plus significativement avec l'énergie de déchirement. L'existence du premier régime sur cette courbe pourrait aussi être due à la mauvaise estimation de l'énergie de déchirement pour les fissures en stade 2. En effet, pour ces dernières, la présence du défaut, non modélisé dans les simulations numériques, influence le comportement de la fissure. Dans tous les cas,

cela montre que le défaut à l'origine d'une fissure de fatigue perturbe son comportement en propagation jusqu'à une certaine taille de fissure. Toutefois, cela ne permet pas d'expliquer l'écart entre les vitesses de propagation des éprouvettes PS et celles des fissures en stade 3 des éprouvettes AE2.

Les résultats des trois géométries sont finalement superposés sur la courbe de la Figure 7.27. Il apparaît clairement que les vitesses de propagation des petites fissures des éprouvettes AE2 et mini-PS sont plus élevées que celles des fissures longues des éprouvettes PS pour les mêmes énergies de déchirement. De plus, il semble que lorsque ces petites fissures grandissent, les courbes des éprouvettes AE2 et mini-PS ont tendance à rejoindre la courbe des éprouvettes PS. Le régime des petites fissures des éprouvettes mini-PS semble alors assurer une transition entre le régime des fissures en stade 3 avancé des éprouvettes AE2, et les résultats associés aux éprouvettes PS.

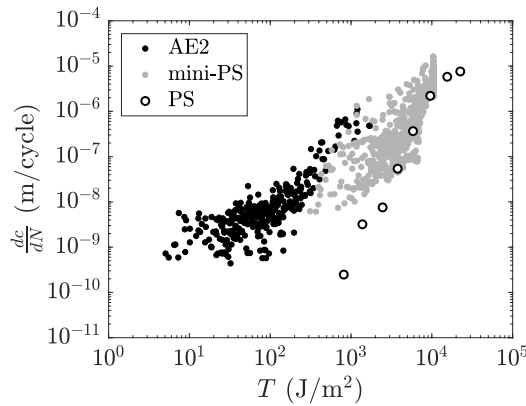


FIGURE 7.27 – Courbes de vitesses de propagation de fissures en fonction de l'énergie de déchirement estimée numériquement pour trois géométries d'éprouvettes différentes : mini-PS percées, AE2 et PS.

Si, dans un premier temps, les résultats de cette courbe sont supposés corrects, alors une analogie avec le problème de « fissures courtes » rencontré dans les matériaux métalliques peut être faite. Il est possible que les petites fissures des éprouvettes mini-PS et AE2 soient micro-structuralement courtes, et que les vitesses de propagation soient influencées par exemple par des inclusions, dont les ordres de grandeurs sont compris entre 1  $\mu\text{m}$  et 100  $\mu\text{m}$ . Il est aussi envisageable qu'elles soient mécaniquement courtes, c'est-à-dire qu'elles soient de tailles comparables avec la zone fortement sollicitée mécaniquement induite par leur présence, et qu'il n'y ait donc pas de similitude avec l'étude des fissures longues. Quoi qu'il en soit, ces phénomènes pourraient expliquer que le début de la courbe de propagation des éprouvettes mini-PS dérive légèrement de celle des éprouvettes PS, puis, que ces deux dernières se rejoignent lorsque les fissures sont suffisamment longues. Pour les AE2, il est important de noter que même les fissures les plus longues ne mesurent que 2 mm de long, ce qui reste petit en comparaison avec les fissures étudiées dans les éprouvettes mini-PS et PS. Ceci expliquerait la plus grande déviation observée pour les éprouvettes AE2. Par exemple, dans les travaux de Busfield *et al.* (2005) sur des géométries de pièces axisymétriques, les vitesses de propagation sont mesurées à partir de fissures de 2 mm de longueur, et une légère déviation avec les éprouvettes PS est visible au début de la propagation sur la Figure 7.3d, avant que les deux courbes ne se rejoignent pour des fissures de tailles supérieures. Une autre possibilité pour expliquer cette déviation est que pour les mêmes énergies de déchirement globales, les champs mécaniques locaux soient trop différents entre les trois géométries pour être comparables en termes de vitesse de propagation.



Toutefois, plusieurs critiques peuvent être émises sur la méthode employée dans ce chapitre pour estimer numériquement les énergies de déchirement. Tout d'abord, les fronts de fissures sont simplifiés et imposés numériquement, tout comme leur trajet. En pratique, le front de fissure des éprouvettes mini-PS n'est pas parfaitement rectiligne aussi bien dans la profondeur que dans la longueur de l'éprouvette, et rien ne prouve que le front de fissure dans les éprouvettes AE2 est semi-elliptique pour les fissures inférieures à 100  $\mu\text{m}$  de longueur. Les domaines modélisés numériquement sont eux aussi simplifiés. En effet, seulement un quart d'éprouvette mini-PS en 2D, et un petit morceau d'AE2 en 3D sont étudiés. Il pourrait être intéressant d'effectuer des simulations 3D complètes et plus réalistes de propagation de fissures dans ces éprouvettes. Ces méthodes n'étant pas au cœur de ces travaux de thèse, les modèles simplifiés sont préférés pour le gain de temps qu'ils permettent. Par ailleurs la loi de comportement utilisée est limitée, et ne permet pas de prendre en compte toute la complexité des phénomènes physiques et mécaniques mis en jeu lors d'une sollicitation en fatigue. De plus, toutes les simulations sont effectuées dans un cadre quasi-statique. Enfin, les mesures d'énergie de déchirement sont globales et moyennées sur l'intégralité du front de fissure, et une valeur locale de cette énergie pourrait être calculée et mise en relation avec la vitesse de propagation mesurée à la position correspondante.

Il semble cependant difficile d'expliquer le début de la courbe de propagation des éprouvettes mini-PS, le premier régime des fissures en stade 2 des éprouvettes AE2 ainsi que l'écart significatif existant entre les vitesses de propagation mesurées sur les éprouvettes AE2 et PS uniquement avec ces biais numériques. Cela suggère que l'utilisation des courbes de propagation obtenues classiquement sur éprouvettes PS avec des fissures longues ne permet pas de rendre compte de façon satisfaisante du comportement des fissures lorsqu'elles s'amorcent à l'échelle des défauts du matériau, et donc en pratique, de prédire numériquement l'étape de propagation dans une pièce ou une structure de manière correcte.

## 7.4 Conclusions

Pour conclure, un bref état de l'art sur le comportement en fatigue des petites fissures est proposé. Tout d'abord, le problème des « fissures courtes » rencontrées dans les matériaux métalliques est présenté. Ce phénomène peut se décrire par la mesure expérimentale de vitesses de propagation de fissures plus grandes que celles mesurées pour les fissures longues habituellement introduites dans les éprouvettes de caractérisation, pour les mêmes valeurs de  $\Delta K$ . Pour ces « fissures courtes », des vitesses non nulles sont de plus mesurées pour des valeurs de  $\Delta K$  inférieures au seuil de propagation  $\Delta K_0$  estimé sur des fissures longues. Le cas des élastomères est ensuite abordé au travers de deux études portant sur la mesure des vitesses de propagation pour des petites fissures dans des géométries de pièces ou d'éprouvettes de caractérisation des durées de vie en fatigue. Les fissures analysées dans ces études sont toutefois grandes devant les défauts microstructuraux classiquement rencontrés dans les élastomères.

Par la suite, il est proposé de mesurer expérimentalement les vitesses de propagation de fissures de fatigue des éprouvettes mini-PS et AE2 grâce aux procédures d'essais interrompus effectuées dans les chapitre 5 et chapitre 6. Les images prises régulièrement lors des essais de fatigue sont alors traitées pour estimer des vitesses de propagation de fissures. Par ailleurs, une méthode de calcul de l'énergie de déchirement est développée en utilisant la technique d'extension virtuelle de fissure. Cela permet ainsi de comparer les résultats obtenus sur les différentes géométries d'éprouvettes à l'aide d'un paramètre intrinsèque au matériau.

Dans un premier temps, seules les tailles des fissures sont considérées pour représenter les vitesses de propagation pour chaque géométrie. Pour les éprouvettes AE2, deux régimes de propagation liés au stade de la fissure se distinguent. Le premier régime d'accélération modérée correspond aux fissures en stade 2, et le deuxième régime de forte accélération à celles en stade 3. Le stade 2 apparaît donc clairement comme une étape où l'inclusion a une influence néfaste sur le comportement de la fissure, car la vitesse de propagation observée est supérieure à celle qui serait extrapolée à partir des fissures en stade 3. Cette tendance est toutefois beaucoup moins claire pour les fissures s'amorçant sur des bavures, où seul le régime associé aux fissures en stade 3 semble se démarquer. Cela signifie que, pour une taille de défaut donné, lorsqu'une fissure s'amorce, elle est susceptible de se propager plus vite si le défaut est une inclusion plutôt qu'une bavure. Il est montré que, pour les inclusions, les vitesses de propagation de fissures ne dépendent pas de la nature du défaut à l'origine de ces dernières. Par ailleurs, les résultats des éprouvettes mini-PS confirment que la taille des défauts n'a pas d'influence notable sur le comportement du matériau à la propagation de fissure, mais qu'elle détermine la taille des fissures et donc leur vitesse initiale.

Dans un second temps, les résultats des simulations numériques sont présentés, et permettent d'estimer l'évolution de l'énergie de déchirement en fonction de la taille de la fissure pour l'ensemble des géométries d'éprouvette étudié : mini-PS, PS et AE2.

Ces résultats numériques sont finalement ensuite utilisés afin de retracer les vitesses de propagation de fissures en fonction de l'énergie de déchirement, qui est un paramètre mécanique intrinsèque. Pour les éprouvettes mini-PS, un régime spécifique aux premiers stades de la propagation des fissures est mis en évidence, indépendamment de la taille des défauts sur lesquels elles s'amorcent. Il apparaît que, pour une même énergie de déchirement, la vitesse de propagation d'une fissure au début de sa phase de propagation est supérieure à celle d'une fissure longue sur éprouvette PS. Pour les éprouvettes AE2, la présence des deux régimes liés aux stades des fissures confirme l'influence néfaste des défauts sur les vitesses de propagation des petites fissures. De plus, même pour les fissures en stade 3, les vitesses de propagation mesurées dans les éprouvettes AE2 sont bien plus grandes que celles mesurées dans les éprouvettes PS pour les mêmes énergies de déchirement. Finalement, lorsque les vitesses de propagation de toutes les géométries d'éprouvettes sont tracées en fonction de l'énergie de déchirement sur une même courbe, il apparaît que les petites fissures rencontrées dans les éprouvettes mini-PS et AE2 se propagent plus vite que les fissures longues des éprouvettes PS pour les mêmes énergies de déchirement. Lorsque ces petites fissures grandissent, les courbes des différentes géométries ont tendance à se rapprocher. Le régime des petites fissures des éprouvettes mini-PS semble alors relier les résultats des éprouvettes PS et des fissures en stade 3 avancé des éprouvettes AE2.

Ainsi, un phénomène comparable à celui des « fissures courtes » rencontré dans les matériaux métalliques est ici mis en évidence pour les matériaux élastomères. D'une part, lorsque les fissures s'amorcent autour d'inclusion, les vitesses de propagation sont influencées par les défauts sur lesquels elles se sont amorcées. D'autre part, tant qu'elles n'ont pas atteint une certaine taille, les vitesses de propagation associées à ces dernières restent supérieures ou égales à celles mesurées sur des fissures longues dans des éprouvettes PS, et ce pour les mêmes énergies de déchirement.



# Conclusion de la partie III

Dans cette troisième partie, l'endommagement en fatigue à l'échelle des défauts microstructuraux de l'EPDM\_S a été analysé. Tout d'abord, le chapitre 5 a permis d'identifier deux familles de défauts comme responsables de l'amorçage de fissures de fatigue : les bavures et les inclusions. Les bavures sont des défauts de moule liés au procédé de fabrication des éprouvettes. Elles se composent d'un film et d'un pied, qui évoluent dans les trois dimensions de l'espace. Les inclusions sont quant à elles des agglomérats d'ingrédients de la formulation. Deux types sont alors clairement distingués : les oxydes de zinc et les inclusions carbonées. Ensuite, les mécanismes d'amorçage et de début de propagation ont été décrits pour les trois défauts précédemment cités. Finalement, un scénario d'endommagement global de l'EPDM\_S a été établi. Dans ce scénario, la taille des défauts apparaît comme un paramètre essentiel à la compréhension du comportement en fatigue de l'EPDM. C'est pourquoi le chapitre 6 a proposé de quantifier l'influence de la taille des défauts sur les différentes phases de la durée de vie en fatigue, en utilisant des défauts de tailles calibrées. De cette manière, il a été montré sans ambiguïté que la durée de vie en fatigue diminuait fortement lorsque la taille du défaut pilotant la rupture augmentait. De plus, cette évolution se révèle principalement pilotée par l'évolution du nombre de cycles nécessaire à l'amorçage des fissures. En comparaison, le nombre de cycles associé à la phase de propagation apparaît plus ou moins constant quelle que soit la taille des défauts. Enfin, les vitesses de propagation de fissures de fatigue associées aux expérimentations des chapitre 5 et chapitre 6 ont été analysées dans le chapitre 7. Une procédure numérique de calcul de l'énergie de déchirement a de plus été développée dans le but de superposer les résultats des différentes géométries d'éprouvettes sur une même courbe de propagation. Il a alors été montré que, lorsque les fissures étaient de petites dimensions, des vitesses de fissuration supérieures à celles mesurées sur des fissures longues étaient mesurées pour les mêmes énergies de déchirement. Ce phénomène semble comparable à celui des « fissures courtes » initialement observé dans les matériaux métalliques. En résumé, l'endommagement en fatigue de l'EPDM peut se résumer de la manière suivante :

- Plusieurs fissures de fatigue s'amorcent sur des défauts de différents types ;
- Leur nombre reste faible, ce qui implique qu'il n'y a pas de coalescence de fissures ;
- Le nombre de cycles nécessaire à l'amorçage de ces fissures dépend principalement de la taille des défauts ;
- En comparaison, le nombre de cycles de la phase de propagation est très peu influencé par la taille des défauts ;
- Les vitesses de propagation mesurées à l'échelle des défauts sont plus grandes que celles mesurées sur des fissures longues pour les mêmes énergies de déchirement ;
- Finalement, la rupture en fatigue est pilotée par un unique défaut, appelé défaut critique, qui est le plus gros parmi ceux responsables de l'amorçage des fissures observées.

Les résultats de cette partie montrent donc que la phase d'amorçage des fissures de fatigue n'est pas négligeable sur la durée de vie totale. De plus, la phase de propagation à l'échelle des défauts microstructuraux ne semble pas prévisible en utilisant l'énergie de

déchirement. Les approches considérant uniquement la phase de propagation de fissures de fatigue ne sont donc physiquement pas compatibles avec ces observations.

Ainsi, au vu de ces analyses, il est proposé dans la partie suivante de faire le lien entre les durées de vie en fatigue obtenues dans la partie II et les caractéristiques géométriques et microstructurales des défauts critiques identifiés dans la partie III. Les caractéristiques physiques, chimiques, géométriques ainsi que les mécanismes d'endommagement qui sont associés aux bavures et aux inclusions sont très différents. C'est pourquoi les bavures sont tout d'abord considérées au travers du chapitre 8, puis les inclusions sont traitées dans le chapitre 9. Les résultats obtenus dans ces deux chapitres sont finalement réunis dans le chapitre 10 afin d'effectuer une analyse unifiée.

## Quatrième partie

# Analyse des durées de vie en fatigue à l'aide des caractéristiques géométriques et microstructurales des défauts



## Chapitre 8

# Analyse des durées de vie en fatigue relatives aux ruptures sur des bavures

---

Les bavures sont des défauts purement géométriques liés au procédé de fabrication. Elles se composent d'un film, et d'un pied assurant une transition avec l'éprouvette. Leur géométrie se développe dans les trois dimensions de l'espace. Il est donc complexe d'en faire une description exhaustive. L'objectif de ce chapitre est d'effectuer des mesures de ce défaut à l'aide des différents outils d'observations disponibles durant ces travaux de thèse dans le but de faire un lien entre les caractéristiques géométriques du défaut et les durées de vie en fatigue. Dans un premier temps, l'influence de la taille du pied de la bavure sur les durées de vie en fatigue est étudiée grâce à l'analyse des faciès de rupture. Puis l'influence du film de la bavure est explorée à l'aide de la tomographie et des simulations numériques par éléments finis.

---

### Sommaire

---

8.1	Influence de la taille du pied de la bavure sur les durées de vie en fatigue	<b>182</b>
8.2	Prise en compte de la géométrie tridimensionnelle de la bavure . . . .	<b>187</b>
8.2.1	Reconstruction numérique de la géométrie d'une bavure . . . .	187
8.2.2	Simulation par éléments finis des modèles numériques des bavures	191
8.2.3	Influence de la suppression du film de la bavure par traitement cryogénique sur les durées de vie en fatigue . . . . .	194
8.3	Conclusions . . . . .	<b>196</b>

---



## 8.1 Influence de la taille du pied de la bavure sur les durées de vie en fatigue

Dans ce chapitre, seules les éprouvettes AE2 ayant rompus sur des bavures sont analysées. Afin de les identifier, l'ensemble des faciès de rupture est analysé. La loupe binoculaire est dans un premier temps utilisée. Sur chaque faciès de rupture, différentes zones remarquables sont détectables (cf. Figure 8.1) :

- La zone 1 en bleu : la rupture finale, apparaissant très lisse sur le faciès et correspondant au(x) dernier(s) cycle(s) de l'essai de fatigue ;
- La zone 2 en vert : la propagation de la fissure de fatigue critique. Cette zone fait apparaître des rivières de fatigue, illustrées en blanc, qui convergent vers la troisième et dernière zone ;
- La zone 3 en rouge : l'emplacement du défaut critique responsable de l'amorçage de la fissure principale de fatigue.

Tous les faciès de rupture des éprouvettes AE2 en EPDM\_S et EPDM\_NS sont comparables à celui présenté sur la Figure 8.1, c'est-à-dire qu'ils ne présentent qu'une seule zone d'amorçage de fissure de fatigue. Cela confirme les analyses des essais interrompus en fatigue du chapitre 5. De plus, ces observations globales sont généralement suffisantes pour dire si le défaut critique est la bavure ou non. En cas de doute, l'analyse MEB permet de trancher.

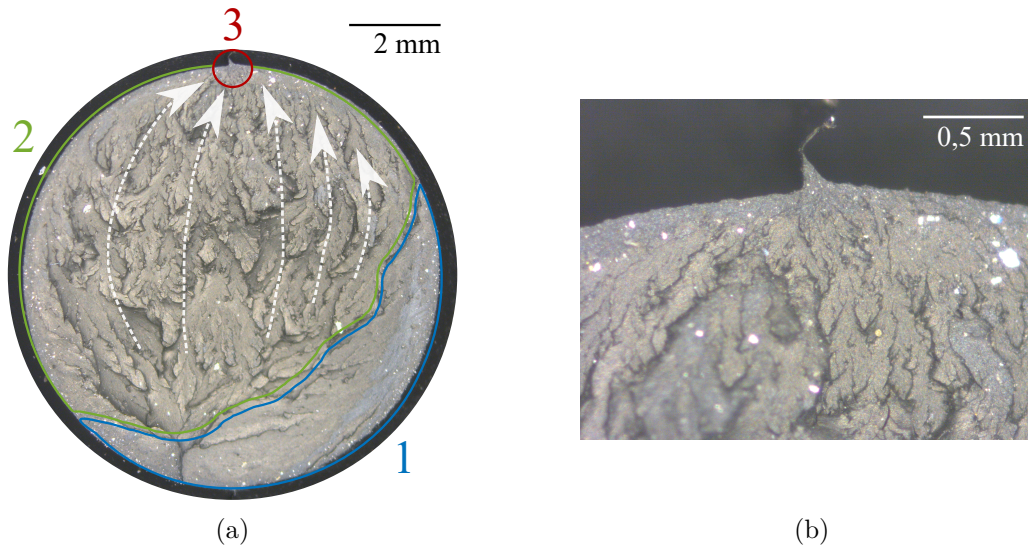


FIGURE 8.1 – Analyse d'un faciès de rupture en fatigue d'une éprouvette AE2 en EPDM\_S à la loupe binoculaire (a) ensemble du faciès avec illustration des zones remarquables et (b) photo zoomée sur la zone 3.

Une fois la zone d'amorçage de la fissure principale identifiée (zone 3), une description fine de cette dernière est effectuée au MEB (cf. Figure 8.2). Tout d'abord, il apparaît que les rivières de fatigue sont encore visibles à cette échelle, et semblent converger vers le pied de la bavure. De plus, les grandes variations de tailles des pieds de bavure semblent directement liées au nombre de cycles à la fin de vie  $N_i$ . En effet, pour le même niveau de chargement, la grande bavure de la Figure 8.2a est associée à un faible nombre de cycles, alors que la petite bavure de la Figure 8.2b est associée à un grand nombre de cycles. Ces observations, représentatives de la population de défauts étudiés, confirment d'une part les analyses de Robisson (2000) (cf. Figure 5.5a), et d'autre part les résultats obtenus dans la section 5.3.4 sur l'influence de la taille des défauts. Toutefois, à ce jour, cette tendance n'est pas encore quantifiée dans la littérature.

Dans le chapitre 6, il est montré que la grandeur  $\sqrt{aire}$  des défauts dans le plan perpendiculaire à l'axe principal de traction est un paramètre géométrique efficace permettant de représenter la taille des défauts, quelle que soit leur nature. Il est donc proposé d'utiliser cette variable pour représenter les dimensions des pieds de bavures. Les mesures s'effectuent grâce aux images MEB des faciès de rupture, et l'aire est calculée en utilisant uniquement le « triangle » correspondant au pied de la bavure (cf. Figure 8.2).

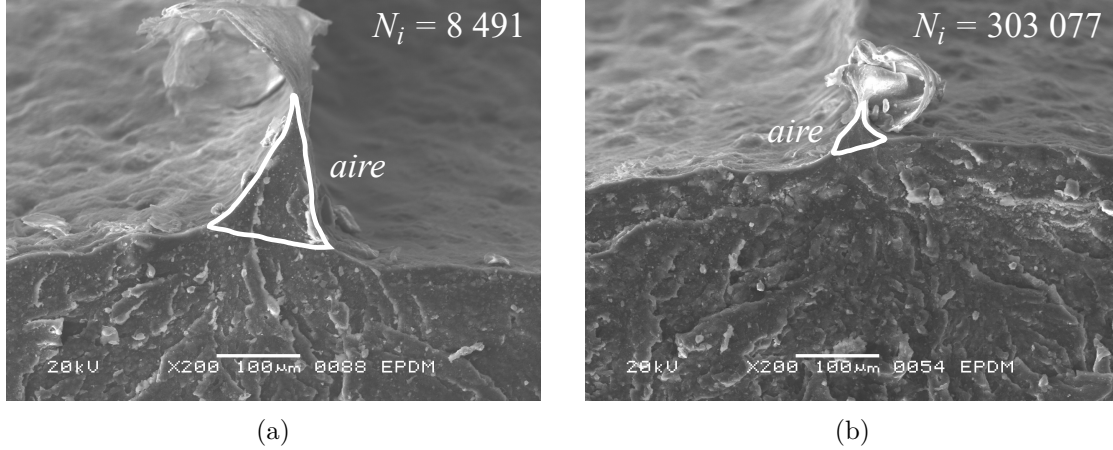


FIGURE 8.2 – Photos MEB de bavures responsables de la rupture en fatigue d'éprouvettes AE2 en EPDM\_S pour le niveau de chargement  $\varepsilon_{max} = 200\%$  au même grossissement (x200) avec illustration de la mesure de la grandeur  $\sqrt{aire}$  (a) éprouvette 1 et (b) éprouvette 2.

Par ailleurs, il est constaté que les ruptures ne sont pas toutes localisées dans le plan médian de l'éprouvette AE2. Or, le gradient de déformation induit par la géométrie de cette dernière est très important. La déformation locale au niveau du défaut critique n'est donc pas rigoureusement celle généralement considérée au niveau de l'entaille de l'éprouvette AE2 pour tracer les courbes de Wöhler. Ce fait pourrait être une conséquence de l'unicité du défaut critique dans le cas des EPDM. En effet, pour le NR, un grand nombre de défauts s'amorce aussi en dehors du plan médian, mais globalement la densité de fissures est plus importante au niveau de ce dernier, et la rupture y est donc localisée (cf. Figure 5.8). Pour l'EPDM, l'unique défaut pilotant la rupture est potentiellement n'importe où dans le volume fortement sollicité de l'éprouvette AE2.

Afin de prendre en compte ce phénomène, la position du défaut critique dans chaque éprouvette est déterminée. La hauteur du plan de rupture est mesurée à l'aide d'un pied à coulisse. Les élastomères étant des matériaux mous, la précision de la mesure est de l'ordre de 0,1 mm. L'ensemble des défauts est ensuite positionné numériquement dans un maillage d'une éprouvette AE2. Grâce à la simulation numérique par éléments finis, il est possible de calculer les déformations nominales principales maximales dans les éléments associés aux défauts pour tous les niveaux de chargements effectués. La loi de comportement Mooney-Rivlin présentée dans le chapitre 3 est employée, et des éléments de type rectangulaire hybride avec intégration complète (CAX4H) sont utilisés. La Figure 8.3 présente la position de l'ensemble des bavures ayant mené à la rupture en fatigue des éprouvettes AE2 en EPDM\_S et EPDM\_NS. L'échelle des déformations est limitée au niveau de chargement  $\varepsilon_{max} = 200\%$ , ce qui permet, à travers un exemple, d'illustrer le gradient de déformation dans lequel sont positionnés les défauts. Il apparaît alors que pour ce niveau de chargement, les déformations locales au niveau des bavures varient entre 150% et 200%, ce qui justifie de prendre en compte la position exacte du défaut. Finalement, chaque rupture en fatigue d'éprouvette AE2 en EPDM\_S et EPDM\_NS est associée à un nombre de cycles à la fin

de vie, une estimation de la taille du défaut critique, et une déformation locale au niveau de ce dernier.

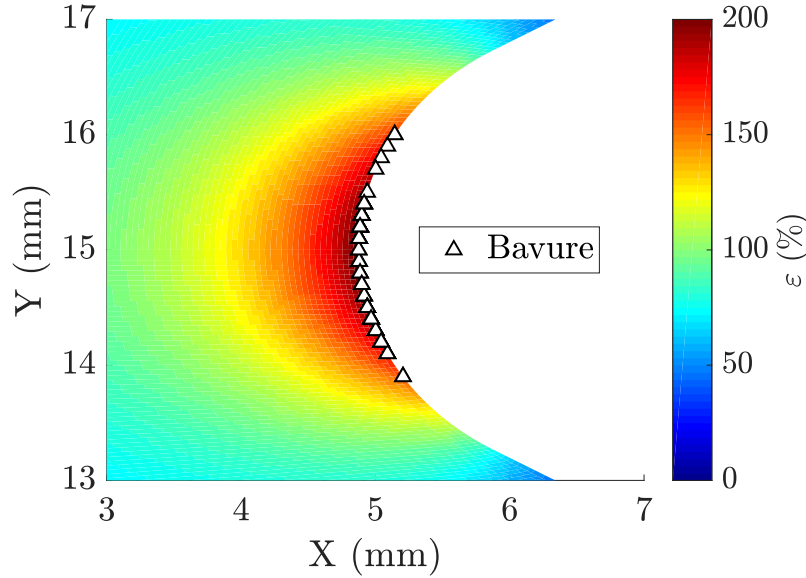


FIGURE 8.3 – Illustration de la position des sites d'amorçage au niveau de la bavure ayant menés à la rupture en fatigue d'éprouvettes AE2 en EPDM\_S et EPDM\_NS superposée avec le champ de déformation nominale principale maximale pour le niveau de déformation  $\varepsilon_{max} = 200\%$ .

Dans un premier temps, l'intervalle de déformation  $198\% < \varepsilon < 202\%$  est isolé, car c'est celui pour lequel il y a le plus de données. Pour ce niveau, le nombre de cycles  $N_i$  est tracé en fonction de  $\sqrt{aire}$  des pieds de bavure sur la Figure 8.4. Tout d'abord, il apparaît que les points correspondant aux EPDM\_S et EPDM\_NS suivent une même courbe maitresse, ce qui suggère que l'étape de *strainer* n'a pas d'effet sur les durées de vie en fatigue pour les amorçages de fissures au niveau des bavures. Par la suite, les résultats des deux EPDM seront considérés ensemble. Par ailleurs, une corrélation claire apparaît entre le nombre de cycle  $N_i$  et  $\sqrt{aire}$  des pieds de bavure, et une loi puissance décroissante permet d'ajuster de façon satisfaisante les résultats. Une pente de  $-2,5$  est alors trouvée, ce qui confirme les tendances observées dans la partie III, à savoir que plus le défaut pilotant la rupture est petit, plus la durée de vie est grande. En comparaison, la pente trouvée sur le nombre de cycles à rupture dans le chapitre 6 grâce aux défauts calibrés introduits dans les éprouvettes mini-PS pour le niveau de chargement  $\lambda = 3$  est de  $-2,4$ . La quantification de l'influence de la taille des défauts estimée par les défauts calibrés apparaît donc cohérente par rapport aux résultats de ce chapitre sur des bavures pour les éprouvettes AE2. En pratique, cela signifie que si  $\sqrt{aire}$  du pied de la bavure est divisée par 2, alors la durée de vie est multipliée par environ 5,7 pour le niveau de chargement considéré.

Enfin, il est intéressant de noter que le nombre d'éprouvettes ayant rompu sur des bavures semble bien plus important pour l'EPDM\_S que pour l'EPDM\_NS (cf. Figure 8.4). Cela pourrait s'expliquer par le fait que le *strainer* filtre les plus grosses inclusions du matériau, ce qui sera confirmé dans le chapitre 9. Or, les résultats du chapitre 5 montrent que parmi l'ensemble des défauts responsables de l'amorçage de fissures de fatigue dans une éprouvette, le plus gros pilote la rupture (cf. Figure 5.31). En conséquence, comme les bavures sont en compétition avec moins de défauts dans l'EPDM\_S, leur propension à piloter les ruptures augmente.

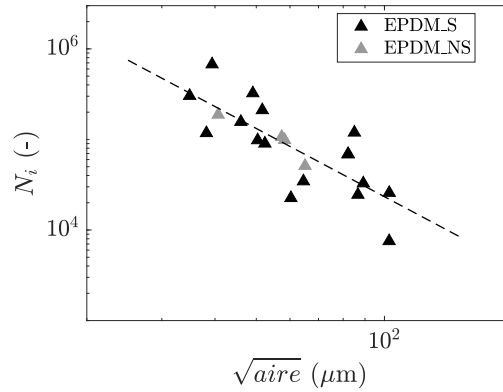


FIGURE 8.4 – Courbe représentant l'évolution du nombre de cycles  $N_i$  des éprouvettes AE2 en fonction de  $\sqrt{aire}$  des pieds de bavure pour le niveau de chargement  $198\%\varepsilon < 202\%$  pour l'EPDM\_S et l'EPDM\_NS.

A l'aide d'un code couleur, l'ensemble des niveaux de déformation est illustré sur la courbe de la Figure 8.5 en fonction du nombre de cycles  $N_i$  et de  $\sqrt{aire}$  des pieds de bavure. Cette représentation des données, pour la première fois effectuée pour les élastomères, est comparable aux diagrammes de Kitagawa-Takahashi généralisés évoqués dans le chapitre 6 sur la Figure 6.6 dans le cadre de la fatigue des matériaux métalliques (Le *et al.*, 2019). Il apparaît alors que, pour chaque niveau de déformation, plus le pied de la bavure est petit, plus la durée de vie est grande. De plus, le fait que plus le niveau de déformation diminue, plus les durées de vie sont grandes est retrouvé. Une relation semble donc exister entre le niveau de déformation, la taille du défaut critique, et la durée de vie en fatigue. Il est proposé par la suite de quantifier cette tendance.

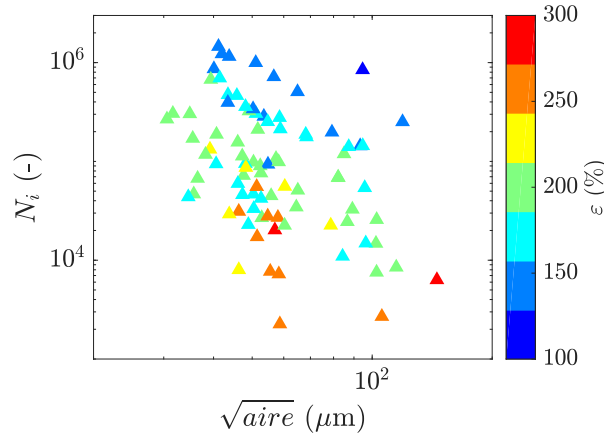


FIGURE 8.5 – Courbe représentant l'évolution du nombre de cycles  $N_i$  des éprouvettes AE2 en fonction de  $\sqrt{aire}$  des pieds de bavure pour l'ensemble des niveaux de chargement rencontrés pour l'EPDM\_S et l'EPDM\_NS.

Les résultats des parties précédentes montrent que des lois puissances permettent de représenter correctement l'évolution des durées de vie en fonction de la taille des défauts (cf. chapitre 6), ou en fonction du niveau de déformation (cf. chapitre 3). C'est pourquoi, un équivalent en trois dimensions est ici utilisé : l'ajustement d'un plan sur le logarithme des trois grandeurs  $(N_i, \sqrt{aire}, \varepsilon)$ . De plus, pour ne pas privilégier une variable par rapport à une autre, c'est la distance orthogonale des données à ce plan qui est minimisée. Les résultats sont montrés sous différents angles sur la Figure 8.6. Le plan est représenté en

gris en transparence, et le code couleur illustre la distance des données expérimentales au plan. Un coefficient de détermination, noté  $R^2$ , peut alors être défini par :

$$R^2 = \frac{SSE}{SST}, \quad (8.1)$$

avec  $SSE$  la variance expliquée par le modèle et  $SST$  la variance totale.

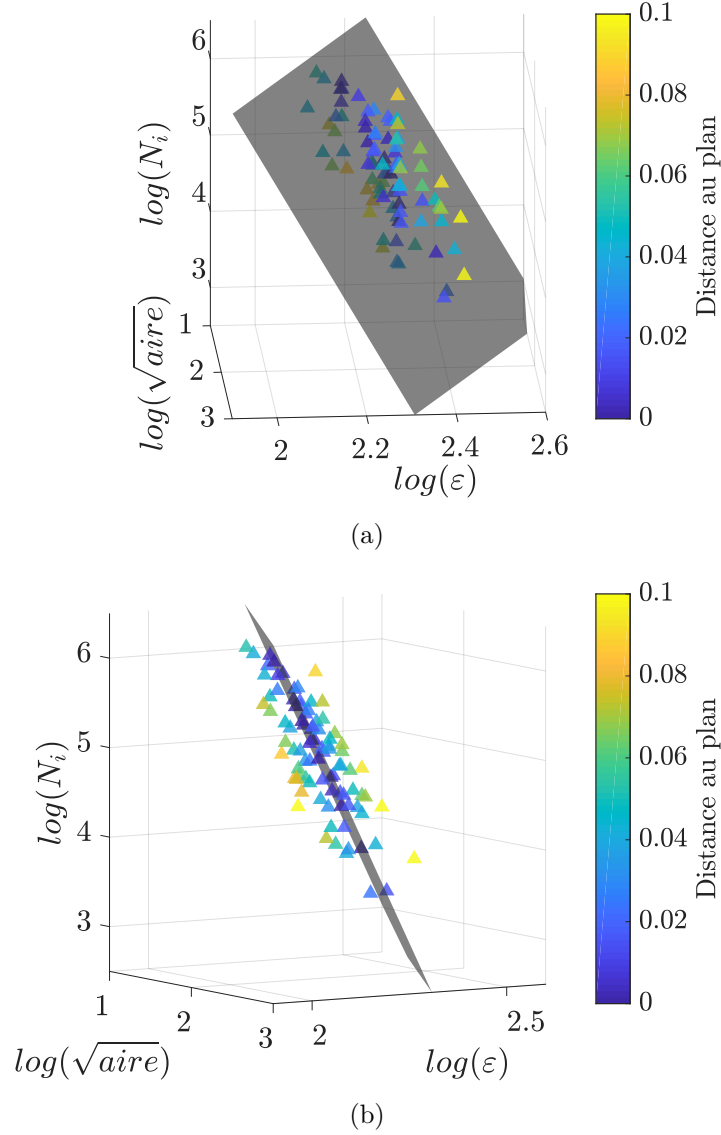


FIGURE 8.6 – Ajustement d'un plan sur les données expérimentales des essais de fatigue sur éprouvettes AE2 en EPDM\_S et EPDM\_NS pour les bavures uniquement dans un espace  $(\log(N_i), \log(\sqrt{aire}), \log(\epsilon))$  pour différents angles de vue (a) angle 1 (b) angle 2.

Un coefficient de détermination de  $R^2 = 0,9945$  est obtenu, ce qui signifie que la variance des données hors plan est très faible par rapport à celle dans le plan. Cela indique que l'ajustement du plan est de bonne qualité, et que la corrélation entre les variables  $(N_i, \sqrt{aire}, \epsilon)$  est ici quantifiée de manière satisfaisante. **Autrement dit, les durées de vie en fatigue des EPDM\_S et EPDM\_NS peuvent s'expliquer en majeure partie, pour les bavures, par la taille de leur pied et par la déformation locale en leur voisinage.**

**Bilan de la section 8.1**

En somme, cette section a permis de quantifier le lien qui existait entre les durées de vie en fatigue, la taille des pieds de bavure, et la déformation locale. Cependant, il est important de noter que seule la géométrie 2D du pied de la bavure observée sur le faciès de rupture est ici prise en compte. Or, le chapitre 5 montre que, d'une part, la bavure est un défaut tridimensionnel, et d'autre part, que le film de la bavure est impliqué dans les mécanismes d'amorçage de fissures de fatigue. C'est pourquoi il est nécessaire de prendre en compte toute la complexité de la géométrie de ce défaut pour comprendre l'endommagement en fatigue au voisinage de ce dernier.

## 8.2 Prise en compte de la géométrie tridimensionnelle de la bavure

### 8.2.1 Reconstruction numérique de la géométrie d'une bavure

#### 8.2.1.1 Protocole de segmentation des géométries de bavures dans une éprouvette AE2 en EPDM\_NS

Dans le but de décrire la géométrie de la bavure dans son intégralité, la tomographie est employée. Une éprouvette AE2 en EPDM\_NS est installée dans le micro-tomographe Xradia MicroXCT-400, et les paramètres d'acquisition donnés dans le Tableau 2.3 sont utilisés. La résolution du voxel (pixel en 3D) est de  $8,157\text{ }\mu\text{m}$  et l'épaisseur du film de la bavure mesure environ  $10\text{ }\mu\text{m}$ , ce qui signifie que la détection de ce dernier est délicate. Les résultats des tomographies se présentent sous la forme d'un ensemble d'images, appelées *slices*, correspondant à des sections d'un voxel d'épaisseur de l'éprouvette AE2 analysée. Dans notre cas, environ 1 000 *slices* sont obtenus, mais seulement 400 sont utilisés pour décrire la bavure, ce qui correspond à environ 3 mm de hauteur autour du plan médian. Ce volume réduit est considéré car il coïncide avec les zones d'amorçages observées sur la Figure 8.3.

Un traitement d'images sous Python est proposé pour isoler les deux zones de l'éprouvette dans lesquelles les bavures sont présentes. Ce dernier est par la suite détaillé pour un *slice* en particulier, au niveau du plan médian :

- Tout d'abord, un filtre médian de  $3\times 3\times 3$  pixels est appliqué sur l'image pour diminuer le bruit, tout en conservant les contours des objets ;
- Un seuillage simple est ensuite effectué pour séparer l'éprouvette AE2, incluant la bavure, du reste de l'image ;
- La valeur du seuil est ajustée à la main pour conserver un maximum de pixels définissant le film de la bavure, sans prendre en compte le fond de l'image ;
- Une dilatation suivie d'une érosion de  $5\times 5\times 5$  pixels est réalisée pour lisser les objets segmentés ;
- Seul le plus gros objet, correspondant à l'éprouvette AE2 est conservé. Le contour détecté par le traitement d'images est présenté localement au niveau des deux bavures sur les Figures 8.7a et 8.7b. Il apparaît que, sur le *slice* considéré, les géométries des bavures sont captées de manière satisfaisante ;
- Finalement, seules deux portions de disque d'angle  $26^\circ$  centrées sur les bavures sont extraites (cf. Figure 8.7c).

Dans la suite on appellera bavure 1 celle qui se trouve du même côté que le point d'injection (cf. Figure 5.19) et bavure 2 celle du côté opposé.

Cette procédure est par la suite appliquée à l'ensemble des *slices* de la tomographie. Un algorithme de *marching cubes* est utilisé afin de construire une surface maillée à partir



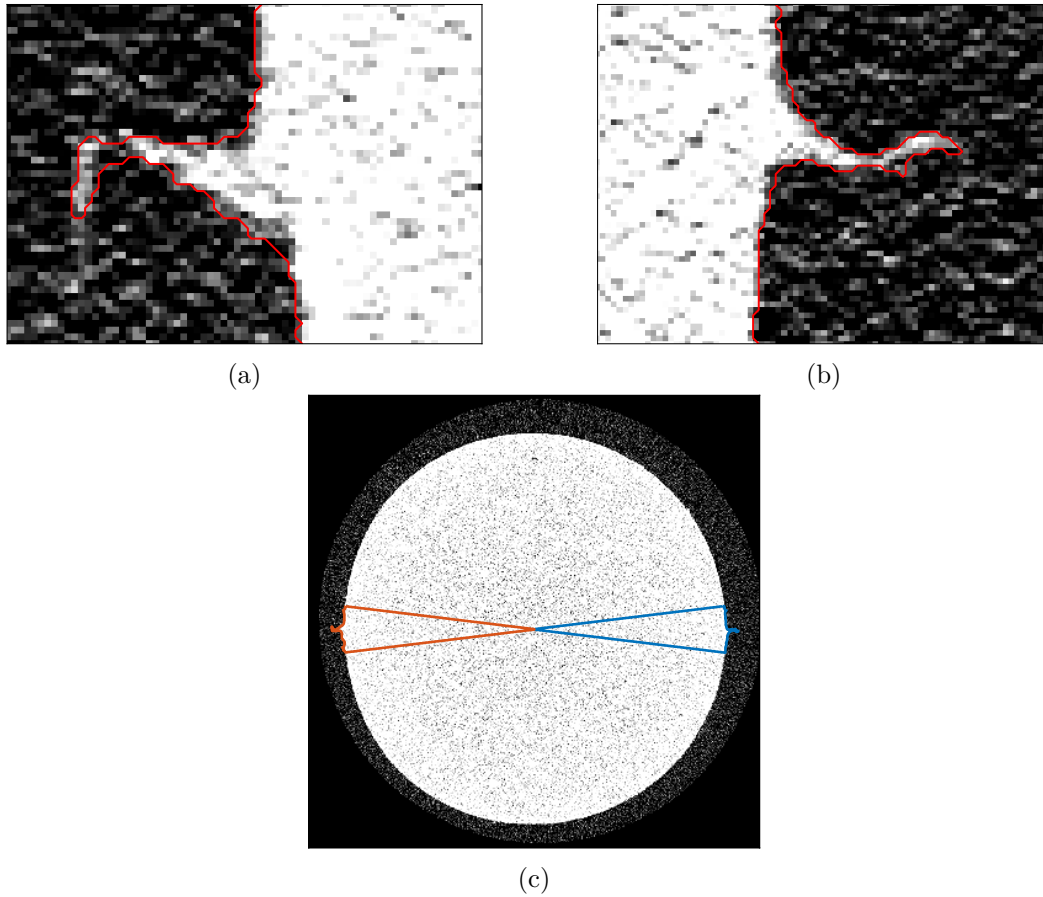


FIGURE 8.7 – Procédure de traitement d’images effectuée pour extraire les géométries au voisinage des deux bavures d’une éprouvette AE2 en EPDM\_NS (a) contour détecté par le traitement d’images au niveau de la bavure 1, (b) contour détecté par le traitement d’images au niveau de la bavure 2 et (c) portions de disque utilisées pour exporter les géométries.

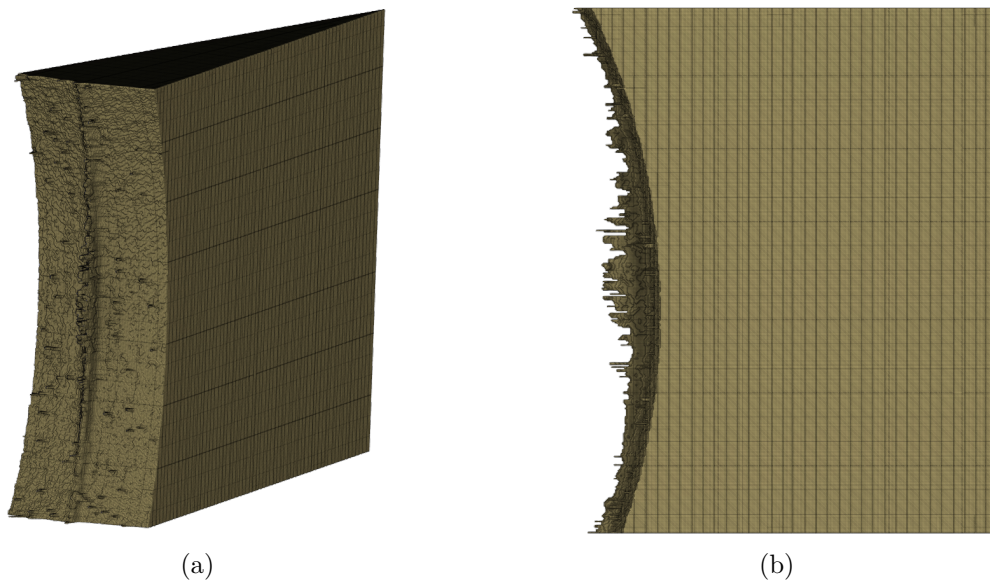


FIGURE 8.8 – Surface construite à partir du traitement d’images tomographiques pour la bavure 2 pour différents angles d’observation (a) angle 1 et b) angle 2.

de la segmentation réalisée (Lorensen et Cline, 1987). La surface alors obtenue est présentée sur la Figure 8.8. Cette dernière apparaît très bruitée, en particulier au niveau du film de la bavure. Cela est dû au fait que le contour détecté par le traitement d'images est différent sur chaque *slice*. De plus, l'épaisseur du film de la bavure étant de l'ordre de la taille du voxel, ce dernier n'est parfois pas distinguable. La surface n'est donc pas directement exploitable telle quelle. Toutefois, elle fournit une bonne base pour reconstruire une géométrie de bavure représentative. La conception assistée par ordinateur (CAO) est donc utilisée pour retravailler cette surface.

Il est proposé d'utiliser seulement certaines sections, pour lesquelles la détection du contour par le traitement d'images est proche de la vraie géométrie de la bavure (cf. Figure 8.9a). Des clichés MEB des bavures sont alors effectués et mis en relation avec la surface numérique afin de choisir judicieusement les sections. Des *splines* sont ajustées sur ces dernières afin de lisser la géométrie sans perdre le film de la bavure (cf. Figure 8.9b). La surface entre ces sections est extrudée à l'aide d'une fonction *loft* permettant de créer une transition lisse entre les différents profils (cf. Figure 8.9c). La surface est ensuite refermée et convertie en volume. De cette manière, des modèles tridimensionnels de bavures, incluant le film et le pied, sont obtenus.

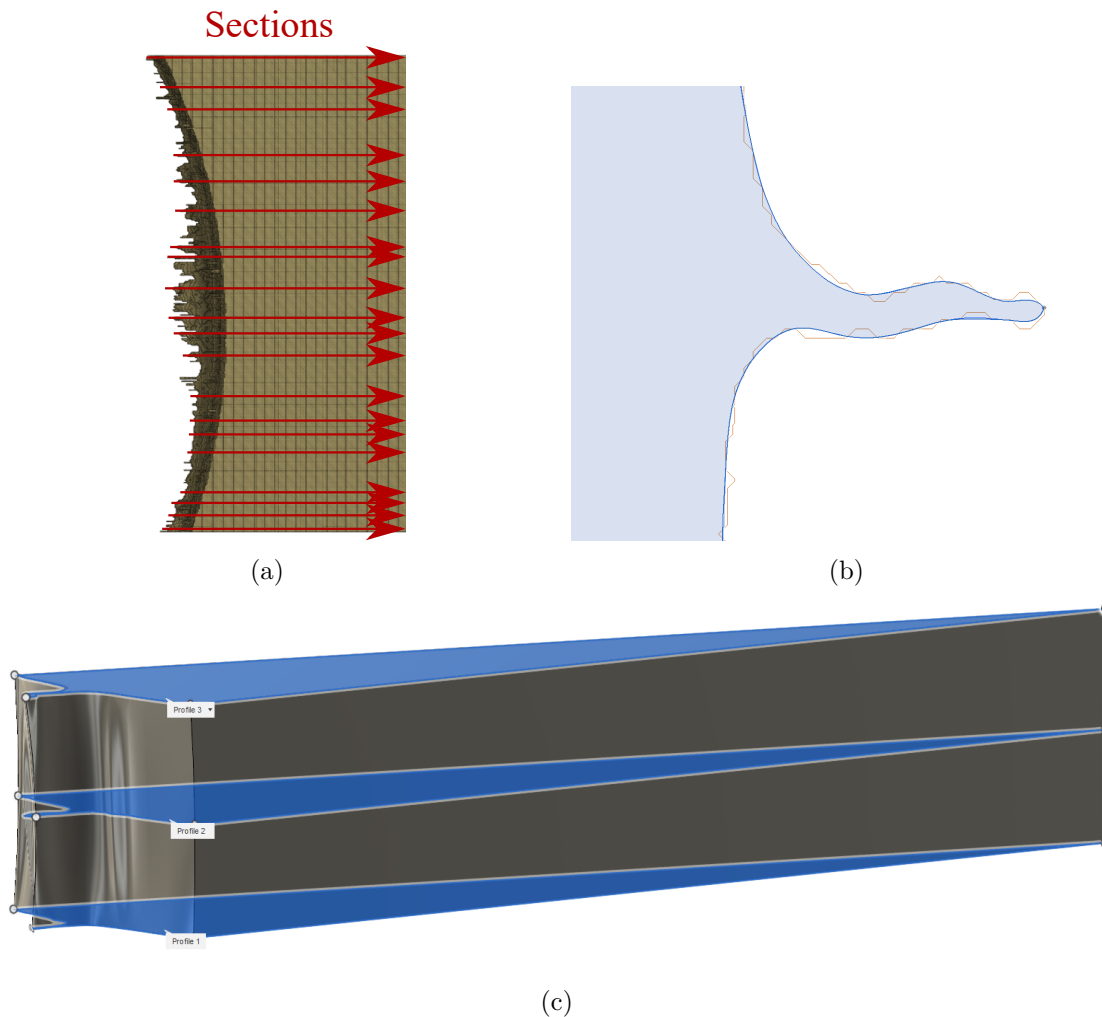


FIGURE 8.9 – Procédure de construction d'un modèle 3D exploitable de la bavure à partir des surfaces 2D générées à l'issue du traitement d'images tomographiques (a) sélection des sections représentatives de la géométrie de la bavure, (b) ajustement de *splines* sur une section et (c) extrusion des profils.



### 8.2.1.2 Résultats de la reconstruction numérique des bavures d'une éprouvette AE2 en EPDM\_NS

La procédure précédemment détaillée est appliquée aux deux bavures d'une éprouvette AE2 en EPDM\_NS. La comparaison entre les géométries numériques reconstruites à partir des tomographies et les géométries réelles observées au MEB est présentée sur les Figures 8.10a et 8.10b pour la bavure 1, et les Figures 8.10c et 8.10d pour la bavure 2. Sur les vues de profil, une corrélation très satisfaisante est obtenue pour les deux bavures. Notamment, les grandes variations de longueur de film de la bavure sont bien représentées (cf. Figure 8.10b et Figure 8.10d). Pour les vues de face, le même constat peut être fait. Toutefois, quelques écarts sont visibles, en particulier sur la longueur maximale du film de la bavure (cf. Figure 8.10a et Figure 8.10c). Ceci pourrait s'expliquer par le fait que le seuil choisi lors de la segmentation a été ajusté pour conserver un maximum de pixels définissant le film de la bavure. Par conséquent, la longueur maximale de ce dernier est légèrement surestimée. Les modèles numériques obtenus sont tout de même très proches des observations MEB et permettent de décrire fidèlement la complexité de la géométrie de la bavure. En somme, la méthode développée dans cette section a permis de reconstruire numériquement et en trois dimensions des bavures représentatives des géométries réelles incluant le pied et le film de la bavure.

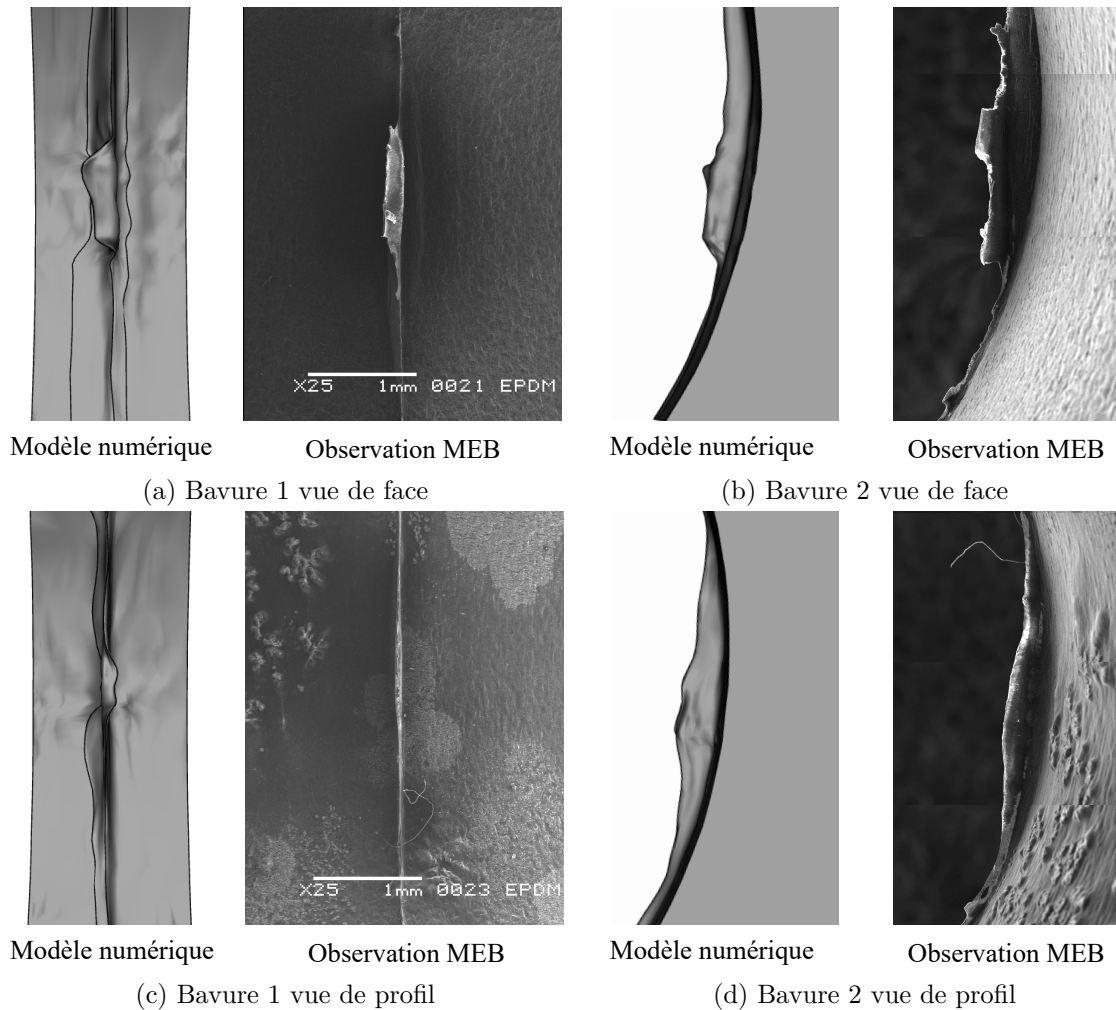


FIGURE 8.10 – Comparaison entre les modèles numériques des bavures et les observations MEB pour (a) la bavure 1 vue de face, (b) la bavure 1 vue de profil, (c) la bavure 2 vue de face et (d) la bavure 2 vue de profil.

## 8.2.2 Simulation par éléments finis des modèles numériques des bavures

### 8.2.2.1 Mise en données numérique

Maintenant que des modèles numériques représentatifs des bavures sont disponibles, il est possible d'utiliser la simulation par éléments finis afin de calculer les champs mécaniques au voisinage de ces dernières. Pour le maillage, une première partition, incluant la géométrie complexe de la bavure, utilise des éléments tétraédriques hybrides de type C3D4H de taille 0,01 mm (cf. Figure 8.11a). Le reste du domaine est maillé à l'aide d'éléments hexaédriques hybrides à intégration réduite de type C3D8RH. Une zone de transition est alors maillée avec des éléments de taille 0,04 mm, et la zone la plus éloignée de la bavure utilise des éléments de taille 0,08 mm (cf. Figure 8.11b). Des conditions limites de symétrie par rapport à l'axe  $\theta$  sont appliquées sur les bords à gauche et à droite de la bavure, le bord inférieur est encastré et un déplacement de  $u = 5$  mm est imposé sur le bord supérieur, ce qui correspond à une elongation d'environ  $\lambda = 1,5$  (cf. Figure 8.11c). Le modèle de comportement Mooney-Rivlin identifié dans le chapitre 3 pour l'EPDM\_NS est utilisé. Les simulations sont faites dans un cadre quasi-statique, et la non-linéarité géométrique est activée.

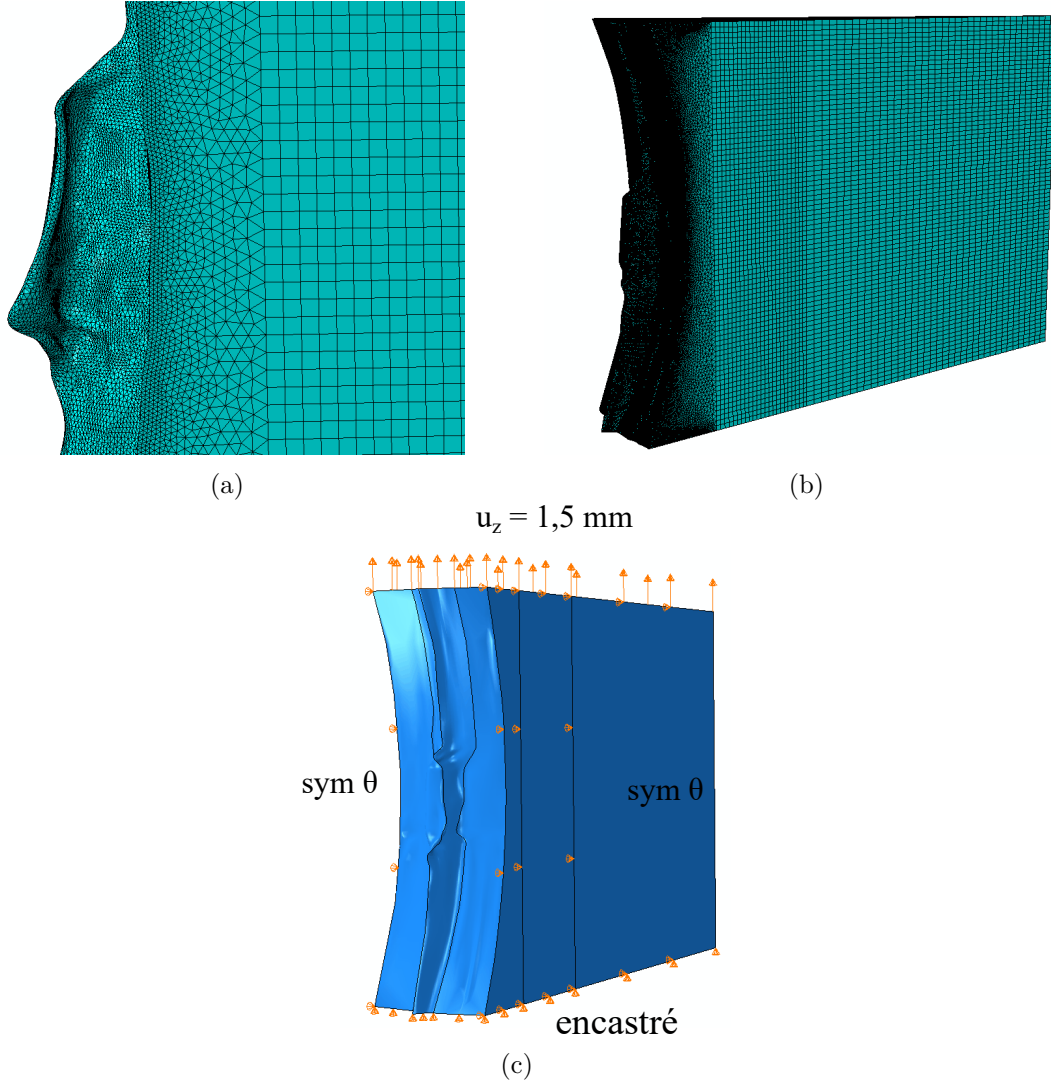


FIGURE 8.11 – Simulation numérique par éléments finis d'un modèle 3D de la bavure 1 d'une éprouvette AE2 en EPDM\_NS (a) maillage au voisinage de la bavure, (b) vue d'ensemble du maillage et (c) conditions limites imposées sur le modèle.

### 8.2.2.2 Analyses des résultats des simulations numériques par éléments finis

Les résultats des simulations sont présentés sur la Figure 8.12 pour les deux bavures. Le champ mécanique tracé est la déformation nominale principale maximale, et les valeurs maximales atteintes dans les deux simulations sont mises en évidence. Ces dernières sont, dans les deux cas, localisées dans une région où il y a une forte variation de longueur du film de la bavure. Un facteur d'intensité de déformation, noté  $K_t$ , est défini tel que  $K_t = \frac{\varepsilon_{max}}{\lambda-1}$ . On trouve alors  $K_t = 2,5$  pour la bavure 1 et  $K_t = 1,8$  pour la bavure 2, ce qui suggère que la bavure 1 est la plus critique. Cela peut s'expliquer par le fait que la variation de longueur du film de la bavure est plus brutale pour cette dernière. De plus, dans le chapitre 5, il est montré que les fissures de fatigue s'amorcent préférentiellement dans ces zones où la longueur de bavure varie beaucoup (cf. Figure 5.22). Ainsi, l'analyse mécanique effectuée dans cette section permet de comprendre pourquoi.

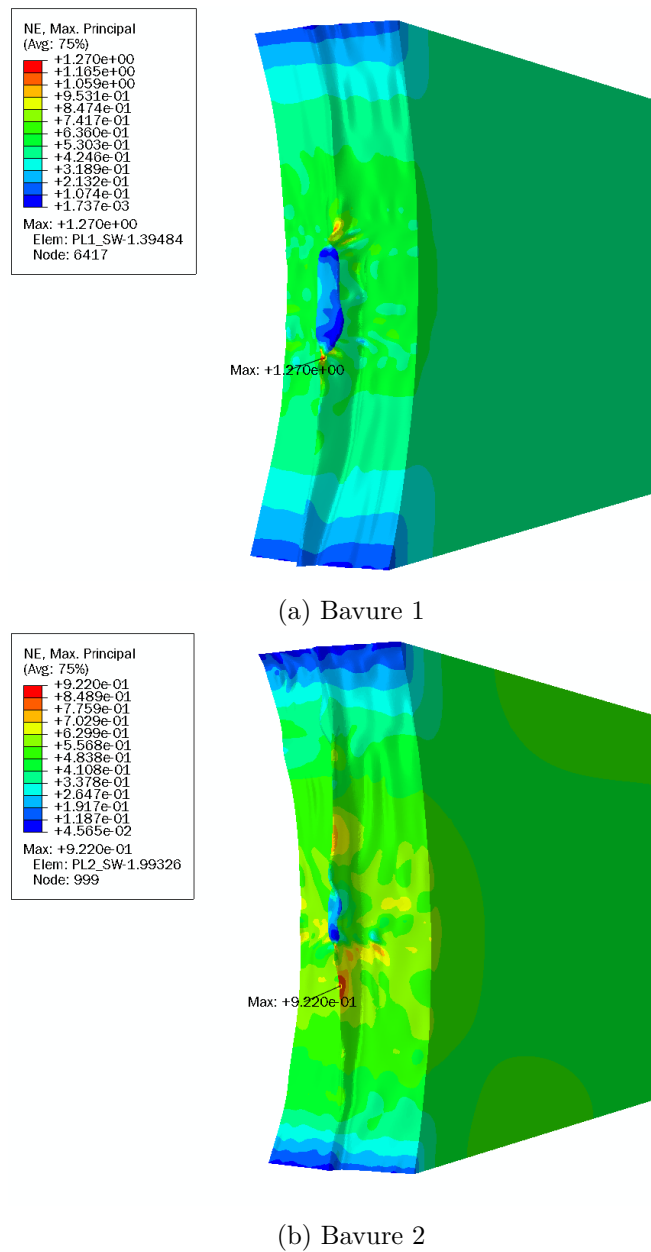


FIGURE 8.12 – Valeurs de la déformation nominale principale maximale sur une simulation numérique d'un modèle 3D d'une portion d'éprouvette AE2 en EPDM\_NS (a) bavure 1 et (b) bavure 2.

Pour confirmer ces tendances numériques, une comparaison avec les résultats des ruptures en fatigue est effectuée. Seules les éprouvettes AE2 provenant de la même cavité de moulage que celle analysée précédemment en tomographie sont considérées. Il est supposé que les géométries des bavures sont comparables pour une cavité de moulage donnée, ce qui est globalement vérifié par expérience grâce aux nombreuses observations MEB effectuées durant ces travaux de thèse. La Figure 8.13 illustre ce constat en présentant des vues de face des bavures 1 de deux éprouvettes AE2 provenant de la même cavité de moulage, et en montrant que ces dernières sont très similaires. Par ailleurs, les deux côtés d'un faciès de rupture d'une éprouvette AE2 sont présentés sur la Figure 8.14. Il apparaît alors que le film de la bavure est beaucoup plus long sur la Figure 8.14a que sur la Figure 8.14b. Cela signifie que l'amorçage de la fissure de fatigue sur ce défaut a lieu dans une zone où la longueur du film de la bavure varie grandement. De plus, pour 100% des éprouvettes AE2 issues de la cavité de moulage considérée, seule la bavure 1 a été identifiée comme responsable des ruptures. De plus, d'après les simulations numériques présentées sur la Figure 8.12, cette dernière est plus critique que la bavure 2. Cela confirme donc le fait que la bavure présentant le  $K_t$  le plus élevé est celle sur laquelle la fissure de fatigue menant à rupture s'amorce.

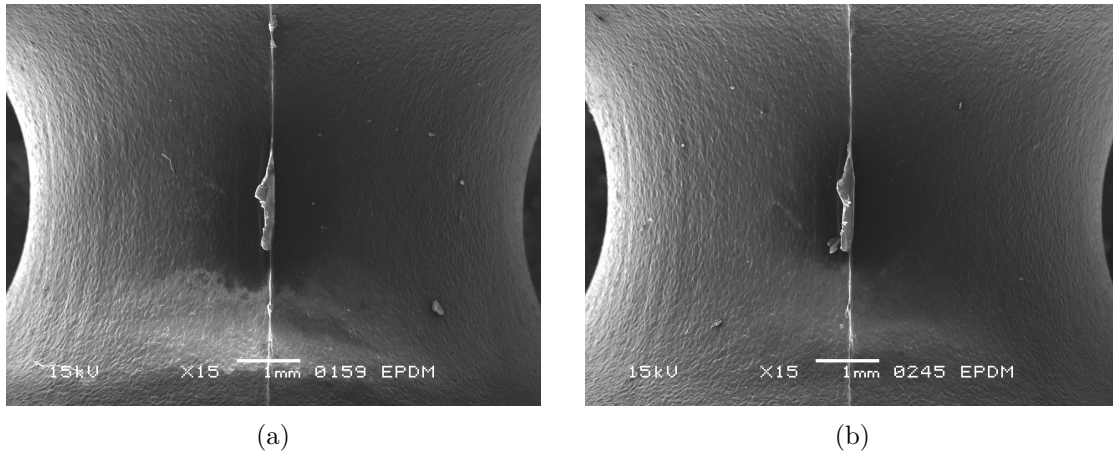


FIGURE 8.13 – Clichés MEB vus de face de la bavure 1 de deux éprouvettes AE2 en EPDM\_S provenant de la même cavité de moulage que celle en EPDM\_NS étudiée dans cette section (a) éprouvette 1 et (b) éprouvette 2.

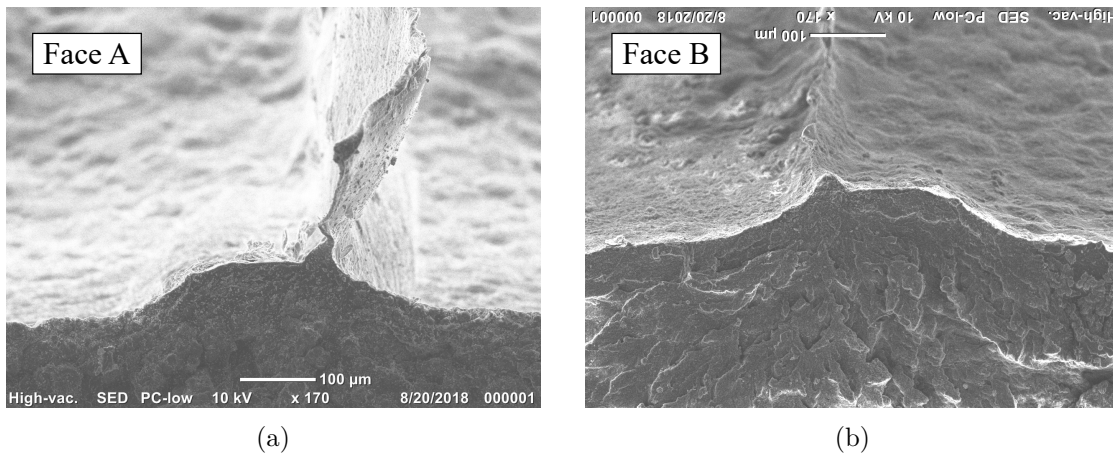


FIGURE 8.14 – Clichés MEB d'un faciès de rupture d'une éprouvette AE2 provenant de la même cavité de moulage que celle analysée en tomographie et ayant rompu sur la bavure 1 (a) vue d'un côté du faciès et (b) vue de l'autre côté.

Enfin, toutes les cavités de moulage des éprouvettes AE2 ayant rompu à cause d'une bavure sont maintenant considérées. Il apparaît alors que 76% des faciès de rupture montre clairement que le film de la bavure est significativement plus long d'un côté du faciès que de l'autre (cf. Figure 8.15). Cela signifie que le mécanisme d'endommagement étudié dans cette section est prépondérant pour les éprouvettes AE2, ce qui confirme les tendances observées dans le chapitre 5 (cf. Tableau 5.3).

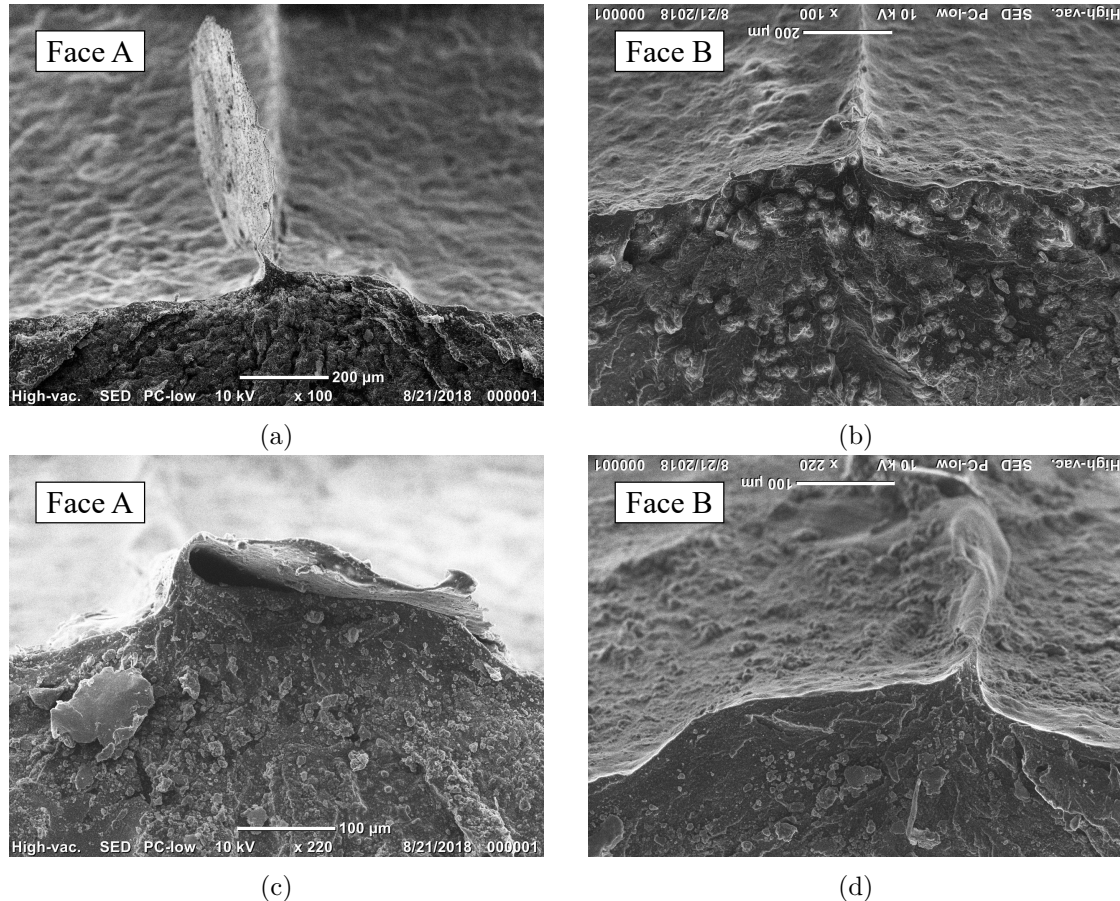


FIGURE 8.15 – Clichés MEB de faciès de rupture d'éprouvettes AE2 provenant de différentes cavités de moulage et ayant rompu sur des bavures (a) face A de l'éprouvette 1, (b) face B de l'éprouvette 1, (c) face A de l'éprouvette 2 et (d) face B de l'éprouvette 2.

Ainsi, les observations expérimentales permettent de valider l'analyse mécanique de la bavure effectuée dans cette section. Il apparaît que les déformations sont localisées au niveau des fortes variations de longueurs du film de la bavure, ce qui détermine l'emplacement du stade 1 d'apparition des fissures de fatigue, c'est-à-dire l'activation du défaut. De plus, le facteur de concentration de déformation ici défini permet de classer de manière correcte la criticité de deux bavures différentes d'une même éprouvette AE2.

### 8.2.3 Influence de la suppression du film de la bavure par traitement cryogénique sur les durées de vie en fatigue

En pratique, une solution industrielle, appelée traitement cryogénique, existe pour supprimer le film de la bavure. Ce dernier consiste à placer les pièces élastomères dans un rotor à très basse température (à proximité de la  $T_g$ ) avec des billes de plastiques. Il ne permet cependant pas d'enlever le pied de la bavure. Il est important de noter que ce traitement est coûteux industriellement, et ne peut être réalisé que pour des pièces composées entièrement d'élastomère (sans insert).

Afin de quantifier son effet sur le comportement en fatigue, quelques éprouvettes AE2 en EPDM\_S ont suivi ce traitement. La Figure 8.16 présente alors des photos avant et après cryogénie. Il apparaît qu’une grande partie du film des deux bavures de l’éprouvette AE2 considérée a été enlevée. Toutefois, quelques résidus semblent toujours présents. Cela peut s’expliquer par le fait que les bavures considérées sont déjà de très petites dimensions en comparaison avec celles existant sur les pièces industrielles.

Les durées de vie en fatigue pour un niveau de chargement sont présentées sur la Figure 8.17. Il apparaît alors que la durée de vie moyenne des éprouvettes AE2 cryogénisées est plus grande que celles des éprouvettes AE2 simplement moulées. De plus, le taux de bavure pilotant les ruptures des éprouvettes AE2 passe de 57% à 26% grâce au traitement cryogénique. Cela signifie que la suppression du film de la bavure a permis de diminuer le nombre d’amorçages de fissures de fatigue sur les bavures en limitant le passage du stade 0 au stade 1 d’activation des bavures. La criticité de ces défauts étant réduite, d’autres défauts, initialement moins critiques et menant à des durées de vie plus grandes, finissent par piloter les ruptures des éprouvettes cryogénisées, expliquant ainsi les tendances de la Figure 8.17.

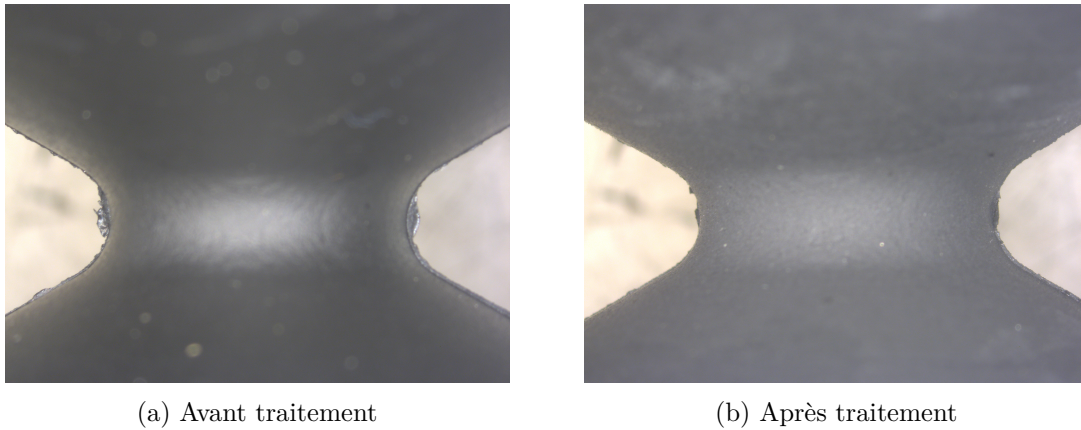


FIGURE 8.16 – Vue à la loupe binoculaire de l’influence du traitement cryogénique sur les films de bavure d’éprouvettes AE2 en EPDM\_S (a) avant traitement et (b) après traitement.

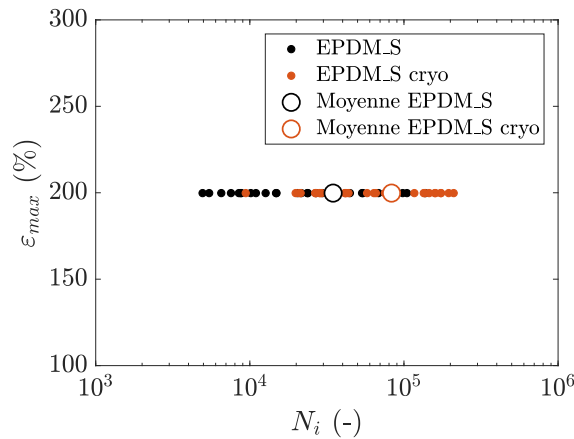


FIGURE 8.17 – Durées de vie en fatigue pour le niveau de chargement  $\varepsilon_{max} = 200\%$  pour des éprouvettes AE2 simplement moulées et d’autres ayant été de plus cryogénisées.



### 8.3 Conclusions

En résumé, l'analyse des durées de vie des éprouvettes AE2 ayant rompu sur une bavure a été séparée en deux sections. La première s'est concentrée sur l'influence de la taille du pied de la bavure, et la deuxième sur l'influence de la géométrie complète de la bavure (pied et film). Tout d'abord, l'ensemble des faciès de rupture des matériaux EPDM\_S et EPDM\_NS ayant rompu sur une bavure a été analysé. La mesure de  $\sqrt{aire}$  du pied de la bavure a alors été proposée pour représenter la taille de ce défaut. La déformation locale au voisinage des défauts critiques a été estimée à l'aide de la mesure de la position de ces derniers conjuguée à des simulations numériques par éléments finis. Dans un premier temps, il apparaît que l'évolution des durées de vie en fatigue en fonction de la taille des pieds de la bavure est similaire pour les matériaux EPDM\_S et EPDM\_NS (cf. Figure 8.4). Pour un niveau de chargement donné, une loi puissance permet d'ajuster les résultats de manière satisfaisante avec une pente de  $-2,5$ . En comparaison, pour un niveau de chargement comparable, la pente obtenue au chapitre 6 sur l'influence de la taille des défauts calibrés est de  $-2,4$ , ce qui est très proche. L'ensemble des niveaux de chargement a ensuite été pris en compte. Une forte corrélation apparaît alors entre la durée de vie  $N_i$ , la grandeur  $\sqrt{aire}$  du pied de la bavure et la déformation locale au voisinage de ce dernier  $\varepsilon$ . Cette tendance a finalement été quantifiée à l'aide d'un ajustement de plan sur le logarithme de ces grandeurs (équivalent 2D d'une loi puissance).

Dans un second temps, l'influence du film de la bavure a été étudiée. Pour ce faire, une tomographie d'une éprouvette AE2 a été effectuée, et un traitement d'images a été développé dans le but d'extraire au mieux la géométrie tridimensionnelle des deux bavures présentes dans l'éprouvette analysée. Une procédure de reconstruction géométrique utilisant la CAO a ensuite été proposée pour obtenir des géométries comparables à celles des vraies bavures. Les observations MEB ont permis de confirmer la représentativité des modèles numériques ainsi obtenus. Des simulations numériques par éléments finis ont par la suite été réalisées. Il apparaît que le film de la bavure est responsable de la concentration des déformations au niveau de ses fortes variations de longueur. Un facteur de concentration de déformation  $K_t$  est alors estimé afin de classer la criticité des deux bavures de l'éprouvette considérée. Les observations expérimentales ont permis de confirmer, d'une part, la localisation de l'amorçage de fissures de fatigue prédite par les simulations, et d'autre part la criticité relative des deux bavures : la bavure qui présente le  $K_t$  le plus élevé est celle sur laquelle la fissure de fatigue menant à rupture s'amorce. Pour conclure, l'ensemble des résultats de ce chapitre a montré que, concernant la bavure :

- Les durées de vie en fatigue peuvent être unifiées de manière satisfaisante uniquement par la connaissance de l'état de déformation local et par la  $\sqrt{aire}$  du pied de la bavure critique ;
- Une réduction d'un facteur 2 de la taille du pied de la bavure augmente la durée de vie associée à ce défaut d'un facteur environ 5,7 pour l'EPDM considéré ;
- Les champs mécaniques permettent d'expliquer les mécanismes d'endommagement en fatigue observés dans le chapitre 5 sur les bavures ;
- Si l'activation de ce défaut en stade 1 est contrôlée, alors sa criticité est réduite.

Ces conclusions ont permis de transmettre des recommandations au sein de l'entreprise Vibracoustic, notamment sur le fait que la maîtrise du film de la bavure était primordiale, et que la taille du pied de la bavure devait être minimisée. Les durées de vie en fatigue des éprouvettes ayant rompu sur des bavures étant maintenant analysées, il est nécessaire d'étudier la deuxième catégorie responsable du reste des ruptures en fatigue : les inclusions.

## Chapitre 9

# Analyse des durées de vie en fatigue relatives aux ruptures sur des inclusions

---

Les inclusions sont des agglomérats d'ingrédients provenant de la formulation de l'élastomère. Elles sont donc intrinsèques au matériau, pour un jeu de paramètres de mise en œuvre donné. Plusieurs familles d'inclusions existent au sein d'un même matériau, et chacune dispose d'une distribution de taille, de forme, de cohésion interne et d'adhésion avec la matrice qui lui est propre. Dans le chapitre 5, seulement certaines sont identifiées comme responsables de l'amorçage de fissures de fatigue : les oxydes de zinc et les inclusions carbonées. L'objectif de ce chapitre est de faire le lien entre leurs caractéristiques microstructurales et les durées de vie en fatigue des éprouvettes AE2. Dans un premier temps, la population d'inclusions présentes dans le matériau est décrite à l'aide de la tomographie puis, l'influence de la taille des inclusions critiques sur les durées de vie en fatigue est quantifiée.

---

### Sommaire

---

9.1	Description des différentes populations d'inclusions dans les matériaux de l'étude . . . . .	<b>198</b>
9.1.1	Méthodes utilisées pour décrire la population d'inclusions détectables par tomographie . . . . .	198
9.1.2	Description de la taille des inclusions dans les EPDM de l'étude	200
9.1.3	Estimation de la sphéricité des inclusions dans les EPDM de l'étude . . . . .	201
9.1.4	Estimation de la forme des inclusions par l'ajustement de formes ellipsoïdales . . . . .	203
9.2	Analyse des ruptures en fatigue dues aux inclusions dans les éprouvettes AE2 . . . . .	<b>205</b>
9.2.1	Description des sites d'amorçages responsables de la rupture en fatigue des éprouvettes AE2 en EPDM_S et EPDM_NS . . . .	205
9.2.2	Influence de la taille des inclusions sur les durées de vie en fatigue	207
9.3	Conclusions . . . . .	<b>211</b>

---



## 9.1 Description des différentes populations d'inclusions dans les matériaux de l'étude

### 9.1.1 Méthodes utilisées pour décrire la population d'inclusions détectables par tomographie

Des éprouvettes AE2 en EPDM\_S et EPDM\_NS sont installées dans le micro-tomographe Xradia MicroXCT-400, et les paramètres d'acquisition donnés dans le Tableau 2.3 sont utilisés. La résolution du voxel (pixel en 3D) est de  $8,157 \mu\text{m}$ . Seule la zone utile des éprouvettes est analysée, et le volume tomographié correspond environ à un cylindre de 9 mm de diamètre pour 6 mm de hauteur autour du plan médian. Il est rappelé que le contraste des images obtenues par micro-tomographie provient des différences de coefficient d'absorption. Ce dernier dépend en grande partie de la densité et du numéro atomique des hétérogénéités présentes dans le matériau. Plus le numéro atomique ou la densité d'un objet est grand, plus ce dernier est brillant sur les images tomographiques. À l'inverse, les vides apparaissent très sombres sur les images.

Un *slice* d'une tomographie est présenté sur la Figure 9.1a. Sur celui-ci, on peut voir un grand nombre d'hétérogénéités qui, pour la plupart, paraissent plus claires que la matrice homogène du matériau. Un traitement d'images est alors nécessaire pour extraire automatiquement les données relatives à ces dernières. Durant les travaux de thèse de Glanowski (2019), une méthode de segmentation utilisant un algorithme de *random walk* a été développée. Ce dernier se sert de deux seuils bien distincts : le premier, illustré en jaune, représente la matrice homogène et le second, en vert, représente les inclusions (cf. Figure 9.1b). Il subsiste donc une phase indéterminée, illustrée en violet, dont l'assignation à la matrice ou aux inclusions se fait en fonction de la probabilité d'appartenance à chacune des deux phases définies précédemment. Le résultat de cette méthode de segmentation est montré sur la Figure 9.1b à travers un exemple sur une inclusion. En comparaison avec l'utilisation d'un seuillage simple, cela permet d'une part, d'être beaucoup moins dépendant au choix du seuil, et d'autre part de s'abstenir d'utiliser les opérateurs morphologiques mathématiques que sont l'érosion et la dilatation. Finalement, seules les inclusions étant définies par plus de 27 voxels sont conservées, ce qui correspond à environ  $660 \mu\text{m}^3$ . Cette valeur est fixée par rapport à la taille du filtre médian de  $3 \times 3 \times 3$  voxels appliqué sur les images pendant leur traitement numérique. L'ensemble des résultats présentés par la suite est obtenu grâce à cette méthode de segmentation développée par Glanowski (2019) et utilisée ici comme un outil.

Dans le chapitre 5, il est montré que deux types d'inclusions sont responsables de la rupture des éprouvettes : les inclusions carbonées et les oxydes de zinc. Le numéro atomique des oxydes de zinc est suffisamment éloigné de celui de la matrice pour être détectable par l'algorithme de segmentation utilisé dans ces travaux de thèse. En revanche, il y a très peu de différences entre la composition des inclusions carbonées et celle de la matrice, ce qui signifie qu'elles sont très difficiles à détecter et ne seront donc pas considérées ici. De plus, il est important de noter que toutes les hétérogénéités plus denses ou avec un numéro atomique plus grand que celui de la matrice homogène sont prises en compte. Cela signifie que les oxydes de zinc en font partie. Mais il est tout à fait envisageable que d'autres inclusions, typiquement d'autres oxydes métalliques, qui n'ont pas été clairement différenciées, sont décomptées dans cette population.

Finalement, trois quantités sont définies et utilisées pour représenter les caractéristiques géométriques des inclusions détectées. Dans un premier temps, la taille des inclusions est quantifiée par leur diamètre équivalent, noté  $d_{eq}$ . Cette grandeur correspond au diamètre calculé pour une sphère de volume équivalent à celui mesuré pour chaque inclusion.

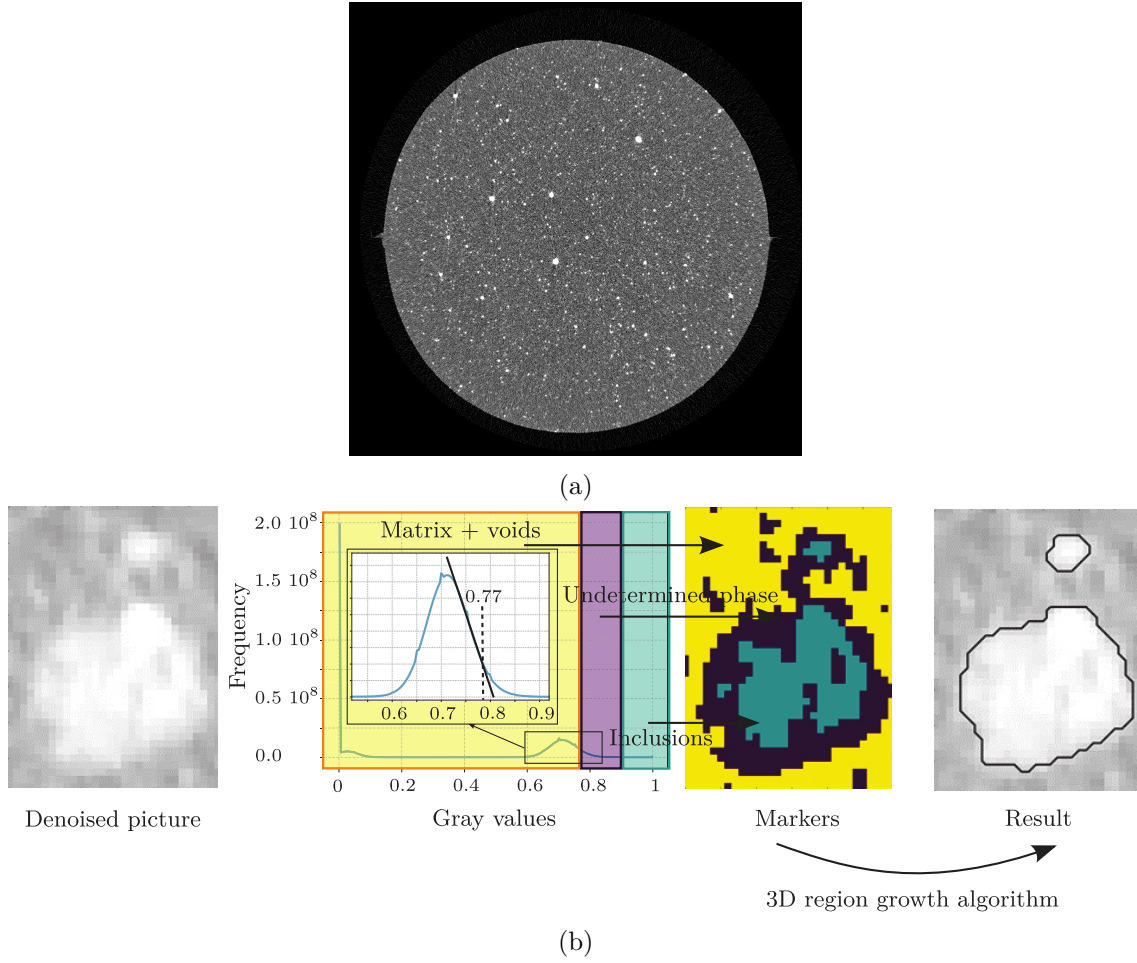


FIGURE 9.1 – Traitement numérique des images tomographiques (a) exemple d’une *slice* d’une éprouvette AE2 en EPDM\_NS et (b) illustration du fonctionnement de l’algorithme de segmentation développé par Glanowski (2019) et utilisé dans ces travaux de thèse.

Elle s’exprime de la manière suivante :

$$d_{eq} = \left( \frac{6V}{\pi} \right)^{\frac{1}{3}}, \quad (9.1)$$

avec  $V$  le volume de l’inclusion.

Par la suite, la forme des inclusions est estimée à l’aide de l’indice de sphéricité, noté  $I_S$ . Dans le cas d’une sphère parfaite,  $I_S = 1$ , sinon  $I_S < 1$ . Plus  $I_S$  est proche de 0, plus la forme de l’inclusion est éloignée de la sphère. Toutefois, les volumes et surfaces étant en pratique discrétisés par la tomographie, des valeurs légèrement inférieures à 1 sont trouvées, même pour des sphères parfaites. Son expression mathématique est la suivante :

$$I_S = \frac{\pi^{\frac{1}{3}} (6V)^{\frac{2}{3}}}{A}, \quad (9.2)$$

avec  $V$  le volume de l’inclusion et  $A$  l’aire de la surface de l’inclusion.

Enfin, dans le but de préciser la forme des inclusions, la forme d’un ellipsoïde est ajustée sur l’ensemble des inclusions (cf. Figure 9.2). Les trois demi-grands axes sont alors déterminés :  $R_1$  est choisi comme étant le plus petit,  $R_2$  l’intermédiaire et  $R_3$  le plus grand. De cette manière, la forme des inclusions est quantifiée intrinsèquement, en plus de la comparaison avec une sphère.

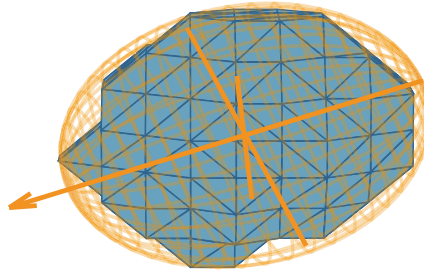


FIGURE 9.2 – Ajustement du meilleur ellipsoïde sur une inclusion quelconque détectée par l’analyse d’images tomographiques (Glanowski, 2019).

### 9.1.2 Description de la taille des inclusions dans les EPDM de l’étude

La méthode de segmentation décrite précédemment est appliquée aux images tomographiques des éprouvettes AE2 en EPDM\_S et EPDM\_NS. Les histogrammes de la Figure 9.3a représentent la fréquence d’apparition des inclusions en fonction de leur diamètre équivalent pour les EPDM\_S et EPDM\_NS. La taille minimale détectée correspond à la limite de détection fixée à 27 voxels. Globalement, les distributions des deux matériaux semblent très proches. De plus, le Tableau 9.1 montre que les tailles moyennes, minimales et maximales sont comparables. Un zoom des histogrammes est proposé sur la Figure 9.3b pour les inclusions de plus gros diamètre. Il apparaît alors que les grosses inclusions comprises entre 100  $\mu\text{m}$  et 325  $\mu\text{m}$  sont plus nombreuses dans l’EPDM\_NS que dans l’EPDM\_S. Cela signifie que l’étape *strainer* a permis de les « filtrer ».

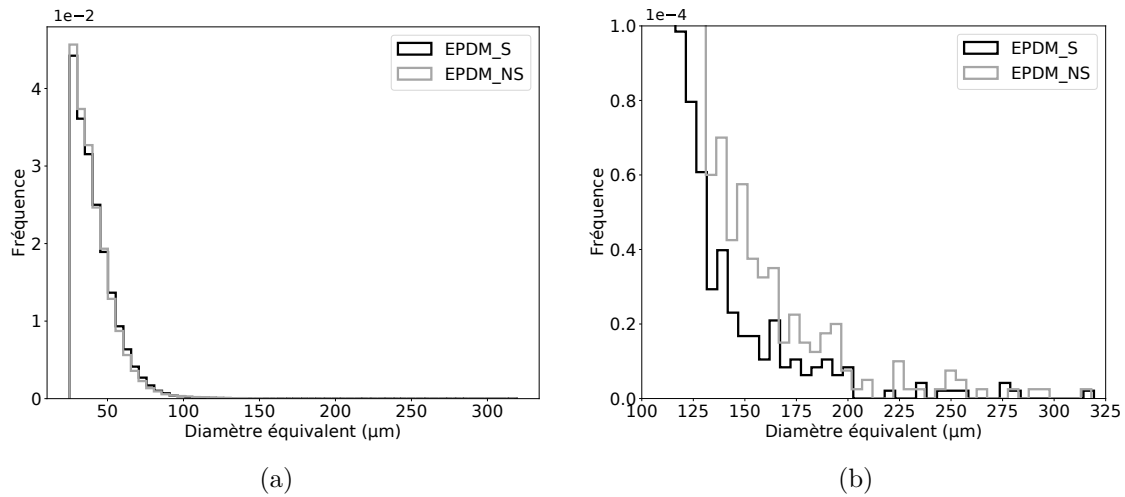


FIGURE 9.3 – Histogrammes représentant la fréquence d’apparition des inclusions en fonction de leur diamètre équivalent (a) pour l’ensemble de la population d’inclusions et (b) seulement pour celles comprises entre 100  $\mu\text{m}$  et 325  $\mu\text{m}$ .

Taille ( $\mu\text{m}$ )	EPDM_S	EPDM_NS
Moyenne	41,3	40,9
Min	25	25
Max	319	318
Écart type	14,4	15

Tableau 9.1 – Tableau récapitulatif de la taille des inclusions présentes dans les matériaux EPDM\_S et EPDM\_NS.

Toutefois, il est surprenant de voir que quelques inclusions de dimensions supérieures à  $150\mu\text{m}$ , ce qui correspond à la taille de la grille du *strainer*, sont toujours présentes dans l'EPDM\_S. Plusieurs hypothèses peuvent alors être proposées pour expliquer ce phénomène :

1. Certaines inclusions sont de forme ellipsoïdale allongée, ce qui leur permet de passer à travers le *strainer*, malgré un diamètre équivalent supérieur à la taille de la grille ;
2. Certaines inclusions s'érodent au voisinage de la grille ;
3. Certaines inclusions sont capables de se déformer plastiquement ;
4. Certaines inclusions sont capables de se déformer de manière élastique, c'est-à-dire de retrouver leur forme initiale après leur passage à travers la grille ;
5. Le *strainer* comporte des fuites, par exemple à cause d'une mauvaise étanchéité dans certaines zones, où à cause d'un défaut dans la grille.

Les sections suivantes cherchent à quantifier la forme des inclusions dans les deux matériaux, notamment pour estimer la plausibilité de chaque hypothèse.

### 9.1.3 Estimation de la sphéricité des inclusions dans les EPDM de l'étude

L'analyse manuelle des images tomographiques permet d'identifier des inclusions de grandes dimensions dans l'EPDM\_S (cf. Figure 9.4). D'une part, il apparaît que l'inclusion de la Figure 9.4a est de type ellipsoïdal allongé, avec un petit axe mesurant environ  $150\mu\text{m}$ . Sa présence pourrait s'expliquer par les trois premières hypothèses énoncées dans la section précédente. Toutefois, le fait que son petit axe concorde avec la dimension de la grille du *strainer* suggère plutôt les hypothèses 2 et 3, à savoir une érosion ou une déformation plastique de l'inclusion. D'autre part, l'inclusion de la Figure 9.4b est plutôt sphérique avec un diamètre d'environ  $240\mu\text{m}$ , ce qui est supérieur à la taille de la grille du *strainer*. Sa présence pourrait s'expliquer plutôt par les hypothèses 4 et 5, c'est-à-dire soit une déformation élastique de l'inclusion, soit une fuite du *strainer*. Ces tendances sur la forme des inclusions sont quantifiées par la suite en utilisant l'indice de sphéricité.

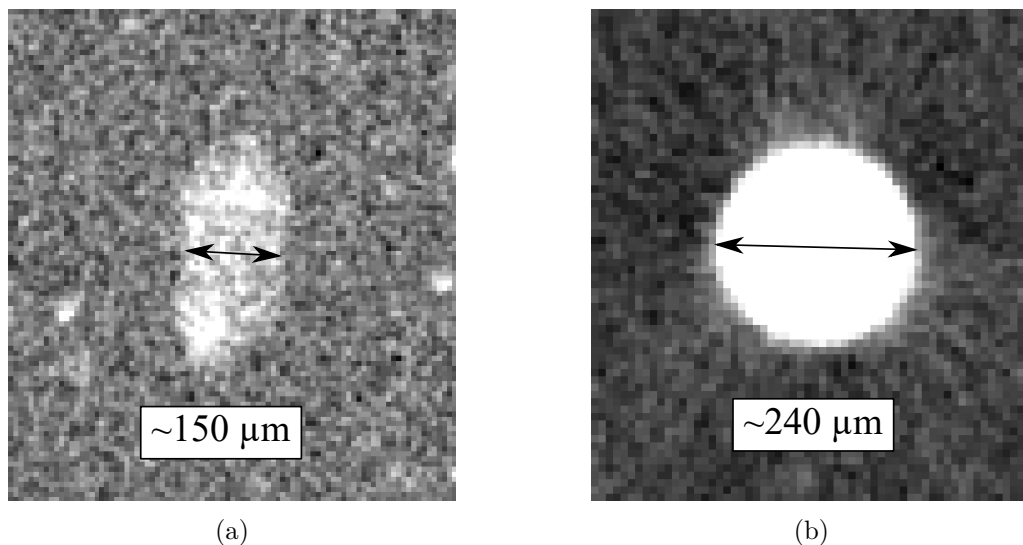


FIGURE 9.4 – (a) Zoom sur une image tomographique d'une éprouvette AE2 en EPDM\_S montrant une inclusion allongée dont la largeur est environ égale à la taille de la grille du *strainer* et (b) zoom sur une inclusion sphérique de diamètre  $240\mu\text{m}$  dans l'EPDM\_S.

La courbe de la Figure 9.5a représente les histogrammes des indices de sphéricité des inclusions des EPDM\_S et EPDM\_NS. Le pic de la distribution est alors trouvé autour de 0,9. Cela signifie que la majorité des inclusions sont quasi sphériques. Un zoom sur celles ayant un faible indice de sphéricité est proposé sur la Figure 9.5b. Il apparaît alors que le nombre d'inclusions non sphériques est plus grand dans l'EPDM\_S que dans l'EPDM\_NS. De plus, le Tableau 9.2 montre que les moyennes et maximums des distributions sont comparables pour les deux matériaux, mais que, pour l'EPDM\_S, l'écart type est plus grand et le minimum d'indice de sphéricité atteint est plus faible. Globalement, les inclusions sont donc légèrement moins sphériques dans l'EPDM\_S en comparaison avec l'EPDM\_NS. L'étape de *strainer* semble donc agir significativement sur la forme des inclusions, ce qui appuierait les hypothèses 2 et 3.

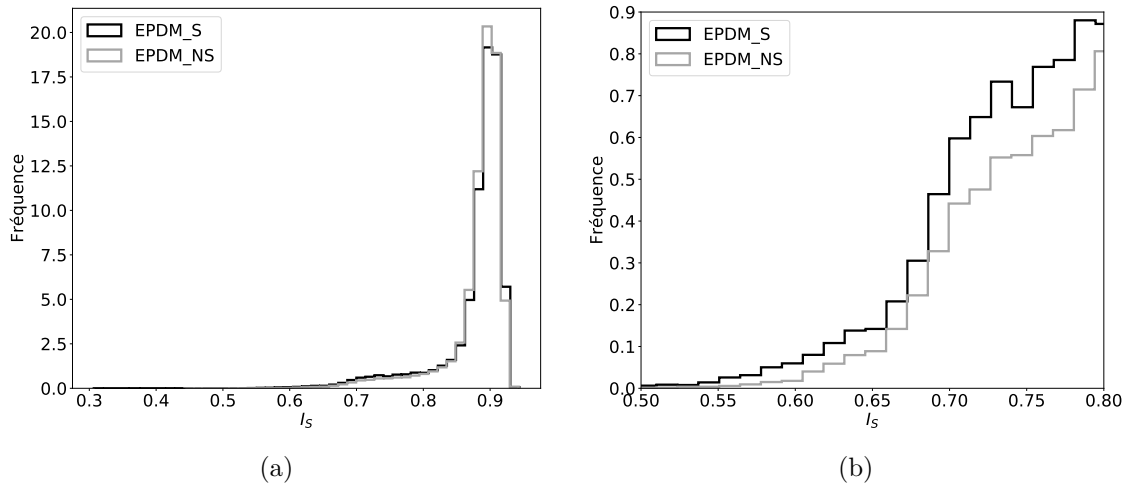


FIGURE 9.5 – Histogrammes représentant la fréquence d'apparition des inclusions en fonction de leur indice de sphéricité (a) pour l'ensemble de la population d'inclusions et (b) seulement pour celles comprises entre 100  $\mu\text{m}$  et 325  $\mu\text{m}$ .

Sphéricité	EPDM_S	EPDM_NS
Moyenne	0,88	0,88
Min	0,3	0,44
Max	0,95	0,95
Pic	0,9	0,9
Écart type	0,053	0,046

Tableau 9.2 – Tableau récapitulatif des indices de sphéricité des inclusions présentes dans les matériaux EPDM\_S et EPDM\_NS.

Enfin, l'indice de sphéricité est tracé en fonction du diamètre équivalent des inclusions sur la Figure 9.6. Les données de l'EPDM\_S et de l'EPDM\_NS semblent globalement proches, sauf pour quelques points remarquables. Tout d'abord, les points encadrés en bleu correspondent aux inclusions quasi-sphériques de grandes dimensions. Leur présence dans l'EPDM\_S, en moindre quantité par rapport à l'EPDM\_NS, est ici confirmée. Cela signifie que certaines inclusions ont été filtrées ou ont vu leur forme modifiée par le *strainer*, et que d'autres sont passées à travers soit par déformation élastique, soit par une fuite dans la grille (hypothèses 4 et 5). Ensuite, la région encadrée en rouge correspond aux grosses inclusions non sphériques. Il est intéressant de noter que très peu d'inclusions de l'EPDM\_NS se trouvent dans cette zone. Cela permet d'écarter l'hypothèse 1, à savoir que les grosses inclusions en sortie de mélangeage sont déjà de formes ellipsoïdales allongées. De plus, la présence d'inclusions de l'EPDM\_S dans cette région de la courbe

suggère une nouvelle fois les hypothèses 2 et 3, c'est-à-dire que les points de l'encadré bleu en EPDM\_NS sont passés dans l'encadré rouge par érosion ou déformation plastique des inclusions lors de leur passage à travers la grille du *strainer*. Par ailleurs, la forte dispersion des résultats de la Figure 9.6, et l'utilisation de l'indice de sphéricité uniquement ne permettent pas d'établir de tendances claires pour l'ensemble des données entre la taille des inclusions et leur forme. Une autre représentation est donc proposée par la suite.

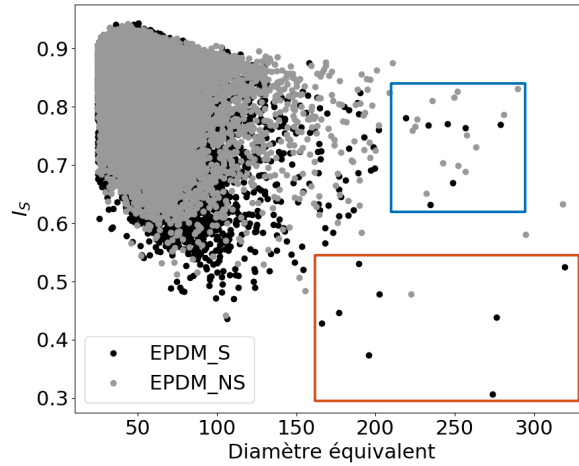


FIGURE 9.6 – Courbes représentant l'indice de sphéricité  $I_s$  en fonction du diamètre équivalent des inclusions dans l'EPDM\_S et l'EPDM\_NS avec encadrée en bleu la région correspondant aux grosses inclusions sphériques, et encadrée en rouge la région correspondant aux grosses inclusions non sphériques.

#### 9.1.4 Estimation de la forme des inclusions par l'ajustement de formes ellipsoïdales

Dans cette section, des formes ellipsoïdales sont ajustées sur l'ensemble des inclusions détectées dans l'EPDM\_S et l'EPDM\_NS. Dans un premier temps, les demi-grands axes sont représentés deux par deux sur les Figures 9.7a, 9.7b et 9.7c. Puis, une représentation en trois dimensions dans un espace  $(\log(R_1), \log(R_2), \log(R_3))$  est proposée sur la Figure 9.7d. Sur l'ensemble des courbes, une droite illustrant le cas parfait des sphères, pour lequel  $R_1 = R_2 = R_3$ , est superposée. Au vu de la grande gamme de valeurs prises par les différentes grandeurs, les données sont toutes représentées en échelle logarithmique. Globalement, l'ensemble des données est assez proche de la droite représentant la sphère. De plus, la distance maximale des points à cette droite semble constante quelle que soit la taille des inclusions sur les courbes de la Figure 9.7. Cela signifie que le ratio entre les axes est plus ou moins constant. Autrement dit, il n'y a pas de tendance globale entre la taille des inclusions et leur forme.

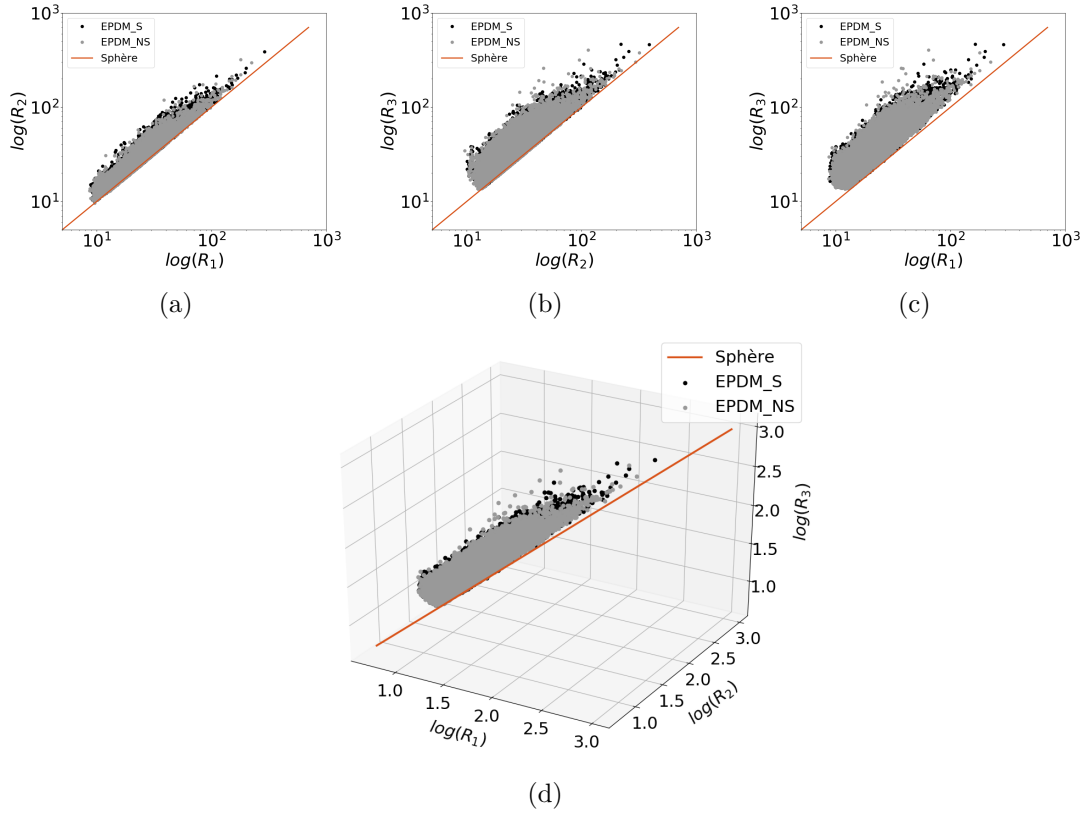


FIGURE 9.7 – Représentation de la sphéricité des inclusions en utilisant les valeurs des demi-grands axes des ellipsoïdes ajustés (a) courbe représentant  $R_2$  en fonction de  $R_1$ , (b) courbe représentant  $R_3$  en fonction de  $R_2$ , (c) courbe représentant  $R_3$  en fonction de  $R_1$  et (d) représentation en trois dimensions des logarithmes de  $R_1$ ,  $R_2$  et  $R_3$ .

### Bilan de la section 9.1

En résumé, l'EPDM\_NS comporte plus d'inclusions de diamètre équivalent supérieur à  $150\mu\text{m}$  que l'EPDM\_S. Ceci signifie que l'étape de *strainer* a permis d'en supprimer une partie. Toutefois, le filtrage n'est pas parfait puisque certaines inclusions de diamètre équivalent supérieur à  $150\mu\text{m}$  sont toujours présentes dans l'EPDM\_S. Plusieurs hypothèses sont alors proposées :

1. Certaines inclusions sont initialement de forme ellipsoïdale allongée ;
2. Certaines inclusions s'érodent au voisinage de la grille ;
3. Certaines inclusions sont capables de se déformer plastiquement ;
4. Certaines inclusions sont capables de se déformer de manière élastique ;
5. Le *strainer* comporte des fuites, par exemple à cause d'une mauvaise étanchéité dans certaines zones, où à cause d'un défaut dans la grille.

Les résultats présentés dans cette section ont permis de montrer que l'hypothèse 1 était peu probable. Les hypothèses 2 et 3 permettent d'expliquer la présence d'inclusions peu sphériques de grandes dimensions dans l'EPDM\_S. Les hypothèses 4 et 5 pourraient, quant à elles, expliquer la présence d'inclusions sphériques de tailles supérieures à  $150\mu\text{m}$  dans l'EPDM\_S.

Ainsi, la description morphologique d'une partie de la population d'inclusions dans les EPDM étudiés est fournie. La section suivante propose de faire le lien entre la taille des inclusions critiques et les durées de vie en fatigue.

## 9.2 Analyse des ruptures en fatigue dues aux inclusions dans les éprouvettes AE2

### 9.2.1 Description des sites d'amorçages responsables de la rupture en fatigue des éprouvettes AE2 en EPDM\_S et EPDM\_NS

Les faciès de rupture des éprouvettes AE2 testées en fatigue et ayant rompu hors de la zone de la bavure sont ici analysés. De la même manière que dans le chapitre 8, la zone d'amorçage de la fissure critique est identifiée grâce à la présence de rivières de fatigue. Trois catégories de rupture sont alors définies (cf. Figure 9.8) :

- Celles dues à un agglomérat d'oxyde de zinc ;
- Celles dues à une inclusion carbonée ;
- Celles où aucune inclusion n'est détectable.

Cette dernière catégorie est dénommée par la suite NVI pour *Non Visible Inclusion* (Masquelier, 2014; Huneau *et al.*, 2016). Les deux premières catégories correspondent aux inclusions identifiées dans le chapitre 5 sur les essais de fatigue interrompus. Pour les oxydes de zinc, les Figures 9.8a et 9.8b montrent que l'inclusion est entière, qu'elle est située d'un seul côté du faciès de rupture et qu'elle n'adhère que très partiellement à la matrice. Ceci correspond à un mécanisme de décohésion. Concernant les inclusions carbonées, les deux côtés du faciès font chacun apparaître une moitié d'inclusion, ce qui implique un mécanisme de rupture de l'inclusion (cf. Figure 9.8c et Figure 9.8d). Ces analyses confirment donc les observations du chapitre 5. En revanche, ici, une nouvelle catégorie, correspondant aux NVI, est identifiée. Pour cette dernière, aucun défaut particulier n'est visible en surface, mais il n'est pas exclu qu'une inclusion soit présente sous la surface à l'endroit où convergent les rivières de fatigue. Ces observations seraient cohérentes avec un mécanisme de cavitation (cf. Figure 5.4). Cela n'a cependant pas pu être confirmé pendant ces travaux de thèse.

Parmi les éprouvettes AE2 ayant rompu sur des inclusions, les proportions de chaque type de défauts sont données sur le Tableau 9.3. Tout d'abord, il apparaît que la proportion de ruptures dues aux inclusions est légèrement plus grande dans l'EPDM\_NS que dans l'EPDM\_S. Par ailleurs, le nombre d'inclusions carbonées et de NVI pilotant les ruptures est plus grand pour l'EPDM\_S que pour l'EPDM\_NS. En comparaison, les oxydes de zinc semblent être les inclusions critiques dominantes pour l'EPDM\_NS. Deux hypothèses peuvent être proposées pour expliquer ces résultats :

- Le filtrage effectué lors de l'étape de *strainer* a permis de supprimer une partie des plus grosses inclusions, notamment des oxydes de zinc (cf. § 9.1.1). Cela pourrait permettre à d'autres types de défauts de mener les éprouvettes AE2 à la rupture par fatigue (concept de maillon le plus faible (Weibull, 1939)). C'est pourquoi la proportion de ruptures pilotées par des bavures, des inclusions carbonées et des NVI est plus grande pour l'EPDM\_S ;
- Le passage des inclusions à travers la grille du *strainer* est susceptible de modifier leur forme (cf. § 9.1.3). Ces changements peuvent alors potentiellement modifier la nocivité d'une inclusion, ou encore le mécanisme dominant d'amorçage de fissures de fatigue. Glanowski (2019) montre par exemple, à l'aide de simulations numériques, que pour des propriétés d'inclusions données, la déformation nominale nécessaire à l'apparition du phénomène de cavitation est plus faible pour une inclusion ellipsoïdale allongée dans le sens de traction que pour la même inclusion sphérique. Dans notre cas, cela signifie que des cavitations pourraient avoir lieu autour d'inclusions déformées par le *strainer*, ce qui expliquerait la plus grande proportion de NVI dans l'EPDM\_S.



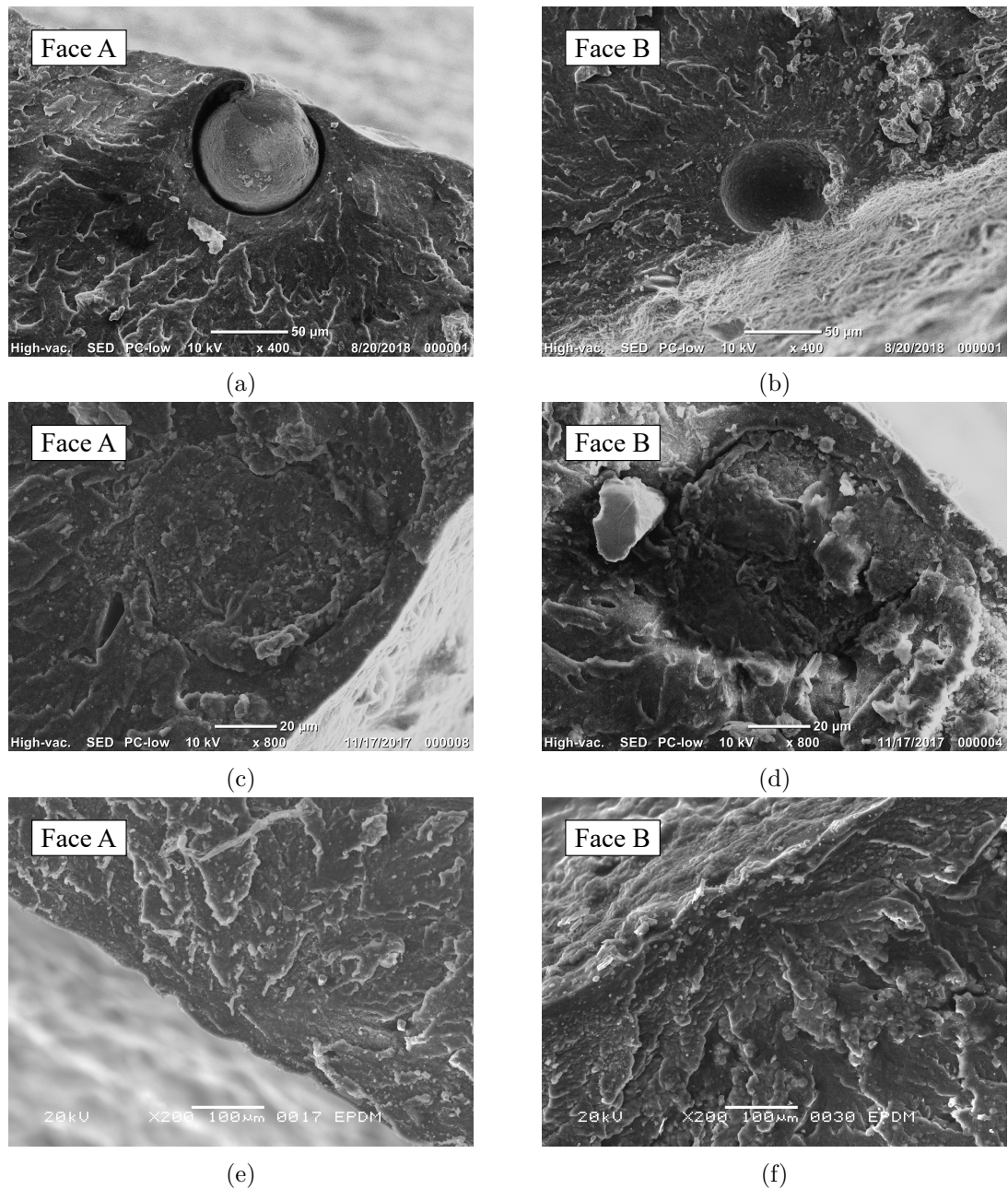


FIGURE 9.8 – Clichés MEB des différents types de rupture observés en dehors de la bavure sur les faciès de rupture d'éprouvettes AE2 en EPDM\_S et EPDM\_NS (a) cratère d'un côté du faciès, (b) oxyde de zinc de l'autre côté, (c) inclusion carbonée coupée en deux sur un côté du faciès, (d) autre moitié de l'inclusion carbonée sur l'autre côté, (e) NVI d'un côté du faciès et (f) NVI de l'autre côté.

	Inclusions	Inclusions carbonées	Oxydes de zinc	NVI
EPDM_S	41%	55%	18%	27%
EPDM_NS	47%	32%	64%	4%

Tableau 9.3 – Proportions de ruptures hors de la zone de la bavure pour les EPDM\_S et EPDM\_NS, puis parmi ces dernières, proportions des différents types observés sur les faciès de rupture entre inclusion carbonée, oxyde de zinc et NVI.

### 9.2.2 Influence de la taille des inclusions sur les durées de vie en fatigue

Grâce aux observations MEB effectuées sur les faciès de rupture, la taille des inclusions carbonées et des oxydes de zinc est estimée en utilisant la grandeur  $\sqrt{\text{aire}}$  (cf. Figure 9.9). Ces observations permettent de plus de calculer la distance du centre de l'inclusion à la surface. Ensuite, de la même manière que pour les bavures, la position du plan de rupture est mesurée à l'aide d'un pied à coulisse, avec une précision d'environ 0,1 mm. Cela permet finalement de replacer les inclusions critiques numériquement dans un maillage d'une éprouvette AE2 afin de déterminer les déformations locales en leur voisinage.

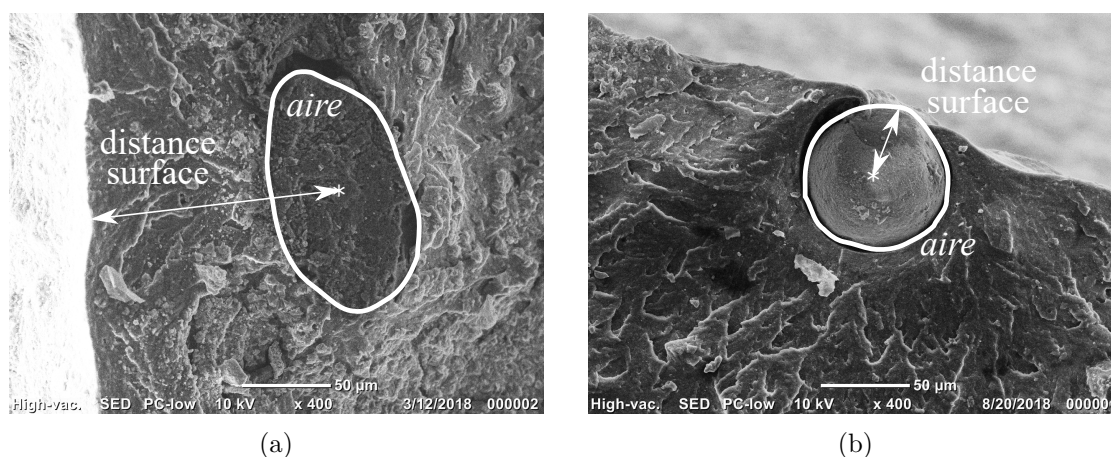


FIGURE 9.9 – Clichés MEB de faciès de rupture d'éprouvettes AE2 en EPDM\_S ayant rompu hors de la zone de la bavure avec illustration de leur aire et de leur distance à la surface pour (a) un oxyde de zinc et (b) une inclusion carbonée.

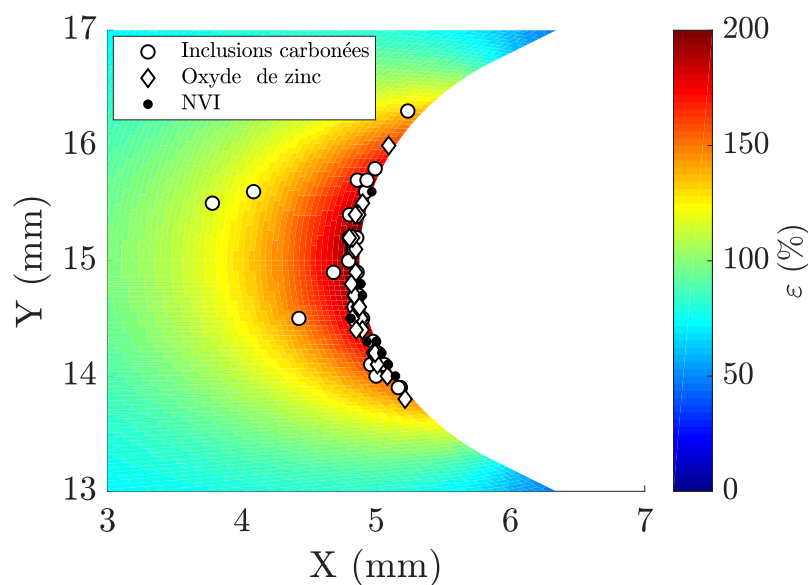


FIGURE 9.10 – Illustration de la position et du type des sites d'amorçage ayant menés à la rupture en fatigue d'éprouvettes AE2 en EPDM\_S et EPDM\_NS superposée avec le champ de déformation nominale principale maximale pour le niveau de déformation  $\varepsilon_{max} = 200\%$ .

La Figure 9.10 présente la position de l'ensemble des inclusions ayant mené à la rupture des éprouvettes AE2 en EPDM\_S et EPDM\_NS. Une séparation en fonction du type de rupture est de plus effectuée. Le champ de déformation associé au niveau de chargement  $\varepsilon_{max} = 200\%$  est représenté, ce qui permet, à travers un exemple, d'illustrer le gradient de la déformation dans lequel sont positionnées les inclusions. La plupart des défauts critiques sont très proches de la surface. Cependant, certains sont plus dans le volume, et d'autres très éloignés du plan médian, en particulier les inclusions carbonées. Cela se traduit en pratique, pour le niveau de chargement représenté, par une variation des déformations locales entre 100% et 200%, ce qui justifie de prendre en compte la position exacte du défaut. Finalement, pour les inclusions carbonées et les oxydes de zinc, les ruptures en fatigue des éprouvettes AE2 en EPDM\_S et EPDM\_NS sont associées à un nombre de cycles à la fin de vie, à une estimation de la taille du défaut critique, et à une déformation locale au niveau de ce dernier. Comme il est impossible de déterminer une taille de défaut pour les ruptures NVI avec les outils utilisés, ces éprouvettes sont retirées de l'analyse.

Dans un premier temps, seul l'intervalle de déformation  $165\% < \varepsilon < 185\%$  est isolé. Ce dernier est choisi car c'est celui pour lequel il y a le plus de données. La courbe de la Figure 9.11 représente, pour ce niveau, le nombre de cycles  $N_i$  en fonction de la grandeur  $\sqrt{aire}$  des inclusions. Les résultats sont séparés par matériau et par type d'inclusions. L'ensemble des données semble suivre la même courbe maitresse. Cela signifie, d'une part que la nature de l'inclusion est négligeable pour expliquer les durées de vie, et d'autre part que le *strainer*, bien que modifiant la population de défauts, ne change pas la résistance intrinsèque en fatigue de la matrice EPDM. La pente de la loi puissance ajustée sur les données est d'environ  $-1$ , ce qui confirme le fait que plus l'inclusion critique est petite, plus la durée de vie est grande (cf. partie III). Toutefois, cette pente ne peut pas être comparée directement avec les résultats précédemment obtenus pour les pieds de bavure (cf. Figure 8.4). D'une part, le niveau de chargement choisi n'est pas le même, car trop peu de données étaient disponibles autour du niveau  $\varepsilon = 200\%$  pour les inclusions. D'autres part, même pour le niveau choisi, l'ajustement est effectué sur un faible nombre de points expérimentaux et pour une faible gamme de valeur de  $\sqrt{aire}$  en comparaison avec les bavures dans le chapitre 8.

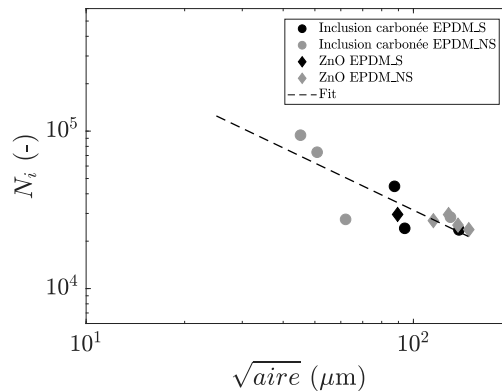


FIGURE 9.11 – Courbe représentant l'évolution du nombre de cycles  $N_i$  des éprouvettes AE2 en fonction de  $\sqrt{aire}$  des inclusions carbonées et des oxydes de zinc pour le niveau de chargement  $165\% < \varepsilon < 185\%$  pour l'EPDM\_S et l'EPDM\_NS.

Afin de prendre en compte l'ensemble des niveaux de chargement, un code couleur est utilisé, et l'ensemble des données est représenté sur la Figure 9.12 avec le nombre de cycles  $N_i$  en ordonnée et la grandeur  $\sqrt{aire}$  des inclusions en abscisse. D'une part, les

petits niveaux de déformation, en bleu, sont associés aux plus grandes durées de vie, et d'autre part, pour chaque niveau, il semble que lorsque le paramètre  $\sqrt{aire}$  des inclusions diminue, la durée de vie augmente. Cela suggère qu'une relation existe entre la taille du défaut critique, la déformation en son voisinage et la durée de vie en fatigue. Il est proposé par la suite de quantifier cette tendance.

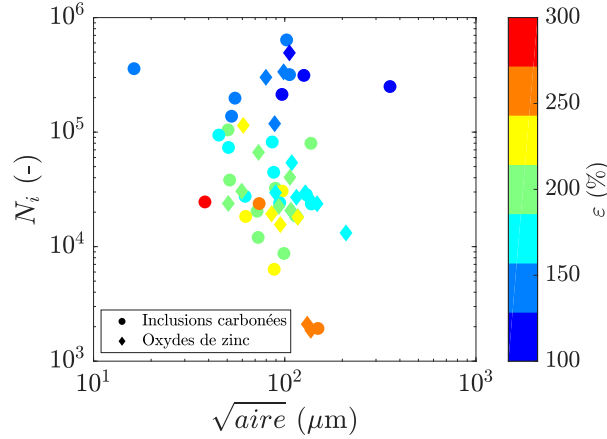


FIGURE 9.12 – Courbe représentant l'évolution du nombre de cycles  $N_i$  des éprouvettes AE2 en fonction de  $\sqrt{aire}$  des inclusions carbonées et des oxydes de zinc pour l'ensemble des niveaux de chargement rencontrés pour l'EPDM\_S et l'EPDM\_NS.

De la même manière que pour les pieds de bavure du chapitre 8, l'ajustement d'un plan sur le logarithme des trois grandeurs  $(N_i, \sqrt{aire}, \varepsilon)$ , pour l'ensemble des données relatives aux inclusions, est effectué. Les résultats sont tracés pour différents angles de vue sur la Figure 9.13. Le plan obtenu est représenté en gris en transparence, et le code couleur illustre la distance des données expérimentales au plan. Un coefficient de détermination de  $R^2 = 0,9946$  est obtenu, ce qui signifie que la variance des données hors plan est très faible par rapport à celle dans le plan. L'ajustement ici effectué est donc de bonne qualité. Il permet de représenter les données de manière très satisfaisante. De plus, aucune tendance particulière n'est visible par rapport au type d'inclusion, ce qui confirme que cette information est secondaire pour expliquer les durées de vie en fatigue. En comparaison, la taille et la déformation locale sont beaucoup plus influentes. Les discussions associant à cette analyse les résultats du chapitre 8 sur les bavures se feront dans le chapitre suivant.

Cet ajustement de plan permet par ailleurs d'estimer les tailles que pourraient avoir les défauts ayant conduit aux ruptures NVI. Toutefois, ces dernières sont à prendre avec précaution, car il n'est pas confirmé qu'une inclusion soit réellement sous la surface. Les tailles caractéristiques des différentes catégories de ruptures sont alors présentées sur le Tableau 9.4. Le nombre d'éprouvettes observées dans chacune d'elles est donné entre parenthèses à côté de leur nom. Les oxydes de zinc sont donc les défauts les plus couramment observés. Dans les EPDM étudiés, ils mesurent en moyenne  $106 \mu\text{m}$ . En comparaison, les inclusions carbonées sont légèrement plus rares, et sont globalement plus petites ( $93 \mu\text{m}$  en moyenne). Toutefois, certaines de ces inclusions de très grandes dimensions sont parfois identifiées ( $355 \mu\text{m}$ ). Enfin, si l'analyse effectuée ici est exacte, les NVI seraient causées par de très grosses inclusions, qui feraient en moyenne  $320 \mu\text{m}$ . Des observations tomographiques d'essais interrompus en fatigue permettraient de confirmer ces résultats.

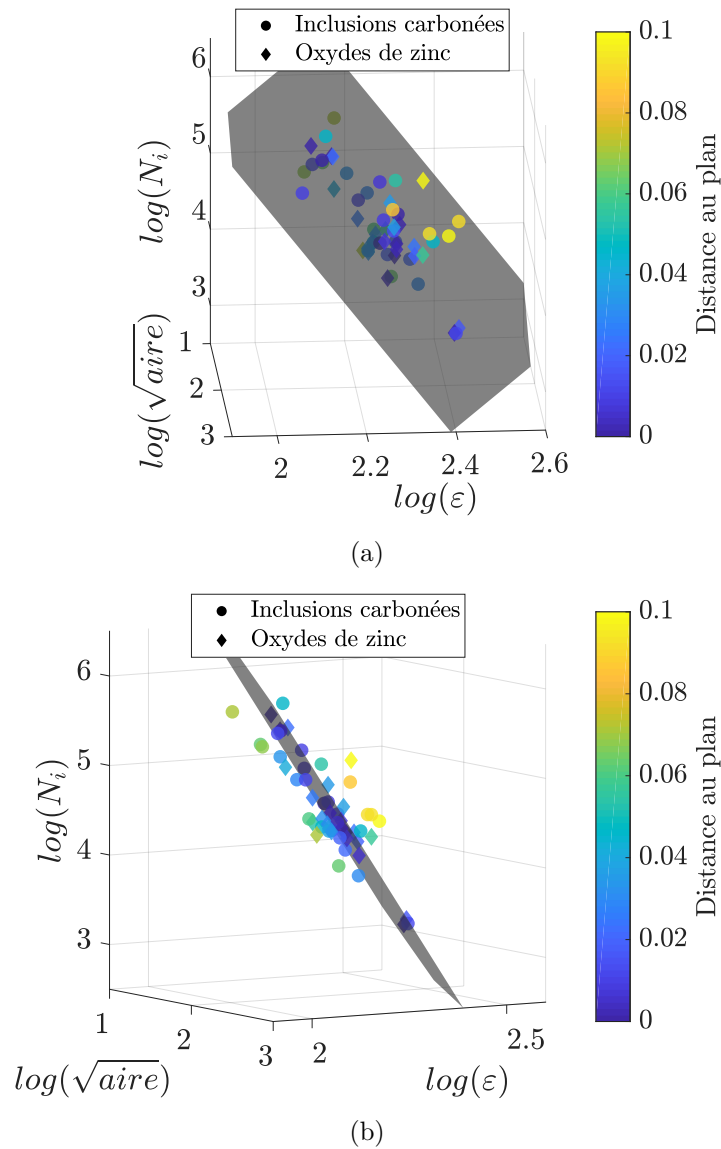


FIGURE 9.13 – Ajustement d’un plan sur les données expérimentales des essais de fatigue sur éprouvettes AE2 en EPDM\_S et EPDM\_NS pour les inclusions carbonées et les oxydes de zinc dans un espace  $(\log(N_i), \log(\sqrt{aire}), \log(\epsilon))$  pour différents angles de vue (a) angle 1 (b) angle 2.

$\sqrt{aire}$ ( $\mu\text{m}$ )	Oxydes de zinc ( <b>35</b> )	Inclusions carbonées ( <b>25</b> )	NVI ( <b>11</b> )
Moyenne	106	93	320
Min	50	20	55
Max	209	355	593
Écart type	33	59	190

Tableau 9.4 – Tableau récapitulatif de la taille des inclusions critiques pilotant les ruptures des éprouvettes AE2 en EPDM\_S et EPDM\_NS.

## 9.3 Conclusions

Dans ce chapitre, les ruptures en fatigue des éprouvettes AE2 dues aux inclusions ont été analysées. La première section a proposé de décrire la population de défauts globale présente dans les deux EPDM de l'étude à l'aide de la tomographie. La deuxième section a permis d'établir un lien entre les durées de vie en fatigue et les caractéristiques géométriques et microstructurales des inclusions en utilisant l'analyse des faciès de ruptures. Des tomographies des éprouvettes AE2 en EPDM\_S et EPDM\_NS ont été effectuées et analysées à l'aide d'un algorithme de segmentation développé par Glanowski (2019). Tout d'abord, il a été montré que le nombre d'inclusions de diamètre équivalent supérieur à 150  $\mu\text{m}$  était plus important dans l'EPDM\_NS que dans l'EPDM\_S. Cela signifie qu'une partie de ces dernières a été « filtrée » par le *strainer*, ce qui est l'effet recherché. Pour ce qui est de la population d'inclusions de tailles inférieures à 150  $\mu\text{m}$ , elle ne semble pas impactée. En revanche, il a aussi été mis en évidence que le *strainer* ne permettait pas de filtrer tout à fait efficacement les inclusions, car un certain nombre d'entre elles de diamètre équivalent supérieur à 150  $\mu\text{m}$  était toujours présent dans l'EPDM\_S. Parmi ces grosses inclusions, deux sous-groupes ont alors été identifiés : les inclusions sphériques, et celles ellipsoïdales allongées. Plusieurs hypothèses peuvent être proposées pour expliquer leur présence dans l'EPDM\_S :

1. Certaines inclusions sont initialement de forme ellipsoïdale allongée ;
2. Certaines inclusions s'érodent au voisinage de la grille ;
3. Certaines inclusions sont capables de se déformer plastiquement ;
4. Certaines inclusions sont capables de se déformer de manière élastique ;
5. Le *strainer* comporte des fuites, par exemple à cause d'une mauvaise étanchéité dans certaines zones, où à cause d'un défaut dans la grille.

Les résultats obtenus dans ce chapitre ont permis d'écarter la première hypothèse, et d'appuyer les hypothèses 2 et 3 pour expliquer les inclusions ellipsoïdales allongées, ainsi que les hypothèses 4 et 5 pour expliquer les inclusions sphériques.

Les faciès de rupture des éprouvettes AE2 ont par la suite été analysés. Les observations MEB ont alors permis d'identifier trois catégories de ruptures : celles dues aux inclusions carbonées, celles dues aux oxydes de zinc, et celles où aucun défaut n'est visible en surface, appelées NVI. Les deux premières catégories sont conformes aux observations effectuées dans le chapitre 5. De plus, les mécanismes d'endommagement associés sont cohérents avec l'ensemble des résultats précédents, à savoir des décohésions pour les oxydes de zinc et des ruptures pour les inclusions carbonées (cf. chapitre 5). Les NVI pourraient s'expliquer par un mécanisme de cavitation, soit autour d'un type d'inclusion non identifié, soit autour d'une inclusion connue mais dont la géométrie faciliterait ce type de mécanisme. Par la suite, l'analyse des faciès de rupture a montré que, globalement, la proportion d'amorçage sur inclusion était plus faible dans le cas de l'EPDM\_S que dans l'EPDM\_NS. De plus, les proportions de chaque catégorie de rupture varient grandement. En particulier, entre l'EPDM\_NS et l'EPDM\_S, le nombre d'oxydes de zinc critique diminue, et le nombre de NVI et d'inclusions carbonées critiques augmente. Ces effets peuvent s'expliquer par le filtrage des grosses inclusions effectué par le *strainer*, et par le changement de forme de certaines qui pourrait changer leur criticité et leurs mécanismes d'endommagement dominant.

La position approximative des défauts critiques a ensuite été mesurée, et la grandeur  $\sqrt{\text{aire}}$  des inclusions a été utilisée pour représenter leur taille. Les déformations locales en leur voisinage ont été estimées à l'aide de simulations numériques par éléments finis. De la même manière que pour les bavures du chapitre 8, un ajustement de plan par rapport à la

distance orthogonale a été effectué sur le logarithme des trois grandeurs  $(N_i, \sqrt{aire}, \varepsilon)$ , afin de quantifier leur lien. L'ensemble des résultats montre alors une bonne corrélation au plan, ce qui permet de valider l'ajustement. De plus, aucune tendance particulière n'apparaît entre les deux matériaux ou encore en fonction du type de défauts. Cela suggère que l'étape de *strainer* modifie la population de défauts sans changer la résistance intrinsèque en fatigue de la matrice EPDM. De plus, en comparaison avec la taille de l'inclusion et la déformation en son voisinage, la nature de l'inclusion semble être un paramètre négligeable.

Les chapitre 8 et chapitre 9 ont donc permis, respectivement pour les bavures et pour les inclusions, de quantifier l'influence de la taille et de la position des défauts critiques sur les durées de vie en fatigue. Le chapitre suivant propose de traiter ensemble ces deux familles de défauts au travers d'une approche unifiée, afin d'être en mesure de prédire l'intégralité des ruptures en fatigue sur les éprouvettes AE2.

## Chapitre 10

# Analyse unifiée des durées de vie en fatigue

---

Dans les deux chapitres précédents, les ruptures en fatigue dues aux bavures et celles dues aux inclusions ont été traitées séparément. La distinction entre ces deux familles de défauts a été faite car leurs propriétés physiques, chimiques, géométriques ainsi que les mécanismes d'endommagement qui leur sont associés sont très différents. Il est alors montré que pour chacune d'elles, une relation forte et quantifiable existe entre la taille du défaut critique menant à la rupture, la déformation locale en son voisinage et la durée de vie en fatigue de l'éprouvette considérée. L'objectif de ce chapitre est de réunir les résultats obtenus dans les chapitre 8 et chapitre 9 et de proposer une tentative d'unification. Dans un premier temps, les résultats obtenus sur les bavures et les inclusions sont comparés et analysés ensemble, puis un traitement statistique de la base de données de rupture en fatigue des éprouvettes AE2 est proposé.

---

### Sommaire

---

10.1	Traitement unifié des ruptures en fatigue sur bavures et sur inclusions .	<b>214</b>
10.2	Traitement statistique de la base de données de rupture en fatigue des éprouvettes AE2 . . . . .	<b>218</b>
10.2.1	Méthodes de traitement statistique de la base de données de ruptures en fatigue . . . . .	218
10.2.2	Résultats de l'analyse statistique de la base de données de ruptures en fatigue . . . . .	220
10.3	Conclusions . . . . .	<b>223</b>

---



## 10.1 Traitement unifié des ruptures en fatigue sur bavures et sur inclusions

Dans le chapitre 5, il a été montré qu’une compétition existait entre plusieurs défauts au sein d’une même éprouvette, et que seul le plus gros menait à la rupture finale. De plus, il apparaît que la taille du défaut critique est un facteur plus influent sur les durées de vie en fatigue que sa nature chimique, ou encore que sa famille (bavure ou inclusion) (cf. Figure 5.32). Le chapitre 9 a permis de confirmer cette tendance pour les inclusions carbonées et les oxydes de zinc en montrant que les résultats de ces deux défauts étaient superposés (cf. Figure 9.13). De plus, les chapitre 8 et chapitre 9 ont permis d’établir que l’étape de *strainer* ne modifiait que la forme et la taille des inclusions, et pas la résistance intrinsèque en fatigue de la matrice EPDM. C’est pourquoi les matériaux EPDM\_S et EPDM\_NS sont considérés ensemble dans la suite de cette section. Dans tous les cas, la taille des défauts est estimée par la grandeur  $\sqrt{aire}$ , mesurée sur les faciès de rupture. Ce paramètre est utilisé car il a été montré dans le chapitre 6 qu’il permettait de réunir les résultats de différents défauts, naturels comme calibrés. Il est donc proposé de l’utiliser pour traiter simultanément les pieds de bavures et les inclusions.

Les tailles caractéristiques des différents types de défauts critiques sont données dans le Tableau 10.1. Globalement, ces dernières sont dans un ordre de grandeur comparable pour l’ensemble des défauts, ce qui explique la compétition existante entre eux. Toutefois, le Tableau 10.1 suggère que plus la taille moyenne d’un type de défaut est petite, plus la proportion des ruptures en fatigue liées à ce défaut est grande. Cette tendance, a priori contre intuitive, pourrait s’expliquer par la probabilité de présence de ces défauts dans la zone utile des éprouvettes AE2. En effet, les bavures sont par nature systématiquement dans cette région, alors que les inclusions peuvent être dans tout le volume de l’éprouvette. De plus, plus une inclusion est grosse, plus sa probabilité de présence est faible (cf. Figure 9.3). Par conséquent, la proportion des ruptures en fatigue imputables à un type de défaut est liée à sa taille mais également à sa probabilité de présence dans la zone utile fortement sollicitée de l’éprouvette AE2.

	Bavures	Inclusions carbonées	Oxydes de zinc	NVI
Proportion des ruptures liées à chaque type de défauts	57%	20%	16%	7%
$\sqrt{aire}$ moyenne ( $\mu\text{m}$ )	60	93	106	320
$\sqrt{aire}$ min ( $\mu\text{m}$ )	30	20	50	55
$\sqrt{aire}$ max ( $\mu\text{m}$ )	100	355	209	593

Tableau 10.1 – Tableau récapitulatif des défauts critiques pilotant les ruptures des éprouvettes AE2 en EPDM\_S et EPDM\_NS avec leurs  $\sqrt{aire}$  maximales et minimales.

Afin de comparer les résultats obtenus pour les bavures et les inclusions sur l’analyse des durées de vie, les plans ajustés dans les chapitre 8 et chapitre 9 par rapport au logarithme des grandeurs  $(N_i, \sqrt{aire}, \varepsilon)$  sont superposés sur la Figure 10.1. Ces derniers apparaissent alors très proches. Afin de quantifier leur écart, la distance maximale entre ces deux plans, notée  $d_{max}$ , est estimée dans la région de l’espace étudiée c’est-à-dire  $20\mu\text{m} < \sqrt{aire} < 600\mu\text{m}$  et  $100\% < \varepsilon < 300\%$ . On trouve alors  $d_{max} = 0,106$ , ce qui est dans le même ordre de grandeur que la distance maximale des données expérimentales aux plans ajustés (cf. Figure 8.6 et Figure 9.13). Cela signifie qu’il n’existe pas de différences

significatives entre les données relatives aux inclusions et celles relatives aux bavures. Une analyse commune est donc possible.

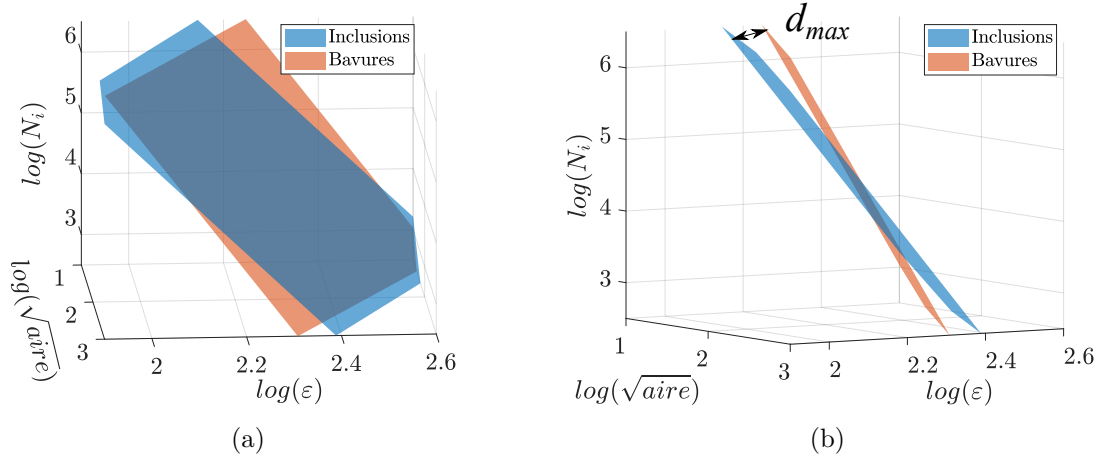


FIGURE 10.1 – Plans ajustés sur les données expérimentales des essais de fatigue sur éprouvettes AE2 en EPDM\_S et EPDM\_NS pour les inclusions en bleu, et les bavures en rouge dans un espace représentant le logarithme de  $(N_i, \sqrt{aire}, \epsilon)$  pour différents angles de vue a) angle 1 b) angle 2.

Tout d'abord, il est proposé d'illustrer la position de l'ensemble des défauts critiques dans les éprouvettes AE2 (cf. Figure 10.2). Il apparait alors que la majorité des défauts se trouvent en surface, ou très proches de la surface, à cause du fort gradient de déformation induit par la géométrie de l'éprouvette. Quelques inclusions carbonées sont dans le volume, et les plans de ruptures sont globalement dans un intervalle de moins de 3 mm autour du plan médian de l'éprouvette AE2.

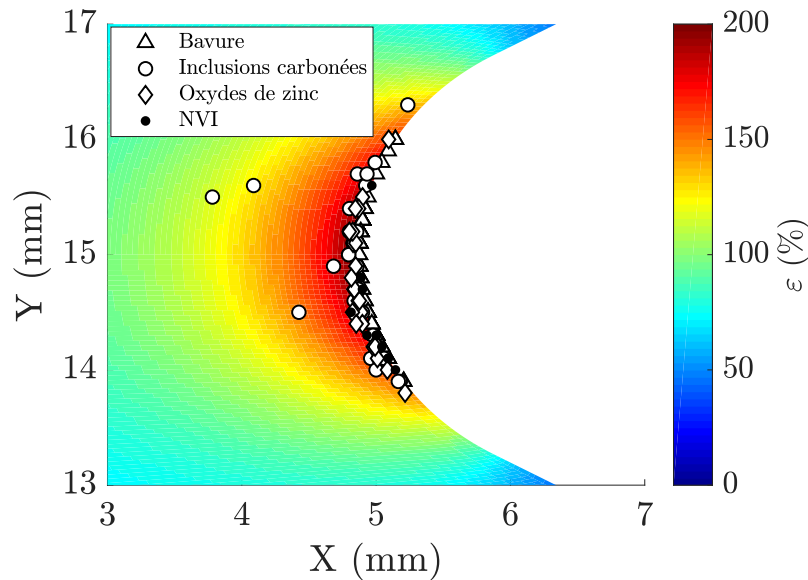


FIGURE 10.2 – Illustration de la position des défauts critiques ayant mené à la rupture en fatigue d'éprouvettes AE2 en EPDM\_S et EPDM\_NS superposée avec le champ de déformation nominale principale maximale pour le niveau de déformation  $\epsilon_{max} = 200\%$ .

Ensuite, l'ajustement d'un plan par rapport à la distance orthogonale à ce dernier est effectué sur le logarithme des trois grandeurs  $(N_i, \sqrt{aire}, \epsilon)$  pour l'ensemble des défauts

critiques abordés dans les deux chapitres précédents. Les résultats sont tracés pour 2 angles de vue sur la Figure 10.3. Le plan est représenté en gris en transparence, et le code couleur illustre la distance des données expérimentales au plan. Un coefficient de détermination de  $R^2 = 0,9945$  est obtenu, ce qui signifie que la variance des données hors plan est très faible par rapport à celle dans le plan. Cet écart des données avec le plan correspond à la dispersion qu'il n'est pas possible d'expliquer à l'aide des paramètres pris en compte ici. Une description plus complète permettrait surement de diminuer cette dispersion, par exemple en considérant la forme des défauts, en utilisant une autre mesure représentative de la taille, ou encore en retenant plus de paramètres mécaniques au voisinage des défauts. L'ajustement ici effectué est tout de même de bonne qualité, et permet de représenter les données de manière satisfaisante. Aucune tendance particulière n'est visible entre les bavures, les inclusions carbonées et les oxydes de zinc. Ainsi, les durées de vie en fatigue des matériaux EPDM\_S et EPDM\_NS sont ici unifiées pour l'ensemble des types de défauts ayant menés à la rupture en fatigue des éprouvettes AE2.

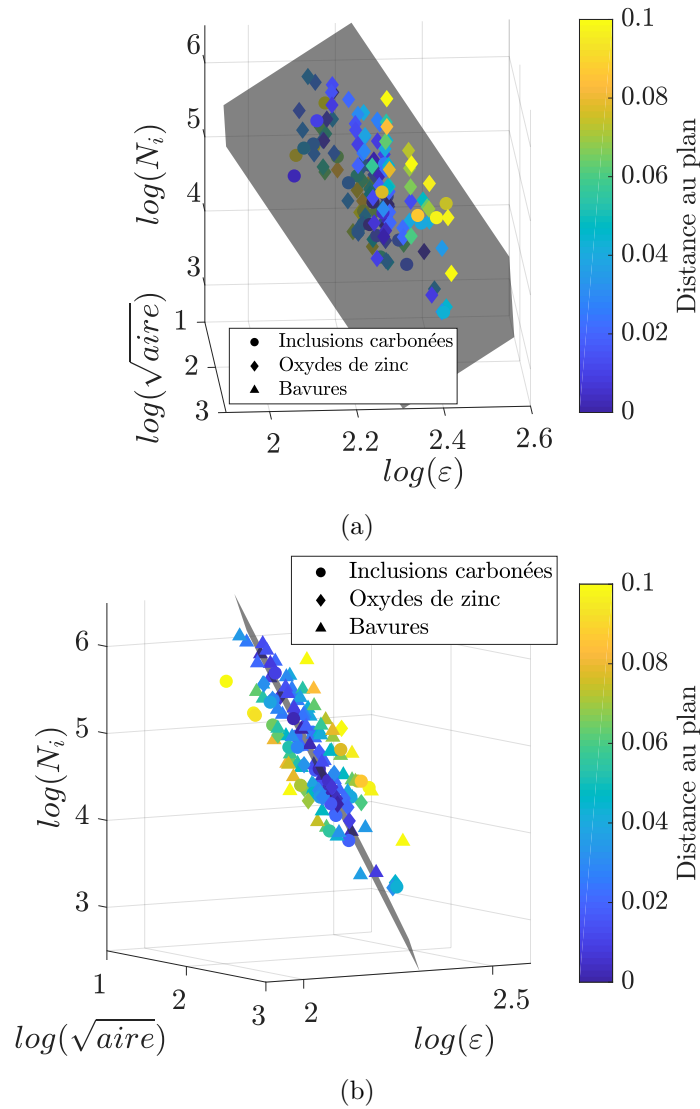


FIGURE 10.3 – Ajustement d'un plan sur les données expérimentales des essais de fatigue sur éprouvettes AE2 en EPDM\_S et EPDM\_NS pour les inclusions carbonées, les oxydes de zinc et les bavures dans un espace  $(\log(N_i), \log(\sqrt{aire}), \log(\epsilon))$  pour différents angles de vue (a) angle 1 (b) angle 2.

Le plan ajusté sur la Figure 10.3 pourrait être vu comme la représentation graphique de la criticité des défauts dans les EPDM étudiés. Pour une taille et un niveau de chargement local donné, une durée de vie en fatigue est associée indépendamment de l'élastomère EPDM considéré et du type de défauts à l'origine de la rupture en fatigue. En pratique, connaissant la taille et l'emplacement de l'ensemble des défauts microstructuraux dans une éprouvette AE2, il serait possible de prédire sa durée de vie en fatigue en considérant uniquement celui menant à la durée de vie la plus faible. Pour illustrer cette hypothèse, un exemple simplifié est présenté sur la Figure 10.4. Quelques défauts sont positionnés dans une éprouvette AE2, chacun disposant d'une certaine taille. Puis pour un niveau de chargement donné, leur durée de vie est estimée à l'aide de l'équation du plan représenté sur la Figure 10.3. Ces durées de vie sont données à côté des défauts considérés. Les mêmes défauts sont positionnés différemment dans deux éprouvettes sur les Figures 10.4a et 10.4b. Pour ces deux exemples, l'hypothétique défaut critique menant à la durée de vie la plus faible est entouré en noir. Il apparaît alors que ce dernier n'est ni le plus gros, ni celui positionné au niveau de la déformation maximale de l'éprouvette AE2. La criticité d'un défaut serait donc bien définie à la fois par sa taille et par l'état mécanique local. De plus, les variations de microstructure, d'une éprouvette à l'autre, impliquent de grandes variations dans les durées de vie en fatigue de ces dernières, pour le même niveau de chargement.

**Ainsi, la dispersion des résultats en fatigue observée sur les EPDM étudiés peut s'expliquer par les variations naturelles de microstructure d'une éprouvette à l'autre.**

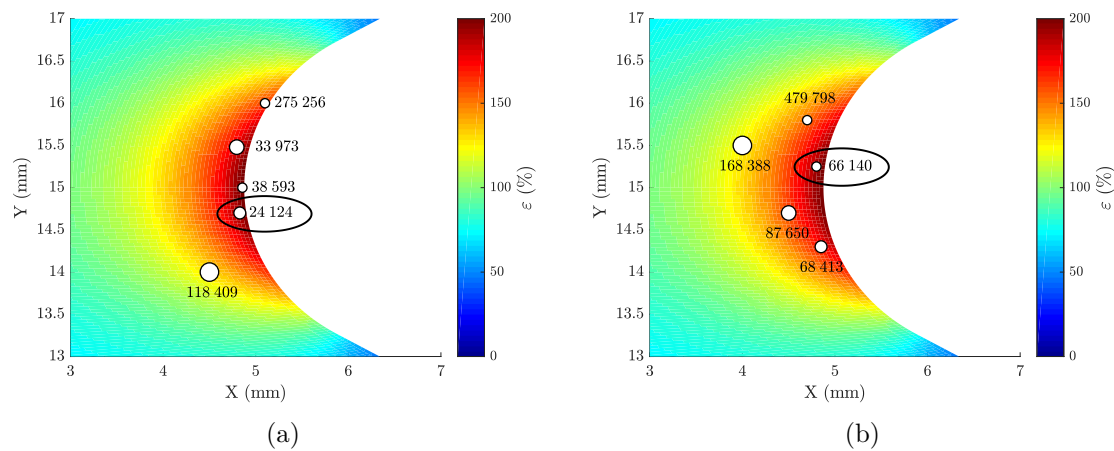


FIGURE 10.4 – Illustration de deux microstructures quelconques dans une éprouvette AE2 en EPDM avec prédiction des durées de vie en fonction de la taille des défauts et de leur déformation locale pour (a) un certain positionnement des défauts et (b) un autre positionnement des mêmes défauts.

L'outil tomographique semble à première vue adapté pour obtenir les caractéristiques géométriques des défauts (taille et position) et donc pour prédire les durées de vie en fatigue d'une éprouvette AE2 en EPDM. Toutefois, en pratique, plusieurs limitations existent. Tout d'abord, il n'est pas certain que toutes les inclusions détectables soient responsables de l'amorçage de fissures de fatigue. Il est tout à fait possible qu'une certaine population de défauts ne soit pas critique vis-à-vis de l'endommagement en fatigue. Par exemple, on pourrait imaginer que malgré une grande taille, le passage du stade 0 au stade 1 (activation) ne se fasse jamais autour d'une inclusion, à cause de sa forme, de l'ensemble de ses propriétés mécaniques, de son adhésion à la matrice ou de sa cohésion interne. De plus, à ce jour, aucune méthode automatique de détection des inclusions carbonées dans des

élastomères entièrement formulés n'est disponible. Or, ces dernières représentent 20% des ruptures, il est donc primordial de réussir à les prendre en compte. On peut néanmoins citer les travaux de Glanowski (2019) qui montrent que certains types d'inclusions carbonées sont détectables manuellement, ou encore ceux de Kallungal *et al.* (2019) qui montrent que pour un élastomère uniquement composé de sa matrice polymère et de noir de carbone, il est possible de détecter des inclusions carbonées à très faible tension d'accélération. Enfin, il n'est pas confirmé que les ruptures NVI soient dues à des inclusions qui ont mené à de la cavitation, et un autre mécanisme pourrait en être la cause.

### Bilan de la section 10.1

En somme, cette section a permis d'unifier les résultats des durées de vie en fatigue pour deux élastomères EPDM ayant des microstructures différentes, et ce pour trois types de défauts différents : des bavures, des inclusions carbonées et des oxydes de zinc. L'ajustement des données par un plan dans un espace  $(\log(N_i), \log(\sqrt{aire}), \log(\varepsilon))$  constitue alors une définition de la criticité d'un défaut proposée dans le cadre de ces travaux de thèse. Ce plan permet d'expliquer l'ensemble des durées de vie en fatigue des éprouvettes AE2, et donc la dispersion des résultats en fatigue observée pour les EPDM. Cette dernière semble alors due aux différences microstructurales entre les éprouvettes. Toutefois, l'utilisation d'une seule grandeur, la déformation nominale principale maximale, pour représenter les champs mécaniques locaux au voisinage des défauts peut être limitée, en particulier pour d'autres géométries d'éprouvettes ou de pièces. C'est pourquoi, dans la section suivante, un traitement statistique de la base de données prenant en compte plus de paramètres mécaniques est proposé.

## 10.2 Traitement statistique de la base de données de rupture en fatigue des éprouvettes AE2

### 10.2.1 Méthodes de traitement statistique de la base de données de ruptures en fatigue

Dans le but d'enrichir la description de l'état mécanique local au voisinage des défauts critiques, des variables supplémentaires sont prises en compte dans la base de données de rupture en fatigue des éprouvettes AE2. En particulier, il est ici décidé de rajouter la contrainte de Cauchy principale maximale, notée ici  $\sigma$ , la densité d'énergie de déformation  $w$  et le taux de biaxialité défini par  $B = \frac{\lambda_2}{\lambda_1}$  (cf. Tableau 10.2).

	$N_i$	$\sqrt{aire}$ ( $\mu\text{m}$ )	$\varepsilon$	$\sigma$ (MPa)	$w$ (mJ/mm <sup>3</sup> )	$B$
Moyenne	161 880	75	188%	3,69	1,39	0,16
Maximale	1 456 196	355	275%	6,25	2,62	0,35
Minimale	1 861	20	100%	1,62	0,45	0,24

Tableau 10.2 – Tableau récapitulatif des variables utilisées pour représenter la base de données de rupture en fatigue des éprouvettes AE2 en EPDM\_S et EPDM\_NS.

Il est ensuite proposé de réaliser sur ces données une analyse en composantes principales, couramment appelée PCA pour *Principal Component Analysis*. Cette méthode, initialement développée par Pearson (1901) puis par Hotelling (1933), est devenue un des outils classiques de l'analyse de données (Kerschen *et al.*, 2005). La PCA transforme des variables initialement liées entre elles en nouvelles variables décorréliées les unes des autres appelées composantes principales, dans la suite notées PC pour *Principal Component*. Cela

permet de réduire éventuellement le nombre de paramètres nécessaires pour représenter l'ensemble des données. La PCA se base sur la recherche des directions privilégiées du nuage de points correspondant aux données selon des axes d'allongement maximum. Leur détermination s'effectue grâce à la matrice de covariance, notée  $C$ , définie par :

$$C = \frac{1}{K} \bar{M}^T \cdot \bar{M}, \quad (10.1)$$

avec  $K$  le nombre de lignes de  $\bar{M}$ , la matrice centrée de la base de données s'exprimant de la manière suivante :

$$\bar{M} = \begin{pmatrix} X_{1,1} - \bar{X}_1 & \dots & X_{1,N} - \bar{X}_N \\ \vdots & \ddots & \vdots \\ X_{K,1} - \bar{X}_1 & \dots & X_{K,N} - \bar{X}_N \end{pmatrix}, \quad (10.2)$$

avec  $X_{i,j}$  la valeur de la variable  $j$  pour la ligne  $i$  et  $\bar{X}_j = \sum_{i=1}^K \frac{X_{i,j}}{K}$  la moyenne des valeurs obtenues pour la variable  $j$ .

Dans notre cas, les  $K$  lignes correspondent aux différentes éprouvettes AE2 testées, et les  $N$  colonnes sont les variables observées pour décrire les ruptures en fatigue (cf. Tableau 10.2). Les PC correspondent finalement aux vecteurs propres de la matrice de covariance  $C$ . Elles s'expriment donc comme des combinaisons linéaires des variables initiales. Ainsi, la PCA, dans sa forme classique, ne permet pas de représenter efficacement des évolutions des données non-linéaires. D'autres méthodes d'analyse des données plus complexes existent afin de pallier ce problème. Toutefois, la PCA reste simple d'utilisation, et permet en première approche de détecter les grandes tendances, ainsi que les regroupements de données particuliers.

Deux indicateurs sont définis et utilisés pour caractériser la représentation des données par la PCA. Tout d'abord, la qualité de représentation de l'éprouvette numéro  $i$  sur la PC numéro  $p$ , notée  $qlt_p(i)$  et donnée en pourcentage, s'exprime de la manière suivante :

$$qlt_p(i) = \frac{\frac{1}{K} (F^p(i))^2}{\sum_{\alpha=1}^N \left( \frac{1}{K} F^\alpha(i) \right)^2}, \quad (10.3)$$

avec  $F^p(i)$  les coordonnées de l'éprouvette  $i$  sur la PC numéro  $p$ .

Grâce à cette grandeur, on peut définir la qualité cumulée sur les  $k$  premières PC, noté  $Q_k(i)$ , pour estimer la qualité de représentation des données dans l'espace défini par les  $k$  PC. Son expression mathématique est la suivante :

$$Q_k(i) = \sum_{p=1}^k qlt_p(i), \quad (10.4)$$

avec  $F^p(i)$  les coordonnées de l'éprouvette  $i$  sur la PC numéro  $p$ .

Par définition, on a  $Q_N(i) = 1$  car on représente exactement l'éprouvette  $i$  si on prend toutes les PC.

Enfin, la contribution de la variable numéro  $j$  à la PC numéro  $p$  est ici notée  $ctr_p(j)$  et s'exprime par :

$$ctr_p(j) = \frac{(G^p(j))^2}{\lambda_p} \quad (10.5)$$

avec  $G^p(j)$  les coordonnées de la variable  $j$  sur la PC numéro  $p$ , et  $\lambda_p$  la valeur propre associée à cette PC.

Cette grandeur permet de quantifier la combinaison linéaire des variables permettant de représenter les PC.

### 10.2.2 Résultats de l'analyse statistique de la base de données de ruptures en fatigue

Les variables choisies pour décrire les données sont dans des unités différentes, avec des variances très différentes. De plus, la PCA fait ressortir les axes principaux du nuage de points représentant les données, c'est-à-dire des évolutions linéaires. Or, des lois puissances ont été ajustées précédemment entre la durée de vie et le champ mécanique (cf. chapitre 3) et la durée de vie et la taille des défauts (cf. chapitre 6). Le choix est donc fait d'utiliser le logarithme de chacune des six variables du Tableau 10.2. La PCA est appliquée à cette base de données modifiée. Six PC sont alors définies. Les valeurs propres associées à ces dernières correspondent à la variance expliquée par chaque PC. L'inertie cumulée est alors classiquement utilisée pour choisir le nombre de PC représentatives des données. Cette dernière est représentée sur la Figure 10.5. Il apparaît alors que trois PC suffisent à représenter 99,99% de la variance des données, c'est pourquoi le choix qui est fait dans la suite de cette section est de ne considérer que ces dernières.

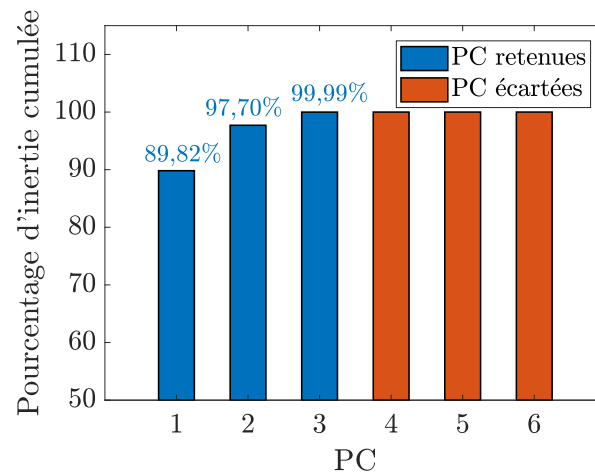


FIGURE 10.5 – Histogramme représentant le pourcentage d'inertie cumulée en fonction du nombre de PC prise en compte, et illustration du choix fait ici.

Il est ensuite intéressant de calculer la qualité de la représentation des données dans ce nouvel espace à trois dimensions, c'est-à-dire  $Q_3$  (cf. équation 10.4). Le Tableau 10.3 fournit les valeurs remarquables de  $Q_3$ . Il apparaît alors que l'ensemble des données est très bien représenté par les trois premières PC. Cela signifie qu'il n'y a pas d'éprouvettes « aberrantes » dans la base de données utilisée dans cette section.

	$Q_3$
Moyenne	99,98%
Min	99,74%
Max	100%

Tableau 10.3 – Valeurs remarquables de la qualité de représentation cumulée des éprouvettes sur les trois premières PC.

Les contributions de chaque variable sur les trois premières PC sont illustrées en pourcentage sur l'histogramme de la Figure 10.6. Il apparaît alors que la première PC est principalement représentée par la durée de vie de l'éprouvette. Ceci est logique car  $N_i$  est la variable sur laquelle il y a le plus de variance (cf. Tableau 10.2). Les deux PC suivantes sont alors globalement composées des mêmes variables dans des proportions comparables. La taille du défaut critique contribue à plus de la moitié de PC 2, ce qui souligne son importance dans l'explication des données. Ensuite, les paramètres mécaniques se partagent le reste des contributions. Le plus important semble être la densité d'énergie de déformation  $w$ . La contrainte de Cauchy principale maximale  $\sigma$  arrive ensuite, puis vient la déformation nominale principale maximale  $\varepsilon$  et enfin le taux de biaxialité  $B$ . Ainsi, cette analyse montre que les durées de vie en fatigue des éprouvettes AE2 sont globalement expliquées par la taille des défauts critiques  $\sqrt{aire}$ , puis par le chargement mécanique local. Ce dernier semble alors être au mieux représenté par une combinaison linéaire du logarithme des variables  $w$  et  $\sigma$ . Le fait que la déformation nominale principale maximale arrive en troisième position dans la contribution à la PC 2 peut paraître surprenant au vu de son utilisation dans ces travaux de thèse. Toutefois, il est important de noter que seule une géométrie d'éprouvette est ici considérée, et uniquement pour des cas de chargement de traction uniaxiale.

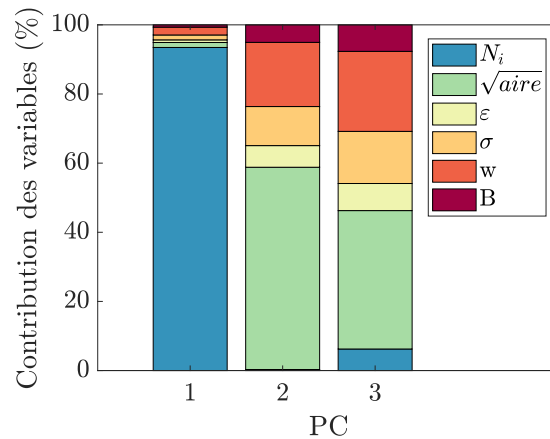


FIGURE 10.6 – Histogramme représentant les contributions relatives de chaque variable aux composantes principales.

Maintenant que les PC retenues sont définies et analysées, il est possible de représenter l'ensemble des données dans leur espace, et d'effectuer du partitionnement de données. Cette étape consiste en l'ajout d'informations initialement écartées de l'analyse comme le matériau ou le type de défauts ayant mené à la rupture. De cette manière, il peut être mis en évidence soit qu'il n'y a aucune tendance soit au contraire qu'il y a des regroupements de données. Il est important de noter que la représentation globale des données dans leur espace (PC 1, PC 2, PC 3) est par construction un nuage de points sans aucune tendance. En effet, si les données suivaient une ligne ou un plan, cela signifierait que la dimensionnalité du problème est réductible, ce qui serait en contradiction avec la détermination de ces composantes principales.

Tout d'abord, une séparation par matériau est faite sur la Figure 10.7 pour deux angles de vue. Aucune tendance particulière n'est visible sur les deux nuages de points, et les barycentres de ces derniers sont très proches. Les plus grands écarts entre ces deux points sont sur les axes PC 2 et PC 3, tous les deux représentés en grande partie par la taille des défauts. La légère distance pourrait donc s'expliquer par le fait que les inclusions dans l'EPDM\_S sont plus petites que dans l'EPDM\_NS. Le fait qu'il n'y ait pas de ten-



dance significative confirme le fait que l'étape de *strainer* n'a pas modifié le comportement intrinsèque du matériau en fatigue.

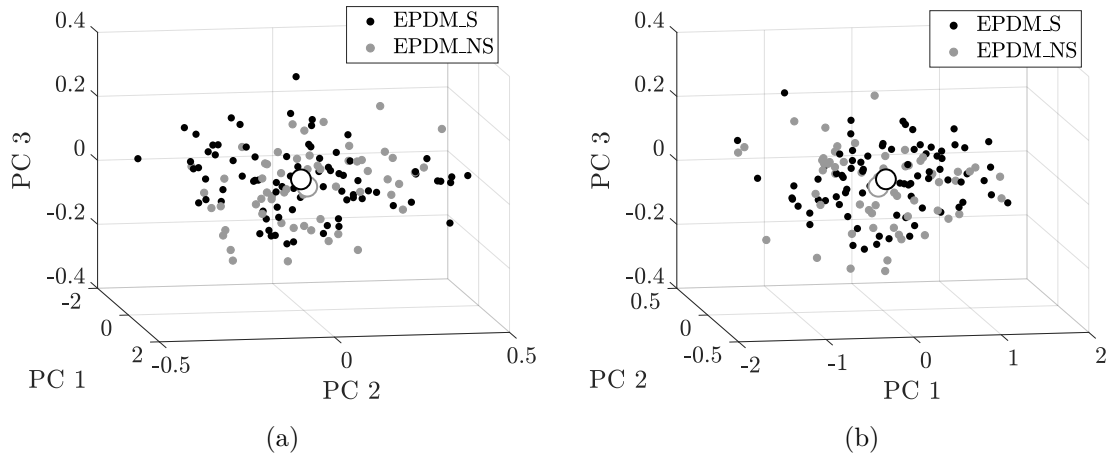


FIGURE 10.7 – Représentation de l'ensemble des données dans l'espace défini par les trois premières composantes principales avec en noir les données relatives à l'EPDM\_S et en gris celles relatives à l'EPDM\_NS, les grands cercles représentant les barycentres des données, pour différents angles de vue (a) angle 1 et (b) angle 2.

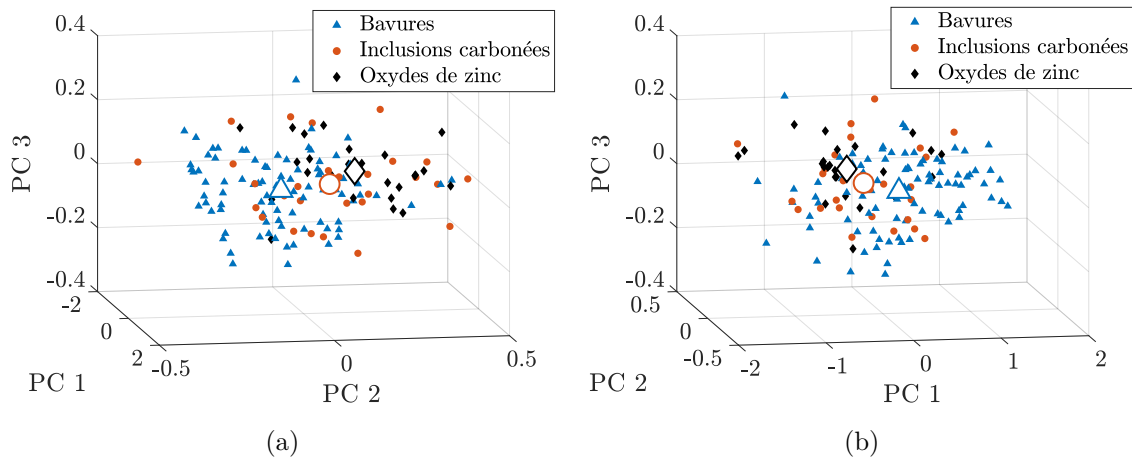


FIGURE 10.8 – Représentation de l'ensemble des données dans l'espace défini par les trois premières composantes principales de l'analyse PCA avec un code couleur illustrant le type de défauts ayant mené à rupture, les gros marqueurs en fond blanc représentant les barycentres de ces données, pour différents angles de vue (a) angle 1 et (b) angle 2.

Dans un second temps, une séparation par type de défauts (bavure, inclusion carbonée ou oxyde de zinc) est effectuée sur la Figure 10.8. Les nuages de points montrent que globalement les trois populations de défauts couvrent à peu près la même portion de l'espace. Une tendance sur les barycentres semble apparaître. Aucun écart ne se distingue sur l'axe vertical PC 3. Toutefois, sur l'axe horizontal PC 2 sur la Figure 10.8a, les bavures ont la plus petite valeur, puis viennent les inclusions carbonées et enfin les oxydes de zinc. L'axe PC 2 étant majoritairement représenté par la taille des défauts, cette tendance peut s'expliquer par le fait que les tailles moyennes des défauts sont classées dans ce même ordre (cf. Tableau 10.1). Sur l'axe horizontal PC 1 sur la Figure 10.8b, majoritairement représenté par la durée de vie, la plus grande valeur est prise par les bavures, puis viennent les inclusions carbonées et enfin les oxydes de zinc. Puisqu'il a été montré que plus les défauts critiques étaient gros, plus les durées de vie étaient faibles, l'écart ici observé sur

l'axe PC 1 peut aussi s'expliquer par le classement des tailles moyennes précédemment énoncé. Les oxydes de zinc sont les plus gros et mènent aux durées de vie les plus courtes. Les bavures, en moyenne plus petites, mènent aux durées de vie les plus longues.

### 10.3 Conclusions

En résumé, dans ce chapitre, l'ensemble des résultats de durée de vie en fatigue sur les éprouvettes AE2 a été traité de manière unifiée pour l'EPDM\_S et l'EPDM\_NS, et pour les trois types de défauts critiques. Dans un premier temps, seule la déformation nominale principale maximale  $\varepsilon$  est utilisée. L'ajustement d'un plan sur les données dans un espace  $(\log(N_i), \log(\sqrt{aire}), \log(\varepsilon))$  permet alors de définir une criticité des défauts pour les matériaux étudiés dans ces travaux de thèse. Cela suggère qu'il y a une compétition entre la taille des défauts, ici représentée par la grandeur  $\sqrt{aire}$  et la déformation locale  $\varepsilon$  associée. Comme un unique défaut pilote finalement la rupture en fatigue des éprouvettes AE2, la dispersion des résultats en fatigue peut s'expliquer ici par les différences microstructurales (taille et localisation spatiale des inclusions) et géométriques (taille et forme des bavures) entre les éprouvettes.

Dans un second temps, la description de l'état mécanique au voisinage des défauts critiques est enrichie à l'aide d'autres paramètres mécaniques. Un traitement statistique de cette base de données est alors proposé. Le choix est fait d'utiliser l'analyse en composantes principales (dite analyse PCA) afin d'extraire les paramètres les plus influents. Finalement, il apparaît que les durées de vie sont principalement expliquées par la taille des défauts critiques et par l'état mécanique en leur voisinage. Enfin, le partitionnement des données dans l'espace défini par les trois premières composantes principales permet d'affiner l'analyse. Tout d'abord, l'étape de *strainer* ne semble pas modifier de manière significative la résistance intrinsèque en fatigue de la matrice EPDM étudiée. Ensuite, les différences observées entre les types de défauts critiques peuvent s'expliquer par leurs tailles moyennes qui impactent directement leurs durées de vie moyennes.

Des tomographies d'essais interrompus en fatigue pourraient améliorer la description faite dans ces travaux de thèse de l'endommagement en fatigue. Cela permettrait de confirmer la présence d'inclusions pour les NVI, et de vérifier s'il existe des populations d'inclusions qui ne sont pas nocives vis-à-vis de l'endommagement en fatigue.



# Conclusion générale

Ces travaux de thèse se sont déroulés dans le cadre d'une convention CIFRE avec l'entreprise Vibracoustic. Afin de répondre aux différentes problématiques industrielles et scientifiques associées à la fatigue des élastomères EPDM, les objectifs des présents travaux de thèse ont été de :

1. Caractériser le comportement en fatigue d'un EPDM industriel ;
2. Identifier les défauts critiques vis-à-vis de la résistance en fatigue et comprendre les mécanismes d'amorçages et de propagation autour de ces derniers ;
3. Évaluer la criticité des défauts géométriques (bavures) et microstructuraux (inclusions) ;
4. Trouver l'origine de la dispersion des résultats en fatigue, et analyser les mécanismes d'endommagement associés à cette dispersion dans le but de la réduire.

Après avoir présenté le contexte bibliographique ainsi que les outils expérimentaux dans la partie I, la démarche adoptée a consisté dans la partie II à caractériser de manière « macroscopique » les propriétés en fatigue de deux versions d'une même matrice EPDM appelée EPDM\_S et EPDM\_NS. A cet égard, deux protocoles expérimentaux originaux et en grande partie automatisés ont été développés. Le premier a permis de construire les courbes de propagation de fissures de fatigue des élastomères (cf. chapitre 3). Le second a permis de prédire rapidement les durées de vie en fatigue des deux EPDM étudiés en utilisant l'auto-échauffement, pour des cas de chargements relaxants et non-relaxants (cf. chapitre 4). Il a finalement été montré dans cette partie que l'étape de *strainer*, permettant de filtrer une partie des plus grosses inclusions présentes dans l'EPDM, avait un effet positif sur les durées de vie moyennes. Aucune influence n'est toutefois constatée sur les courbes de fissuration. Par ailleurs, aucun effet de renforcement significatif n'est observé pour les EPDM\_S et EPDM\_NS. De plus, à cette échelle de travail, la grande dispersion des durées de vie en fatigue ne peut pas encore être expliquée.

Dans la partie III, il a été proposé d'analyser l'endommagement en fatigue à l'échelle « microscopique », c'est-à-dire au niveau des défauts microstructuraux. Deux familles de défauts ont alors été clairement identifiées comme responsables de l'amorçage de fissures de fatigue : les bavures et les inclusions (oxydes de zinc et inclusions carbonées). Les mécanismes d'endommagement autour de ces défauts ont été par la suite décrits, et les phases d'amorçage et de propagation définies et quantifiées (cf. chapitre 5). Il apparaît alors que la taille des défauts est un paramètre crucial pour comprendre l'endommagement en fatigue des matrices élastomères étudiées. Une procédure originale utilisant des défauts calibrés a donc été proposée afin de quantifier l'influence de la taille des défauts sur les durées de vie en fatigue (cf. chapitre 6). Cette dernière, s'inspirant de la littérature sur la fatigue des matériaux métalliques, a été pour la première fois adaptée pour les matériaux élastomères. Elle a permis de montrer que plus les défauts étaient gros, plus les durées de vie étaient courtes. Des lois puissances ont permis de relier la taille des défauts, caractérisée

par le paramètre  $\sqrt{aire}$ , au nombre de cycles à l'amorçage, à la propagation et à la rupture. Il apparaît clairement que c'est la phase d'amorçage qui est principalement impactée par la taille des défauts. Enfin, les vitesses de propagation de fissures à l'échelle des défauts ont été caractérisées à l'aide d'observations et de simulations numériques (cf. chapitre 7). Il a ainsi été mis en évidence qu'un régime de « fissures courtes », initialement observé dans les matériaux métalliques, existait pour les élastomères EPDM. En pratique, cela signifie que lorsque des fissures de fatigue s'amorcent au niveau des défauts microstructuraux, leurs vitesses de propagation sont supérieures à celles mesurées sur des fissures longues, et ce pour les mêmes énergies de déchirement. Finalement, grâce à l'analyse effectuée dans cette partie, un scénario d'endommagement global de l'EPDM\_S a été établi. Ce dernier rapporte que plusieurs fissures de fatigue s'amorcent sur des défauts de différents types, mais leur nombre reste faible, ce qui implique qu'il n'y a pas de coalescence de fissures. De plus, le nombre de cycles nécessaire à l'amorçage de ces fissures dépend principalement de la taille des défauts. En comparaison, le nombre de cycles de la phase de propagation est très peu influencé par la taille des défauts et les vitesses de propagation mesurées à l'échelle des défauts sont plus grandes que celles mesurées sur des fissures longues pour les mêmes énergies de déchirement. Finalement, la rupture en fatigue est pilotée par un unique défaut, appelé défaut critique, qui est le plus gros parmi ceux responsables de l'amorçage des fissures observées.

Enfin, la partie IV de ce mémoire de thèse a permis de faire le lien entre les durées de vie en fatigue et les caractéristiques géométriques et microstructurales des défauts critiques. Tout d'abord, pour les bavures, il a été montré que les variations de longueur du film provoquaient des concentrations de déformations permettant d'expliquer les localisations d'amorçage de fissures sur ces défauts. Ensuite, pour les inclusions, les populations de défauts ont été décrites à l'aide de la tomographie à rayons X. Il a alors été montré qu'une partie des grosses inclusions était filtrée par l'étape de *strainer*, qu'une autre partie voyait sa forme modifiée, et qu'une dernière était susceptible de passer à travers la grille sans altération. Cela a permis de comprendre les écarts observés dans les durées de vie moyennes des matériaux EPDM\_S et EPDM\_NS. Par ailleurs, la taille de l'ensemble des défauts a été estimée à l'aide de la grandeur  $\sqrt{aire}$  grâce à l'analyse des faciès de rupture. Les durées de vie en fatigue ont été par la suite mises en relation avec ce paramètre géométrique et la déformation locale en leur voisinage, dans un premier temps pour les ruptures relatives aux bavures (cf. chapitre 8), et dans un second temps pour celles relatives aux inclusions (cf. chapitre 9). Finalement, le chapitre 10 a permis de montrer que les résultats de durées de vie en fatigue pouvaient se traiter de manière unifiée, quel que soit le type de défauts (bavure, oxyde de zinc ou inclusion carbonée) et le matériau considéré (EPDM\_S ou EPDM\_NS). L'ensemble des durées de vie en fatigue a alors été relié à la taille des défauts critiques, et aux champs mécaniques en leur voisinage, ce qui a permis de définir une criticité des défauts dans le cadre de ces travaux de thèse. Il a ainsi été conclu que la dispersion des résultats en fatigue observée sur les EPDM étudiés pouvait s'expliquer par les variations naturelles de microstructure d'une éprouvette à l'autre.

Parmi l'ensemble des résultats rappelés ci-dessus, les contributions importantes de cette étude nous semblent être les suivantes :

- La description microscopique de l'endommagement en fatigue dans l'EPDM ;
- L'établissement d'une procédure originale de quantification de l'influence de la taille des défauts ;
- La mise en évidence d'un régime de « fissures courtes » dans l'EPDM ;
- L'analyse mécanique de la bavure permettant de fournir des recommandations de conception aux bureaux d'études de Vibracoustic ;
- L'explication de la dispersion des durées de vie en fatigue par les hétérogénéités

de microstructure entre les éprouvettes.

A l'issue de ces travaux de thèse, quelques perspectives de recherche peuvent être envisagées. Tout d'abord, à court terme, les procédures développées ici pourraient être appliquées à d'autres matrices élastomères. Cela permettrait de comparer et de discuter les résultats, notamment sur l'auto-échauffement, sur la sensibilité à la taille des défauts calibrés et sur l'existence de régime de « fissures courtes ». Par ailleurs, des tomographies d'éprouvettes après essais interrompus en fatigue permettraient d'affiner la description des scénarios d'endommagement en fatigue de l'EPDM.

A plus long terme, il faudrait être en mesure d'expliquer pourquoi le comportement de l'EPDM est si différent de celui du caoutchouc naturel. De plus, il serait intéressant de comprendre quelles sont les grandeurs mécaniques qui pilotent la phase d'amorçage de fissures de fatigue, sachant que cette dernière régit en grande partie les durées de vie en fatigue des EPDM.



# Annexes





## Annexe A

# Protocole de mesure des déformations dans les éprouvettes AE2 par stéréo-corrélation d'images numériques

Dans le but d'estimer expérimentalement les niveaux de déformation atteints localement dans les éprouvettes AE2, une procédure de mesure utilisant la stéréo-Corrélation d'Images Numériques (CIN) a été développée au sein de l'entreprise Vibracoustic Nantes.

Dans un premier temps, l'éprouvette est installée dans la machine de traction MTS Landmark afin d'être soumise à un cycle de chargement au niveau de déplacement maximal atteint pendant l'essai de stéréo-CIN. La vitesse de la traverse est alors fixée à 10 mm/min. Cette première étape permet d'effectuer ensuite des mesures de déformation sur une éprouvette dont le comportement mécanique est accommodé à l'effet Mullins. Le mouchetis est réalisé seulement après. De cette manière, il n'est pas endommagé par le premier cycle de chargement. L'éprouvette AE2 est ainsi démontée, et une peinture acrylique blanche est projetée à sa surface à l'aide d'une bombe (cf. Figure A.1).



FIGURE A.1 – Projection de peinture blanche permettant de construire un mouchetis sur une éprouvette AE2 en EPDM\_S.

L'ensemble du dispositif expérimental est ensuite mis en place (cf. Figure A.2a). Les caméras sont installées en face de la machine de traction grâce à un support spécifique.

Elles sont ensuite positionnées grossièrement à la main pour être à environ 10 cm l'une de l'autre, et former un angle d'environ  $15^\circ$ . Leurs champs de vision et leurs mises au point sont par la suite ajustés par rapport à l'éprouvette AE2 installée dans la machine de traction. La vue d'une des deux caméras est présentée sur la Figure A.2b. Un grand nombre de précautions sont prises pour limiter au maximum les réflexions lumineuses :

- Des filtres polarisants sont rajoutés sur les caméras ;
- Un drap noir recouvre les colonnes de la machine de traction ;
- Un carton peint en noir mat est utilisé en fond, derrière l'éprouvette AE2 ;
- Du scotch noir recouvre les mors.

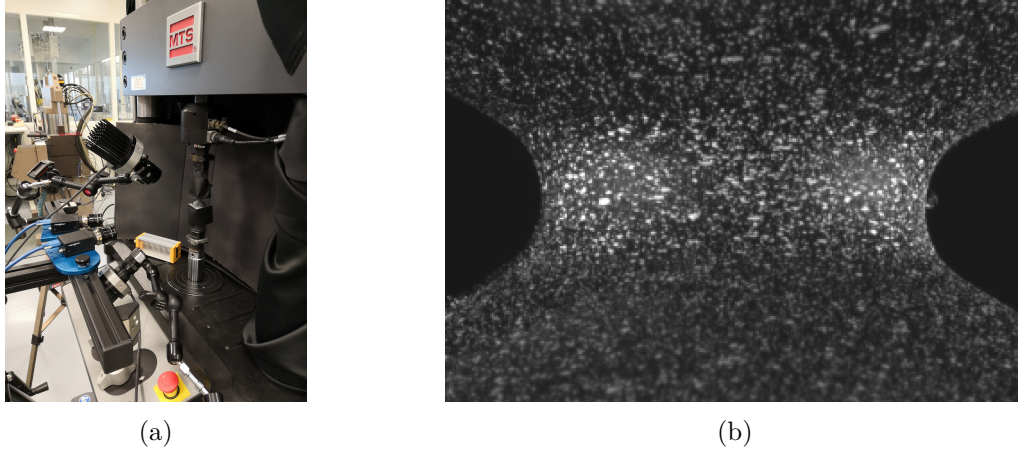


FIGURE A.2 – (a) Dispositif expérimental de mesure des déformations locales par stéréo-CIN sur une éprouvette AE2 en EPDM\_S et (b) vue de la caméra gauche zoomée sur la zone utile d'une éprouvette AE2 en EPDM\_S présentant un mouchetis effectué à l'aide d'une peinture acrylique blanche.

Une fois l'ensemble du matériel correctement installé, il est nécessaire de calibrer le système. La mire de calibration présentée en Figure 2.16 est utilisée, et environ une trentaine de photos sont prises pour des angles et des positions de mire les plus variés possible. Le logiciel VIC 3D utilise ensuite ces photos pour effectuer la calibration automatiquement. Un « score de calibration » d'environ 0,03 est alors classiquement trouvé. Ce dernier doit être inférieur à 0,05 et se rapprocher le plus possible de 0. La valeur obtenue ici est donc suffisante pour réaliser les essais.

Concernant les caméras, leur diaphragme est fermé au maximum pour augmenter la profondeur de champ, et le temps d'exposition est adapté à l'éclairage. Ce dernier est choisi au cran juste inférieur à celui où quelques pixels sont saturés en niveaux de gris. La vitesse de la traverse est ici fixée à 10 mm/min. Enfin, l'intervalle entre deux photos est choisi pour que la variation de déformation nominale globale entre deux photos soit d'environ 1%. L'ensemble des paramètres de la procédure développée ici pour effectuer les stéréo-CIN sont donnés dans le Tableau A.1.

Pour l'EPDM\_S, le déplacement maximal atteint est de 50 mm. La déformée de l'éprouvette AE2 testée à ce niveau de chargement est illustrée sur la Figure A.3. Le logiciel VIC 3D est alors utilisé pour traiter les 1 250 photos obtenues afin d'estimer les champs de déplacements locaux dans la zone utile de l'éprouvette AE2. Le *subset*, c'est-à-dire la taille des imagerie, est ajusté au cas par cas en fonction de la résolution des caméras et du mouchetis effectué. Les imagerie doivent contenir au moins trois taches de mouchetis, et être d'une taille supérieure à celle de la plus grande tache. Dans notre cas, cela correspond environ à un *subset* de 17x17 pixels. Le *step* correspond au recouvrement des imagerie : c'est la valeur en pixels du décalage entre deux imagerie sur l'image de référence. Il est

Type de réglage	Paramètre	Valeur
Caméra	Ouverture du diaphragme	$f/12$
	Distance entre les caméras	$\simeq 100$ mm
	Angle entre les caméras	$\simeq 15^\circ$
	Temps d'exposition	$\simeq 6$ ms
	Taille du pixel	$\simeq 44$ $\mu\text{m}$
Calibration	Nombre de photos	30
	Score de calibration	$\simeq 0,03$
Mécanique	Vitesse de traverse	10 mm/min
	Intervalle de temps entre deux photos	2,4 s
	Déformation nominale entre deux photos	$\simeq 1,3\%$

Tableau A.1 – Paramètres de la procédure expérimentale de stéréo-CIN.

classiquement fixé à un quart du *subset*. L'option incrémentale est utilisée. Cela signifie que la recherche des imagerie à l'image  $n$  se fait en comparaison avec les imagerie de l'image  $n - 1$ , et pas avec celles de l'image de référence. C'est une option qui permet d'effectuer la stéréo-CIN même en très grandes déformations. Les erreurs de corrélations sont toutefois cumulées avec cette méthode. Enfin l'option de recherche exhaustive est activée. Elle permet de limiter le nombre de pertes d'imagerie au cours de la corrélation. L'ensemble de ces paramètres est résumé dans le Tableau A.2.



FIGURE A.3 – Vues de l'éprouvette AE2 en EPDM\_S déformée à un déplacement imposé de 50 mm (a) pour la caméra de gauche et (b) pour la caméra de droite.

Paramètre	Valeur
<i>subset</i>	17x17 pixels
<i>step</i>	$\frac{\text{subset}}{4}$
Option incrémentale	Oui
Option de recherche exhaustive	Oui

Tableau A.2 – Paramètres d'acquisition pour la stéréo-CIN.

Le post-traitement s'effectue seulement sur une région réduite du champ de vision des caméras, généralement appelée ROI pour *Region Of Interest*. Dans notre cas, seule la zone utile des éprouvettes AE2 est analysée. Une vue du champ de déformation nominale principale maximale est proposée sur la Figure A.4. Finalement, seule la déformation moyennée dans un rectangle dans le plan médian de l'éprouvette AE2, illustré en blanc sur la Figure A.4, est calculée et utilisée dans la suite comme valeur de déformation maximale.

On peut remarquer que certaines zones de la ROI sont perdues au cours du post-traitement car le logiciel n'arrive pas à les retrouver sur l'ensemble des images. Toutefois, comme uniquement le plan médian est exploité dans le cadre de ces travaux de thèse, ces pertes ne sont pas considérées.

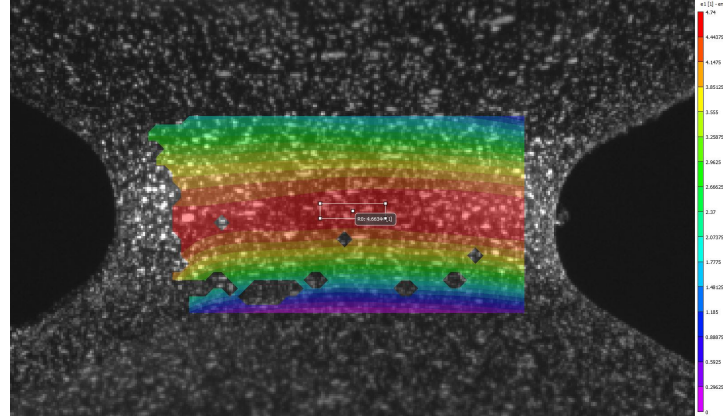


FIGURE A.4 – Vue des déformations nominales principales maximales dans la zone utile d'une éprouvette AE2 en EPDM\_S calculées par stéréo-CIN.

La courbe de la Figure A.5 représente l'évolution de la déformation maximale en fonction du déplacement imposé par la machine de traction. Les résultats obtenus par simulation numérique par éléments finis sont superposés sur cette courbe. Il est rappelé que seul le modèle de Mooney-Rivlin est utilisé dans ces travaux de thèse. Il apparaît alors que la stéréo-CIN permet de capter une non-linéarité qui n'existe pas dans notre simulation. De plus, les courbes se croisent, ce qui signifie que jusqu'à environ 35 mm de déplacement imposé, les déformations calculées par simulation sont sous-estimées, puis la tendance s'inverse au-delà de cette valeur.

Finalement, un polynôme d'ordre 6 passant par 0 est utilisé pour ajuster les données obtenues par stéréo-CIN, et un coefficient de corrélation  $R^2 = 0,9999$  est trouvé. Toutefois, aucune extrapolation des déformations n'est permise au-dessus de 50 mm de déplacement imposé.

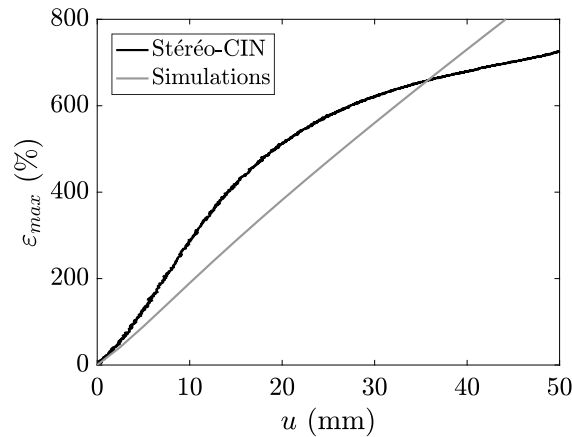


FIGURE A.5 – Courbe représentant la déformation principale maximale dans la zone utile de l'éprouvette AE2 en fonction du déplacement imposé par la machine de traction pour la stéréo-CIN et pour la simulation par éléments finis.

## Annexe B

# Simulations numériques 2D et 3D d'éprouvettes mini-PS trouées

Afin de justifier la réalisation des calculs dans les éprouvettes mini-PS trouées en 2D (cf. chapitre 7), des calculs 3D sont effectués avec le logiciel Abaqus. En utilisant les symétries du problème, seul un huitième d'éprouvette est modélisé. Les conditions limites sont illustrées pour le modèle 3D sur la Figure B.1. Les simulations sont effectuées seulement pour les trous de 0,1 mm et 0,8 mm dans le but d'avoir une estimation des champs mécaniques pour les deux valeurs extrêmes de tailles de trou. Seul le modèle de comportement Mooney-Rivlin identifié dans le chapitre 3 est utilisé. Les simulations sont faites dans un cadre quasi-statique, et la non-linéarité géométrique est activée. Des éléments de type hexaédrique hybride complètement intégré (C3D8H) sont utilisés.

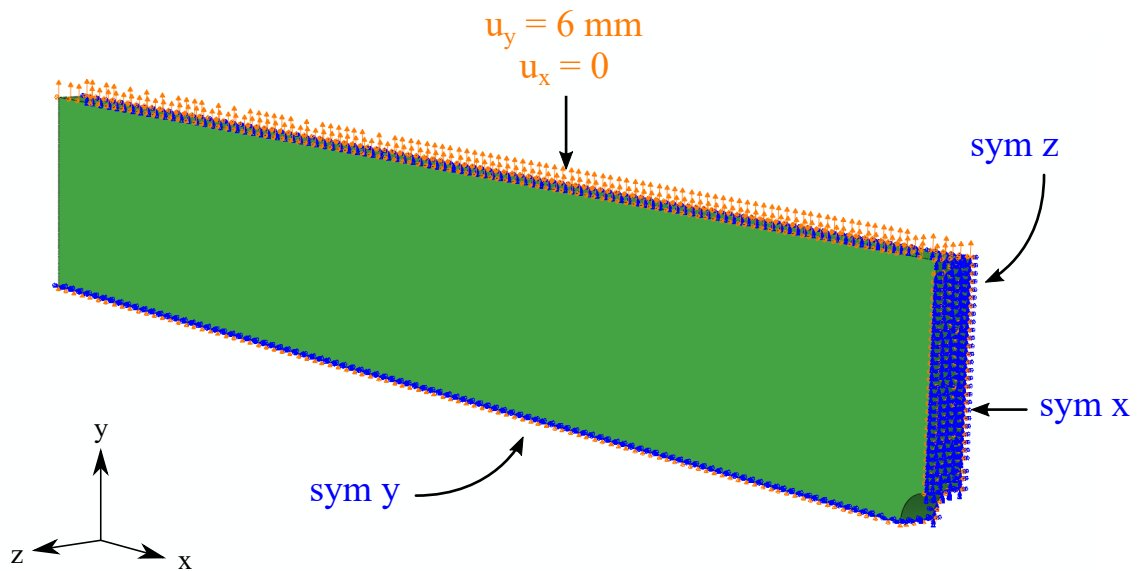


FIGURE B.1 – Illustrations des conditions limites appliquées sur un huitième d'éprouvette mini-PS avec un trou de 0,8 mm.

Dans un premier temps, l'évolution de la déformation nominale principale maximale dans l'épaisseur de l'éprouvette mini-PS est estimée au voisinage du trou. Les résultats sont présentés sur les Figures B.2a et B.2b respectivement pour les trous de 0,1 mm et 0,8 mm. Les valeurs de déformation sont normalisées afin de mieux faire apparaître les variations. Il apparaît alors que, pour le trou de 0,8 mm, une variation de 0,2% dans

l'épaisseur est observée, ce qui est très faible. Pour le trou de 0,1 mm, une variation de 1,2% est observée, ce qui est légèrement supérieur mais reste négligeable. On peut donc considérer qu'il n'y a pas de variation significative de la déformation dans l'épaisseur de l'éprouvette mini-PS au voisinage du trou.

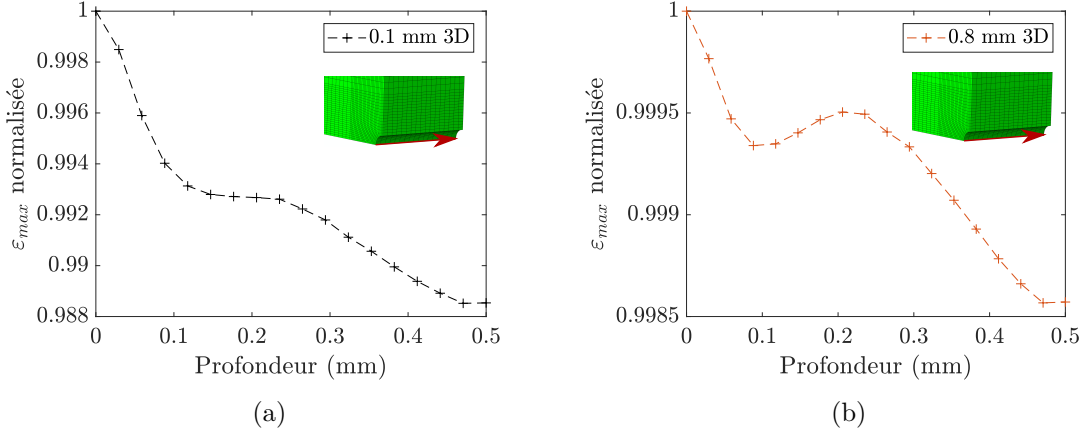


FIGURE B.2 – Courbes représentant l'évolution de la déformation nominale principale maximale dans l'épaisseur d'une éprouvette mini-PS avec (a) un trou de 0,1 mm et (b) un trou de 0,8 mm.

Par ailleurs, il est proposé de comparer l'évolution des déformations nominales principales maximales en fonction de la distance au trou pour les simulations 2D et 3D (cf. Figure B.3). Les évolutions semblent similaires, bien qu'il demeure quelques différences au voisinage du trou. Au maximum de déformation, des écarts relatifs de 2,3% pour le trou de 0,1 mm et 0,4% pour celui de 0,8 mm sont constatés.

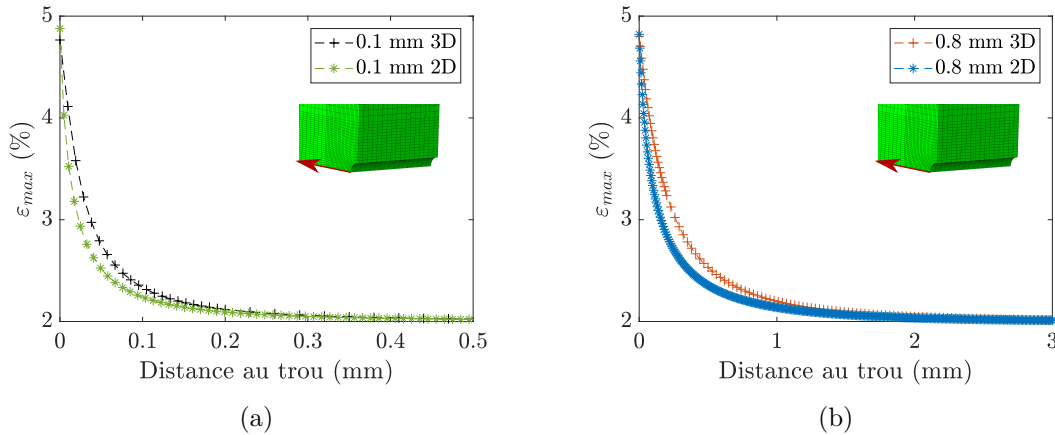


FIGURE B.3 – Courbes représentant l'évolution de la déformation nominale principale maximale dans la longueur d'une éprouvette mini-PS et comparaison des résultats 2D et 3D avec (a) un trou de 0,1 mm et (b) un trou de 0,8 mm.

Enfin, les résultats pour les trous de 0,1 mm et 0,8 mm en 3D sont comparés. La Figure B.4a présente l'évolution de la déformation en fonction de la distance au trou. Un écart entre les champs mécaniques pour les deux tailles de trou étudiées ici semble alors apparaître. La Figure B.4b illustre l'évolution de la déformation en fonction de la distance normalisée par rapport à la taille du trou considéré. Les résultats sont alors superposés, ce qui signifie qu'il y a donc une homothétie des champs mécaniques quelle que soit la taille du trou.

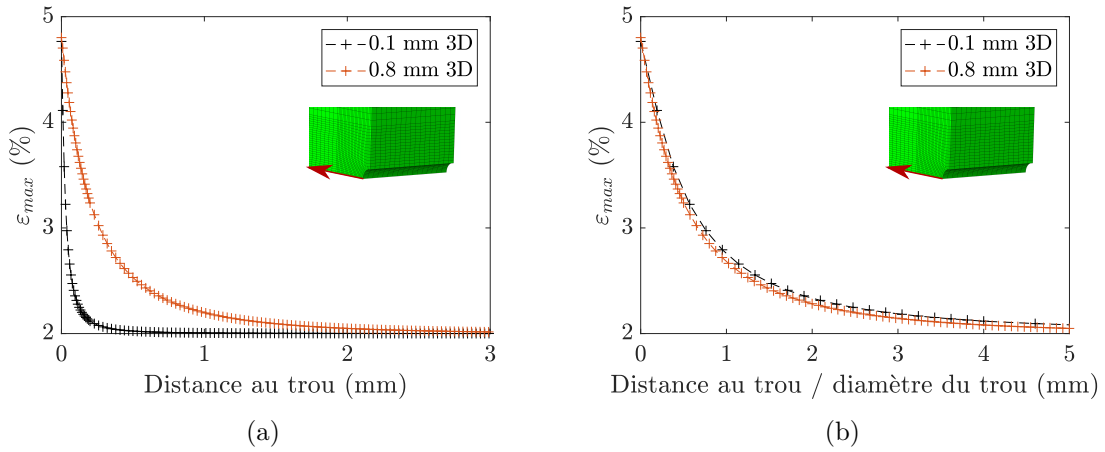


FIGURE B.4 – Courbes représentant l'évolution de la déformation nominale principale maximale dans une éprouvette mini-PS et comparaison des résultats obtenus pour des trous de 0,1 mm et 0,8 mm (a) en fonction de la distance au trou et (b) en fonction de la distance normalisée par rapport à la taille du trou considéré.

En résumé, les résultats 2D et 3D sont très proches, et l'évolution des champs mécaniques dans l'épaisseur de l'éprouvette mini-PS au voisinage du trou est négligeable. Bien que de petits écarts soient visibles, ces derniers sont suffisamment faibles pour ne considérer que des modèles 2D pour représenter numériquement les éprouvettes mini-PS trouées.





# Bibliographie

- ABRAHAM, F., ALSHUTH, T. et JERRAMS, S. (2005a). The effect of minimum stress and stress amplitude on the fatigue life of non strain crystallising elastomers. *Materials & design*, 26(3):239–245.
- ABRAHAM, F., CLAUSS, G., ALSHUTH, T. et KROLL, J. (2005b). Untersuchung und simulation des einflusses von fehlstellen auf das risswachstum und die ermüdung von elastomeren. pro ano. *KGK. Kautschuk, Gummi, Kunststoffe*, 58(11):595–599.
- ALBERT, W. (1838). Über treibseile am harz. *Archive für Mineralogie Geognosie Bergbau und Hüttenkunde*, 10:215–234.
- ANDRIYANA, A. (2006). *Définition d’une nouvelle grandeur prédictive pour la durée de vie en fatigue des matériaux élastomères*. Thèse de doctorat, Ecole Centrale de Nantes.
- ANDRIYANA, A. et VERRON, E. (2007). Prediction of fatigue life improvement in natural rubber using configurational stress. *International Journal of Solids and Structures*, 44(7-8):2079–2092.
- AYOUB, G. (2010). *Comportement en grandes déformations et fatigue des polymères : modélisation constitutive et prédiction de la durée de vie en fatigue*. Thèse de doctorat, Université de Lille 1 Sciences et Technologies.
- AYOUB, G., NAÏT-ABDELAZIZ, M., ZAÏRI, F. et GLOAGUEN, J. M. (2010). Multiaxial fatigue life prediction of rubber-like materials using the continuum damage mechanics approach. *Procedia Engineering*, 2(1):985–993.
- BASQUIN, O. (1910). The exponential law of endurance tests. *ASTM Proceeding*, 10:625–630.
- BATHIAS, C. et PINEAU, A. (2011). *Fatigue of materials and structures : Application to design and damage*. John Wiley & Sons.
- BEATTY, J. R. (1964). Fatigue of rubber. *Rubber Chemistry and Technology*, 37(5):1341–1364.
- BENNANI, A. (2006). *Elaboration, comportement et durée de vie en fatigue du caoutchouc naturel renforcé de silice*. Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris.
- BERGSTRÖM, J. et BOYCE, M. (1998). Constitutive modeling of the large strain time-dependent behavior of elastomers. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 46(5):931–954.
- BERREHILI, A., NADOT, Y., CASTAGNET, S., GRANDIDIER, J. C. et DUMAS, C. (2010). Multiaxial fatigue criterion for polypropylene – automotive applications. *International Journal of Fatigue*, 32(8):1389–1392.

- BEURROT, S., HUNEAU, B. et VERRON, E. (2010). In situ sem study of fatigue crack growth mechanism in carbon black-filled natural rubber. *Journal of applied polymer science*, 117(3):1260–1269.
- BILLAUDEAU, T., NADOT, Y. et BEZINE, G. (2004). Multiaxial fatigue limit for defective materials : Mechanisms and experiments. *Acta Materialia*, 52(13):3911–3920.
- BOUASSE, H. et CARRIÈRE, Z. (1903). Sur les courbes de traction du caoutchouc vulcanisé. *Annales de la faculté des sciences de Toulouse 2ème série*, 5(3):257–283.
- BOULANGER, T., CHRYSOCHOOS, A., MABRU, C. et GALTIER, A. (2004). Calorimetric analysis of dissipative and thermoelastic effects associated with the fatigue behavior of steels. *International Journal of Fatigue*, 26(3):221–229.
- BRUNAC, J.-B., GÉRARDIN, O. et LEBLOND, J.-B. (2009). On the heuristic extension of haigh’s diagram for the fatigue of elastomers to arbitrary loadings. *International Journal of Fatigue*, 31(5):859–867.
- BUSFIELD, J. J. C., JHA, V., LIANG, H., PAPADOPOULOS, I. C. et THOMAS, A. G. (2005). Prediction of fatigue crack growth using finite element analysis techniques applied to three-dimensional elastomeric components. *Plastics, Rubber and Composites*, 34(8):349–356.
- CADWELL, S., MERRILL, R., SLOMAN, C. et YOST, F. (1940). Dynamic fatigue life of rubber. *Industrial and Engineering Chemistry*, 12(1):19–23.
- CASTILLO, E. et FERNÁNDEZ-CANTELI, A. (2009). *A unified statistical methodology for modeling fatigue damage*. Springer Science & Business Media, Dordrecht.
- CHAGNON, G. (2003). *Modélisation de l’effet Mullins dans les élastomères*. Thèse de doctorat, Ecole Centrale de Nantes.
- CHAMPY, C. (2016). *Méthodologie rapide de caractérisation des propriétés en fatigue d’élastomères industriels sous chargement non relaxant*. Thèse de doctorat, Université de Bretagne Occidentale.
- CHAZEAU, L., BROWN, J. D., YANYO, L. C. et STERNSTEIN, S. S. (2000). Modulus recovery kinetics and other insights into the payne effect for filled elastomers. *Polymer Composites*, 21(2):202–222.
- CHOU, H.-W., HUANG, J.-S. et LIN, S.-T. (2007). Effects of thermal aging on fatigue of carbon black–reinforced epdm rubber. *Journal of Applied Polymer Science*, 103(2):1244–1251.
- CHRYSOCHOOS, A. et LOUCHE, H. (2000). An infrared image processing to analyse the calorific effects accompanying strain localisation. *International Journal of Engineering Science*, 38(16):1759–1788.
- CHUNG, W.-W. et CHANG, Y.-W. (2001). Fatigue crack growth behavior of nr/epdm blend. *Korea Polymer Journal*, 9(6):319–326.
- CIAVARELLA, M. et MONNO, F. (2006). On the possible generalizations of the kitagawa–takahashi diagram and of the el haddad equation to finite life. *International Journal of Fatigue*, 28(12):1826–1837.
- COLLIN, V. (2004). *Etude rhéo-optique des mécanismes de dispersion du noir de carbone dans des élastomères*. Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris.

- DIANI, J., FAYOLLE, B. et GILORMINI, P. (2009). A review on the mullins effect. *European Polymer Journal*, 45(3):601–612.
- DOUDARD, C. (2004). *Détermination rapide des propriétés en fatigue à grand nombre de cycles à partir d'essais d'échauffement*. Thèse de doctorat, Ecole Normale Supérieure de Cachan.
- DOUDARD, C., CALLOCH, S., CUGY, P., GALTIER, A. et HILD, F. (2005). A probabilistic two-scale model for high-cycle fatigue life predictions. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 28(3):279–288.
- DOUDARD, C., CALLOCH, S., HILD, F. et ROUX, S. (2010). Identification of heat source fields from infrared thermography : Determination of ‘self-heating’ in a dual-phase steel by using a dog bone sample. *Mechanics of Materials*, 42(1):55–62.
- EL YAAGOUBI, M., JUHRE, D., MEIER, J., KRÖGER, N., ALSHUTH, T. et GIESE, U. (2018). Lifetime prediction of filled elastomers based on particle distribution and the j-integral evaluation. *International Journal of Fatigue*, 112:341–354.
- EL YAAGOUBI, M., MEIER, J., ALSHUTH, T., GIESE, U. et JUHRE, D. (2017). Prediction of energy release rate in opening mode of fracture mechanics for filled and unfilled elastomers. In *Proceedings of the 10th European Conference for Constitutive Models for Rubber, ECCMR 2017, Munich, Germany, 28-31 August 2017*, pages 611–615. Taylor & Francis.
- ESNOUF, C. (2011). *Caractérisation microstructurale des matériaux : Analyse par les rayonnements X et électronique*. Metis LyonTech. Presses polytechniques et universitaires romandes, Lausanne.
- EWING, J. A. et HUMFREY, J. C. W. (1903). The fracture of metals under repeated alternations of stress. *Philosophical Transactions of the Royal Society A : Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 200(321-330):241–250.
- FIELDING-RUSSELL, G. S. et RONGONE, R. L. (1983). Fatiguing of rubber-rubber interfaces. *Rubber Chemistry and Technology*, 56(4):838–844.
- FLAMM, M., STEINWEGER, T., SPRECKELS, J. et BRÜGER T. (2008). Mechanical properties of epdm. In *Proceedings of the 5th European Conference for Constitutive Models for Rubber, ECCMR 2008, Paris, France, 4-7 September 2008*, pages 233–238. Taylor & Francis.
- FLAMM, M., STEINWEGER, T. et WELTIM, U. (2003). Lifetime prediction of multiaxially loaded rubber springs and bushings. In *Constitutive models for rubber III*, pages 50–53. A.A. Balkema, Lisse [Netherlands] and Exton, PA.
- FLETCHER, W. P. et GENT, A. N. (1954). Nonlinearity in the dynamic properties of vulcanized rubber compounds. *Rubber Chemistry and Technology*, 27(1):209–222.
- FROST, N. E. (1959). Propagation of fatigue cracks in various sheet materials. *Journal of Mechanical Engineering Science*, 1(2):151–170.
- GAUSSORGUES, G. (1999). *La thermographie infrarouge : Principes, technologies, applications*. Editions TEC & DOC, Paris and Londres, 4e éd. rev. et augm édition.
- GEHRMANN, O., KRÖGER, N. H., KRAUSE, M. et JUHRE, D. (2019). Dissipated energy density as fatigue criterion for non-relaxing tensional loadings of non-crystallizing elastomers? *Polymer Testing*, 78:105953.

- GENT, A. N. (1990). Cavitation in rubber : A cautionary tale. *Rubber Chemistry and Technology*, 63(3):49–53.
- GENT, A. N., LINDLEY, P. B. et THOMAS, A. G. (1964). Cut growth and fatigue of rubbers. i. the relationship between cut growth and fatigue. *Journal of Applied Polymer Science*, 8(1):455–466.
- GENT, A. N. et PARK, B. (1984). Failure processes in elastomers at or near a rigid spherical inclusion. *Journal of Materials Science*, 19(6):1947–1956.
- GLANOWSKI, T. (2019). *Compréhension et modélisation des mécanismes élémentaires d'endommagement en fatigue d'élastomères renforcés au noir de carbone*. Thèse de doctorat, ENSTA Bretagne.
- GLANOWSKI, T., LE SAUX, V., DOUDARD, C., MARCO, Y., CHAMPY, C. et CHARRIER, P. (2017). Proposition of an uncoupled approach for the identification of cyclic heat sources from temperature fields in the presence of large strains. *Continuum Mechanics and Thermodynamics*, 29(5):1163–1179.
- GOLD, P., SCHELENZ, R. et MÖDDER, R. (2009). Beanspruchungsgerechte lebensdauerdimensionierung von elastomerkupplungen mit dem werkstoff silikon. *KGK. Kautschuk, Gummi, Kunststoffe*, pages 515–521.
- GOLDSTEIN, J. I., NEWBURY, D. E., ECHLIN, P., JOY, D. C., LYMAN, C. E., LIFSHIN, E., SAWYER, L. et MICHAEL, J. R. (2003). *Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis*. Springer US, Boston, MA, third edition édition.
- GOUGH, J. (1805). A description of a property of caoutchouc, or indian rubber. *Memoirs of the Literary and Philosophical Society of Manchester*, Second Series 1:288–295.
- GRANDCOIN, J., BOUKAMEL, A. et LEJEUNES, S. (2014). A micro-mechanically based continuum damage model for fatigue life prediction of filled rubbers. *International Journal of Solids and Structures*, 51(6):1274–1286.
- GRIFFITH, A. A. (1921). The phenomena of rupture and flow in solids. *Philosophical Transactions of the Royal Society A : Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 221(582-593):163–198.
- HAINSWORTH, S. V. (2007). An environmental scanning electron microscopy investigation of fatigue crack initiation and propagation in elastomers. *Polymer Testing*, 26(1):60–70.
- HELLEN, T. K. (1975). On the method of virtual crack extensions. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, 9(1):187–207.
- HELLEN, T. K. (1989). Virtual crack extension methods for non-linear materials. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, 28(4):929–942.
- HOTELLING, H. (1933). Analysis of a complex of statistical variables into principal components. *Journal of Educational Psychology*, 24(6):417–441.
- HUANG, J., PASTOR, M.-L., GARNIER, C. et GONG, X. (2017). Rapid evaluation of fatigue limit on thermographic data analysis. *International Journal of Fatigue*, 104:293–301.
- HUNEAU, B., MASQUELIER, I., MARCO, Y., BRZOKIEWICZ, O. et CHARRIER, P. (2013). Fatigue damage in carbon black filled natural rubber investigated by x-ray microtomography and scanning electron microscopy. In *Proceedings of the 8th European Conference for Constitutive Models for Rubber, ECCMR 2013, San Sebastian, Spain, 25-28 June 2013*, pages 393–398. Taylor & Francis.

- HUNEAU, B., MASQUELIER, I., MARCO, Y., LE SAUX, V., NOIZET, S., SCHIEL, C. et CHARRIER, P. (2016). Fatigue crack initiation in a carbon black-filled natural rubber. *Rubber Chemistry and Technology*, 89(1):126–141.
- IFOCA (Septembre 2017). Formulation des caoutchoucs : Initiation.
- IRWIN, G. R. (1957). Analysis of stresses and strains near the end of a crack traversing a plate. *Journal of Applied Mechanics*, 24:361–364.
- ISMAIL, H., CHE MAT, N. S. et OTHMAN, N. (2017). Curing characteristics, tear, fatigue, and aging properties of bentonite-filled ethylene-propylene-diene (epdm) rubber composites. *Journal of Vinyl and Additive Technology*, 24(S1):E77–E84.
- ISO 27727 (2008). Rubber, vulcanized - measurement of fatigue crack growth rate. Standard, ISO/TC 45/SC 2.
- JÉGOU, L. (2012). *Caractérisation rapide des propriétés en fatigue d'un polymère renforcé par des fibres courtes, pour une application automobile*. Thèse de doctorat, Université de Bretagne Occidentale.
- JONES, E., IADICOLA, M., BIGGER, R., BLAYSAT, B., BOO, C., GREWER, M., HU, J., JONES, A., KLEIN, M., RAGHAVAN, K., REU, P., SCHMIDT, T., SIEBERT, T., SIMENSON, M., TURNER, D., VIEIRA, A. et WEIKERT, T. (2018). *A Good Practices Guide for Digital Image Correlation*. International Digital Image Correlation Society.
- JOULE, J. P. (1859). V. on some thermo-dynamic properties of solids. *Philosophical Transactions of the Royal Society of London*, 149:91–131.
- KAANG, S., JIN, Y. W., HUH, Y.-i., LEE, W.-J. et IM, W. B. (2006). A test method to measure fatigue crack growth rate of rubbery materials. *Polymer Testing*, 25(3):347–352.
- KALLUNGAL, J., CHAZEAU, L., CHENAL, J.-M., ADRIEN, J., MAIRE, E., BARRES, C., CANTALOUBE, B. et HEUILLET, P. (2019). Methodology for 3d characterization of microstructural defects in filled polymer using x-ray tomography. In *Proceedings of the 11th European Conference for Constitutive Models for Rubber, ECCMR 2019, Nantes, France, 25-27 June 2019*, pages 77–81. Taylor & Francis.
- KERSCHEN, G., GOLINVAL, J.-c., VAKAKIS, A. F. et BERGMAN, L. A. (2005). The method of proper orthogonal decomposition for dynamical characterization and order reduction of mechanical systems : An overview. *Nonlinear Dynamics*, 41(1-3):147–169.
- KINGSTON, J. et MUHR, A. (2012). Determination of effective flaw size for fatigue life prediction. In *Proceedings of the 7th European Conference for Constitutive Models for Rubber, ECCMR 2011, Dublin, Ireland, 20-23 September 2011*, pages 337–342. Taylor & Francis.
- KITAGAWA, H. et TAKAHASHI, S. (1976). Applicability of fracture mechanics to very small cracks or the cracks in the early stage. *Proc. of 2nd ICM, Cleveland, 1976*, pages 627–631.
- KRAPEZ, J.-C. (1999). Application of lockin thermography to rapid evaluation of fatigue limit in metals. In *Proceedings of the 5th International Workshop on Advanced Infrared Technology and Applications, Venice, Italy, 28-30 September 1999*, pages 379–385.
- LA ROSA, G. et RISITANO, A. (2000). Thermographic methodology for rapid determination of the fatigue limit of materials and mechanical components. *International Journal of Fatigue*, 22:65–73.

- LAKE, G. J. (1995). Fatigue and fracture of elastomers. *Rubber Chemistry and Technology*, 68(3):435–460.
- LAKE, G. J. et LINDLEY, P. B. (1965). The mechanical fatigue limit for rubber. *Journal of Applied Polymer Science*, 9:1233–1251.
- LE, V.-D., PESSARD, E., MOREL, F. et EDY, F. (2019). Interpretation of the fatigue anisotropy of additively manufactured ta6v alloys via a fracture mechanics approach. *Engineering Fracture Mechanics*, 214:410–426.
- LE CAM, J.-B., HUNEAU, B. et VERRON, E. (2013). Fatigue damage in carbon black filled natural rubber under uni- and multiaxial loading conditions. *International Journal of Fatigue*, 52:82–94.
- LE GORJU JAGO, K. (2012). X-ray computed microtomography of rubber. *Rubber Chemistry and Technology*, 85(3):387–407.
- LE GORJU JAGO, K. et BATHIAS, C. (2002). Fatigue initiation and propagation in natural and synthetic rubbers. *International Journal of Fatigue*, 24(2-4):85–92.
- LE SAUX, V. (2010). *Fatigue et vieillissement des élastomères en environnements marin et thermique : de la caractérisation accélérée au calcul de structure*. Thèse de doctorat, Université de Bretagne Occidentale.
- LE SAUX, V. et DOUDARD, C. (2017). Proposition of a compensated pixelwise calibration for photonic infrared cameras and comparison to classic calibration procedures : Case of thermoelastic stress analysis. *Infrared Physics & Technology*, 80:83–92.
- LE SAUX, V., MARCO, Y., CALLOCH, S., CHARRIER, P. et TAVEAU, D. (2013). Heat build-up of rubber under cycling loadings : validation of an efficient demarch to predict the temperature fields. *Rubber Chemistry and Technology*, 86:38–56.
- LE SAUX, V., MARCO, Y., CALLOCH, S., DOUDARD, C. et CHARRIER, P. (2010). Fast evaluation of the fatigue lifetime of rubber-like materials based on a heat build-up protocol and micro-tomography measurements. *International Journal of Fatigue*, 32(10):1582–1590.
- LEMAITRE, J. et CHABOCHE, J.-L. (1996). *Mécanique des matériaux solides*. Dunod, [Paris], 2e éd. [réimpr.] édition.
- LEVEUF, L., MARCO, Y., LE SAUX, V., NAVRÁTIL, L., LECLERCQ, S. et OLHAGARAY, J. (2018). Fast screening of the fatigue properties of thermoplastics reinforced with short carbon fibers based on thermal measurements. *Polymer Testing*, 68:19–26.
- LI, Q., ZHAO, J.-c. et ZHAO, B. (2009). Fatigue life prediction of a rubber mount based on test of material properties and finite element analysis. *Engineering Failure Analysis*, 16(7):2304–2310.
- LORENSEN, W. E. et CLINE, H. E. (1987). Marching cubes : A high resolution 3d surface construction algorithm. In *Proceedings of the 14th annual conference on Computer graphics and interactive techniques - SIGGRAPH '87*, volume 21, pages 163–169. ACM Press.
- LUO, R. K., MORTEL, W. J. et WU, X. P. (2009). Fatigue failure investigation on anti-vibration springs. *Engineering Failure Analysis*, 16(5):1366–1378.
- LUONG, M. P. (1992). Infrared thermography of fatigue in metals. In *Thermosense XIV : An Intl Conf on Thermal Sensing and Imaging Diagnostic Applications*, volume 1682, pages 222–233.

- MA, Y., WU, Y.-P., WANG, Y.-Q. et ZHANG, L.-Q. (2006). Structure and properties of organoclay/epdm nanocomposites : Influence of ethylene contents. *Journal of Applied Polymer Science*, 99(3):914–919.
- MAIRE, E. et WITHERS, P. J. (2013). Quantitative x-ray tomography. *International Materials Reviews*, 59(1):1–43.
- MAJESTÉ, J.-C. (2017). Renforcement des élastomères. *Techniques de l'ingénieur*.
- MARCKMANN, G., VERRON, E., GORNET, L., CHAGNON, G., CHARRIER, P. et FORT, P. (2002). A theory of network alteration for the mullins effect. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 50(9):2011–2028.
- MARCO, Y., MASQUELIER, I., LE SAUX, V. et CHARRIER, P. (2017). Fast prediction of the wöhler curve from thermal measurements for a wide range of nr and sbr compounds. *Rubber Chemistry and Technology*, 90(3):487–507.
- MARS, W. (2001). *Multiaxial fatigue of rubber*. Thèse de doctorat, University of Toledo.
- MARS, W. V. et FATEMI, A. (2002). Factors that affect the fatigue life of rubber : A literature survey. *Rubber Chemistry and Technology*.
- MARS, W. V. et FATEMI, A. (2003). Fatigue crack nucleation and growth in filled natural rubber. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 26(9):779–789.
- MARS, W. V. et FATEMI, A. (2005). Multiaxial fatigue of rubber : Part ii : experimental observations and life predictions. *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures*, 28(6):523–538.
- MASQUELIER, I. (2014). *Influence de la formulation sur les propriétés en fatigue d'élastomères industriels*. Thèse de doctorat, Université de Bretagne Occidentale.
- MASQUELIER, I., MARCO, Y., LE SAUX, V., CALLOCH, S. et CHARRIER, P. (2015). Determination of dissipated energy fields from temperature mappings on a rubber-like structural sample : Experiments and comparison to numerical simulations. *Mechanics of Materials*, 80:113–123.
- MESHAKA, Y. (2002). *Couplage thermomécanique et approche non entière de l'irréversibilité en viscoélasticité*. Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Lorraine.
- MIEHE, C. (1995). Entropic thermoelasticity at finite strains. aspects of the formulation and numerical implementation. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 120(3-4):243–269.
- MILLER, K. J. (1987a). The behaviour of short fatigue cracks and their initiation part i-a review of two recent books. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials and Structures*, 10(1):75–91.
- MILLER, K. J. (1987b). The behaviour of short fatigue cracks and their initiation part ii-a general summary. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials and Structures*, 10(2):93–113.
- MOONEY, M. (1940). A theory of large elastic deformation. *Journal of Applied Physics*, 11(9):582–592.
- MORROW, J. (1965). Cyclic plastic strain energy and fatigue of metals. In LAZAN, B. J., éditeur : *Internal Friction, Damping, and Cyclic Plasticity*, pages 45–45–43. ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959.



- MULLINS, L. (1947). Effect of stretching on the properties of rubber. *Journal of Rubber Research*, 16:275–289.
- MULLINS, L. (1969). Softening of rubber by deformation. *Rubber Chemistry and Technology*, 42(1):339–362.
- MURAKAMI, Y. (2002). *Metal fatigue : Effects of small defects and nonmetallic inclusions*. Elsevier, Amsterdam, reprint édition.
- MURAKAMI, Y. et ENDO, M. (1983). Quantitative evaluation of fatigue strength of metals containing various small defects or cracks. *Engineering Fracture Mechanics*, 17(1):1–15.
- MURAKAMI, Y. et ENDO, T. (1980). Effects of small defects on fatigue strength of metals. *International Journal of Fatigue*, 2(1):23–30.
- MURPHY, N., HANLEY, J. et JERRAMS, S. (2009). The effect of pre-stressing on the equi-biaxial fatigue life of epdm. In *Proceedings of the 6th European Conference for Constitutive Models for Rubber, ECCMR 2010, Dresden, Germany, 7-10 September 2010*, pages 269–273. Taylor & Francis.
- MURPHY, N., HANLEY, J., JERRAMS, S., MCCARTIN, J., LANIGAN, B., MCLOUGHLIN S.D., CLAUSS, G. et JOHANNKNECHT, R. (2005). Determining multiaxial fatigue in elastomers using bubble inflation. In *Proceedings of the 4th European Conference for Constitutive Models for Rubber, ECCMR 2005, Stockholm, Sweden, 27-29 June 2005*, pages 65–70. Taylor & Francis.
- NARYNBEK ULU, K., HUNEAU, B., VERRON, E., BÉRANGER, A.-S. et HEUILLET, P. (2017). True stress controlled fatigue life experiments for elastomers. *International Journal of Fatigue*, 104:171–182.
- NEUHAUS, C., LION, A., JOHLITZ, M., HEULER, P., BARKHOFF, M. et DUSEN, F. (2017). Fatigue behaviour of an elastomer under consideration of ageing effects. *International Journal of Fatigue*, 104:72–80.
- NIČ, M., JIRÁT, J., KOŠATA, B., JENKINS, A. et MCNAUGHT, A., éditeurs (2009). *IUPAC Compendium of Chemical Terminology*. IUPAC, Research Triangle Park, NC.
- NISITANI, H. et KAWANO, K. (1972). Correlation between the fatigue limit of a material with defects and its non-propagating crackd : Some considerations based on the bending or torsional fatigue of a specimen with a diametrical hole. *Bulletin of JSME*, 15(82):433–438.
- OSHIMA, H., AONO, Y., NOGUCHI, H. et SHIBATA, S. (2007). Fatigue characteristics of vulcanized natural rubber for automotive engine mounting (characteristics of composition and mechanical properties). *Memoirs of the Faculty of Engineering, Kyushu University*, 67(2):75–83.
- OSTOJA-KUCZYNSKI, E. (2005). *Comportement en fatigue des élastomères : application aux structures antivibratoires pour l'automobile*. Thèse de doctorat, Ecole Centrale de Nantes (ECN).
- OSTOJA KUCZYNSKI, E., CHARRIER, P., VERRON, E., GORNET, L. et MARCKMANN, G. (2005). Influence of mean stress and mean strain on fatigue life of carbon black filled natural rubber. In *Proceedings of the 4th European Conference for Constitutive Models for Rubber, ECCMR 2005, Stockholm, Sweden, 27-29 June 2005*, pages 27–29. Taylor & Francis.

- OSTOJA-KUCZYNSKI, E., CHARRIER, P., VERRON, E., MARCKMANN, G., GORNET, L. et CHAGNON, G. (2003). Crack initiation in filled natural rubber : experimental database and macroscopic observations. *In Proceedings of the 3rd European Conference for Constitutive Models for Rubber, ECCMR 2003, London, UK, 15-17 September 2003*, pages 41–47. Taylor & Francis.
- PAN, B., QIAN, K., XIE, H. et ASUNDI, A. (2009). Two-dimensional digital image correlation for in-plane displacement and strain measurement : A review. *Measurement Science and Technology*, 20(6):062001.
- PAPINI, F. et GALLET, P. (1994). *Thermographie infrarouge : Image et mesure*. Mesures physiques. Masson, Paris and Milan and Barcelone.
- PARIS, P. et ERDOGAN, F. (1963). A critical analysis of crack propagation laws. *Journal of Basic Engineering*, 85(4):528.
- PAYNE, A. R. (1962). The dynamic properties of carbon black loaded natural rubber vulcanizates. part ii. *Journal of Applied Polymer Science*, 6(21):368–372.
- PEARSON, K. (1901). Liii. on lines and planes of closest fit to systems of points in space. *The London, Edinburgh, and Dublin Philosophical Magazine and Journal of Science*, 2(11):559–572.
- PEARSON, S. (1975). Initiation of fatigue cracks in commercial aluminium alloys and the subsequent propagation of very short cracks. *Engineering Fracture Mechanics*, 7(2):235–247.
- POISSON, J.-L. (2012). *Détermination d'un critère de fatigue multiaxial appliqué à un élastomère synthétique*. Thèse de doctorat, Université François Rabelais.
- POISSON, J.-L., LACROIX, F., MEO, S., BERTON, G. et RANGANATHAN, N. (2011). Biaxial fatigue behavior of a polychloroprene rubber. *International Journal of Fatigue*, 33(8):1151–1157.
- PONCELET (1839). *Introduction à la mécanique industrielle, physique ou expérimentale*. Mme. Thiel, etc, Metz.
- RANC, N., PALIN-LUC, T., PARIS, P. C. et SAINTIER, N. (2014). About the effect of plastic dissipation in heat at the crack tip on the stress intensity factor under cyclic loading. *International Journal of Fatigue*, 58:56–65.
- RITCHIE, R. O. (1979). Near-threshold fatigue-crack propagation in steels. *International Metals Reviews*, 24(1):205–230.
- RIVLIN, R. S. et THOMAS, A. G. (1953). Rupture of rubber. i. characteristic energy for tearing. *Journal of Polymer Science*, 10(3):291–318.
- ROBERTS, B. et BENZIES, J. (1977). The relationship between uniaxial and equibiaxial fatigue in gum and carbon black filled vulcanizates. *RubberCon*.
- ROBIN, S. et ALSHUTH, T. (2013). Lifetime prediction - a unification of the fracture mechanics and the wöhler concept. *In Proceedings of the 8th European Conference for Constitutive Models for Rubber, ECCMR 2013, San Sebastian, Spain, 25-28 June 2013*, pages 405–407. Taylor & Francis.
- ROBISSON, A. (2000). *Comportement visco-hyperélastique endommageable d'élastomères SBR et PU : prévision de la durée de vie en fatigue*. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.

- ROUCOU, D., DIANI, J., BRIEU, M. et MBIAKOP-NGASSA, A. (2019). Critical strain energy release rate for rubbers : Single edge notch tension versus pure shear tests. *International Journal of Fracture*, 55(6):919.
- ROUCOU, D., DIANI, J., BRIEU, M., WITZ, J.-F. et MBIAKOP-NGASSA, A. (2017). Experimental investigation of elastomer mode I fracture : An attempt to estimate the critical strain energy release rate using sent tests. *International Journal of Fracture*, 10(7):50.
- ROYO, J. (1992). Fatigue testing of rubber materials and articles. *Polymer Testing*, 11(5):325–344.
- RUBLON, P. (2013). *Etude expérimentale multi-échelle de la propagation de fissure de fatigue dans le caoutchouc naturel*. Thèse de doctorat, Ecole Centrale de Nantes.
- RUELLAN, B., LE CAM, J.-B., JEANNEAU, I., CANÉVET, F., MORTIER, F. et ROBIN, E. (2019). Fatigue of natural rubber under different temperatures. *International Journal of Fatigue*, 124:544–557.
- SAINTIER, N. (2001). *Fatigue multiaxiale dans un élastomère de type NR chargé : mécanismes d'endommagement et critère local d'amorçage de fissure*. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- SAINTIER, N., CAILLETAUD, G. et PIQUES, R. (2006a). Crack initiation and propagation under multiaxial fatigue in a natural rubber. *International Journal of Fatigue*, 28(1):61–72.
- SAINTIER, N., CAILLETAUD, G. et PIQUES, R. (2006b). Multiaxial fatigue life prediction for a natural rubber. *International Journal of Fatigue*, 28(5-6):530–539.
- SERRANO, L. (2015). *Caractérisation thermomécanique du comportement en fatigue des thermoplastiques renforcés de fibres de verre courtes*. Thèse de doctorat, Université de Bretagne Occidentale.
- SHANGGUAN, W.-B., ZHENG, G.-f., LIU, T.-K., DUAN, X.-C. et RAKHEJA, S. (2015). Prediction of fatigue life of rubber mounts using stress-based damage indexes. In *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part L : Journal of Materials : Design and Applications*, pages 657–673. SAGE.
- STEINWEGER, T., WELTIN, U. et FLAMM, M. (2005). Four tests to characterize a haigh-diagram for damage calculations. In *Proceedings of the 4th European Conference for Constitutive Models for Rubber, ECCMR 2005, Stockholm, Sweden, 27-29 June 2005*, pages 9–14. Taylor & Francis.
- STROMEYER, C. E. (1914). The determination of fatigue limits under alternating stress conditions. In *Proceedings of the Royal Society A : Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, volume 90, pages 411–425.
- SURESH, S. (1991). *Fatigue of materials*. Cambridge solid state science series. Cambridge Univ. Press, Cambridge, 2. reprint édition.
- SURESH, S. et RITCHIE, R. O. (1984). Propagation of short fatigue cracks. *International Metals Reviews*, 29(1):445–475.
- SUTTON, M. A., ORTEU, J.-J. et SCHREIER, H. W. (2009). *Image Correlation for Shape, Motion and Deformation Measurements : Basic Concepts, Theory and Applications*. Springer US.
- THOMAS, A. G. (1958). Rupture of rubber. v. cut growth in natural rubber vulcanizates. *Journal of Polymer Science*, 31:467–480.

- THOMSON, W. (1878). On the thermoelastic, thermomagnetic, and pyroelectric properties of matter. *The London, Edinburgh, and Dublin Philosophical Magazine and Journal of Science*, 5(28):4–27.
- TRELOAR, L. R. G., éditeur (1975). *The physics of rubber elasticity*. Clarendon Press, Oxford, 3rd ed. édition.
- VAN, K. D., CAILLETAUD, G., FLAVENOT, J., LE DOUARON, A. et LIEURADE, H. (1986). Criterion for high-cycle fatigue failure under multiaxial loading. *In ICBMFF2*.
- VERRON, E. (2018). Modèles hyperélastiques pour le comportement mécanique des élastomères. *Techniques de l'ingénieur*.
- VINCENT, M., NADOT, Y., NADOT-MARTIN, C. et DRAGON, A. (2016). Interaction between a surface defect and grain size under high cycle fatigue loading : Experimental approach for armco iron. *International Journal of Fatigue*, 87:81–90.
- WEIBULL, W. (1939). A statistical theory of the strength of material (transl.). *Ingvetensk. Akad. Handl*, 151:5–45.
- WESTPHAL, O. (2014). *Analyse thermomécanique de l'endommagement en fatigue de stratifiés carbone/époxy : détermination de la limite d'endurance à partir d'essais d'auto-échauffement*. Thèse de doctorat, Ecole Centrale de Nantes.
- WÖHLER, A. (1860). Versuche über die festigkeit der eisenbahnwagenachsen. *Zeitschrift für Bauwesen*, 10:160–161.
- WOO, C.-S., KIM, W.-D., LEE, S.-H., CHOI, B.-I. et PARK, H.-S. (2009). Fatigue life prediction of vulcanized natural rubber subjected to heat-aging. *Procedia Engineering*, 1(1):9–12.
- XIE, J. (1995). *Etude de la fatigue et de la rupture des assemblages collés composite-élastomère*. Thèse de doctorat, Ecole Centrale de Paris.
- YEOH, O. H. (2001). Analysis of deformation and fracture of ‘pure shear’ rubber testpiece. *Plastics, Rubber and Composites*, 30(8):389–397.
- YOUNG, D. G. (1985). Dynamic property and fatigue crack propagation research on tire sidewall and model compounds. *Rubber Chemistry and Technology*, 58(4):785–805.
- ZHOU, Y., JERRAMS, S. et CHEN, L. (2013). Multi-axial fatigue in magnetorheological elastomers using bubble inflation. *Materials & Design*, 50:68–71.





---

**Titre :** Prise en compte des défauts dans l'analyse du comportement en fatigue d'élastomères EPDM

**Mots clés :** durée de vie, propagation, endommagement, inclusions, bavures

**Résumé :** Cette thèse de doctorat s'intéresse au comportement en fatigue d'élastomères EPDM utilisés dans l'antivibratoire automobile. Elle a pour but d'identifier les défauts critiques vis-à-vis de la résistance en fatigue, de comprendre les mécanismes d'amorçages et de propagation autour de ces derniers, de quantifier leur criticité et enfin de comprendre l'origine de la grande dispersion des durées de vie en fatigue généralement constatée sur ces matériaux. Pour répondre à ces objectifs, la thèse se divise en quatre parties. En premier lieu, le contexte bibliographique et les outils expérimentaux sont présentés. Ensuite, il est proposé de caractériser les propriétés en fatigue des EPDM de l'étude. Les approches en durées de vie et en propagation sont alors employées. De plus, une procédure de caractérisation rapide des durées de vie en fatigue utilisant l'auto-échauffement est développée.

Puis, l'endommagement en fatigue à l'échelle microscopique est analysé. Un scénario d'endommagement en fatigue de l'EPDM est alors proposé. De plus, une procédure originale utilisant des défauts calibrés est développée dans le but de quantifier l'influence de la taille des défauts. L'analyse des vitesses de propagation des petites fissures permet par la suite de mettre en évidence un régime de « fissures courtes » pour les EPDM étudiés. Finalement, les durées de vie en fatigue sont reliées aux caractéristiques géométriques et microstructurales des défauts. Une relation claire apparaît alors entre la taille des défauts, la déformation locale et la durée de vie en fatigue, quel que soit le type de défaut considéré (bavure ou inclusion). La dispersion des résultats en fatigue peut donc s'expliquer par les variations naturelles de microstructure entre les éprouvettes.

---

**Title :** Considering defects on the fatigue behavior analysis of EPDM elastomers

**Keywords :** lifetime, propagation, damage, inclusions, parting line

**Abstract :** The present PhD thesis focuses on the fatigue behavior of EPDM elastomers used in antivibration automotive applications. The objectives are to identify the critical defects with regard to fatigue resistance, to understand the crack initiation and propagation mechanisms around them, to quantify their criticality and finally to understand the origin of the large fatigue lifetime scatter usually observed on these materials. To meet these objectives, the thesis is divided into four parts. First, the bibliographic context and experimental tools are presented. Next, it is proposed to characterize the fatigue properties of the studied elastomers. The two classical approaches of fatigue are then used: lifetime and propagation. Moreover, a procedure for rapid fatigue life characterization using self-heating measurements is developed.

Then, fatigue damage at the microscopic scale is analyzed. A fatigue damage scenario for EPDM is then proposed. Furthermore, an original procedure using calibrated defects is developed in order to quantify the influence of defect size. The crack growth rate analysis of small cracks then reveals a "short crack" regime for the studied EPDM. Finally, fatigue lifetimes are linked with the geometric and microstructural features of the critical defects. A clear relationship then appears between the size of the defects, the local strain and the fatigue life, regardless of the type of defect considered (parting line or inclusions). The scatter in fatigue life results can therefore be explained by the natural variations of microstructure between the specimens.