Analyse énergétique du comportement thermomécanique du PA6.6 renforcé de fibres de verre

Adil Benaarbia

▶ **To cite this version:**

Adil Benaarbia. Analyse énergétique du comportement thermomécanique du PA6.6 renforcé de fibres de verre. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université Montpellier 2, 2014. Français. NNT : . tel-01089698

HAL Id: tel-01089698
https://hal.science/tel-01089698

Submitted on 2 Dec 2014

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

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

Université Montpellier 2
— Sciences et Techniques du Languedoc —

Discipline :	Mécanique et Génie Civil
Formation doctorale :	Mécanique des matériaux et des milieux complexes, des structures et des systèmes
École Doctorale :	Information, Structures et Systèmes

THÈSE

pour obtenir le grade de
Docteur de l'Université Montpellier 2

présentée et soutenue publiquement par :

Adil BENAARBIA

Analyse énergétique du comportement thermomécanique du PA6.6 renforcé de fibres de verre

Soutenue le 30 Octobre 2014 devant le jury composé de :

François Sidoroff	Professeur émérite	Ecole centrale, Lyon	Président
Ahmed Benallal	Directeur de recherche CNRS	ENS Cachan	Rapporteur
Sylvie Castagnet	Directeur de recherche CNRS	ENSMA, Poitiers	Rapporteur
Noëlle Billon	Professeur	Mines ParisTech	Examinatrice
Hervé Louche	Professeur	UM2, Montpellier	Examinateur
Fodil Meraghni	Professeur	ENSAM, Metz	Examinateur
Gilles Robert	Principal Scientist	Solvay, St Fons	Examinateur
André Chrysochoos	Professeur	UM2, Montpellier	Directeur de thèse

A la mémoire de ma chère mère.
Je ne saurais exprimer mon grand chagrin en ton absence.
J'aurais aimé que tu sois à mes cotés ce jour.
Que ce travail soit une prière pour le repos de ton âme.

Remerciements

Le travail présenté dans ce mémoire a été réalisé au sein de l'équipe Thermomécanique des Matériaux du Laboratoire de Mécanique et Génie Civil (LMGC-UMR 5508 CNRS) à l'université de Montpellier 2.

Mes premiers remerciements vont à André Chrysochoos pour avoir dirigé ce travail de thèse, aussi pour ses conseils scientifiques judicieux, son humour légendaire ainsi que son suivi patient de mes travaux du début jusqu'à la fin. André a su me consacrer beaucoup de temps malgré un emploi du temps chargé, et ceci particulièrement pendant la période de rédaction de ce mémoire. Il est pour moi le bon directeur qui a su m'imprégner la thermodynamique des matériaux, et le vrai professeur reconnu par ses idées claires, pertinentes et encourageantes qui ont fait de moi un jeune chercheur ambitieux.

Je tiens aussi à remercier François Sidoroff, qui m'a fait l'honneur de présider mon jury, ainsi qu'à Sylvie Castagnet et Ahmed Benallal qui ont accepté la pénible tâche de rapporteurs. Mes plus sincères remerciements vont également à Noëlle Billon, Fodil Meraghni et hervé Louche pour avoir accepté d'être membres de mon jury et d'examiner mon travail.

Merci ensuite à Bertrand Wattrisse pour m'avoir accueilli au sein de son équipe et pour m'avoir initié à Trait_Cine_NRJ. Un grand merci à Laurent Sabatier avec lequel j'ai beaucoup appris concernant les techniques expérimentales.

Mes remerciements vont également au groupe Rhodia (devenu Solvay), ainsi qu'à l'ANRT, pour le financement de ce projet CIFRE. Un grand merci à Gilles Robert, correspondant à St Fons, pour sa disponibilité et pour toute l'aide apportée.

J'adresse aussi ces remerciements aux équipes pédagogiques de Polytech'M. Du point de vue de l'enseignement, il me faut remercier Franck Jourdan, Loic Daridon, Yann Monerie, Bruno Koobus, J.-Michel Muracciole, Aurélie Niel, Franck Nicoud, Philippe Papet, pour la confiance et le soutien qu'ils m'ont accordé.

De façon plus large, je tiens à remercier tous mes collègues du LMGC qui, à travers des discussions autour d'un café ou ailleurs, ont fait de cette expérience scientifique une expérience humaine : merci en particulier à Chantal R., Reine C., Omar A., Thibault W., Cyril B., Fabien S., Gilles F., Fred D., Moulay Said E.-Y, Delphine J., Gilles C., Nawfal B., Adrien

B., Sri, Kajetan w., Cécile B., Tarik M., Benjamin B., Lhassan A., Elham K., Li L., Laurie P., Ricardo F., Patrick M., Boleslaw M., Antoine B., Wen S., Domoina R., Rodica C., Mahmoud F., Sarah A., Fatima K., David. Que ma famille et tous mes amis soient assurés aussi de mon immense gratitude et de ma sincère reconnaissance pour leur soutien permanent.

Je tiens finalement à remercier mes amis du Laboratoire voisin LIRMM avec qui j'ai passé des bons moments inoubliables : merci en particulier à Abdelrazzak et Amine pour leurs encouragements.

Que les éventuels oubliés me pardonnent.

Table des matières

Remerciements iii

Introduction générale xix

1 Quelques éléments bibliographiques 1
1.1 Présentation des matériaux d'étude . . . 2
1.1.1 Description structurale des polymères semicristallins . . . 3
1.1.1.1 Classification des polymères . . . 3
1.1.1.2 Nature chimique du polyamide 6.6 . . . 3
1.1.1.2.1 Historique sur la fibre de nylon . . . 3
1.1.1.2.2 Chimie du polyamide 6.6 . . . 4
1.1.1.3 Cristallisation à partir du fondu des polymères semicristallins 4
1.1.1.3.1 État amorphe . . . 4
1.1.1.3.2 État semi-cristallin . . . 5
1.1.1.4 Transitions de phase d'un polymère . . . 6
1.1.1.5 Analyse mécanique dynamique (DMA) . . . 7
1.1.1.6 Influence de la teneur en eau sur la transition vitreuse . . . 8
1.1.1.7 Principe d'équivalence temps-température . . . 9
1.1.2 Renforcement des polymères par des fibres de verre . . . 11
1.1.2.1 Type des renforts . . . 11
1.1.2.2 Mise en oeuvre des thermoplastiques renforcés par des fibres de verre courtes . . . 11
1.1.2.2.1 Fabrication des compounds à fibres courtes . . . 12
1.1.2.2.2 Mise en oeuvre des granulés thermoplastiques à fibres courtes 12
1.1.2.2.3 Mise en oeuvre des matériaux d'étude . . . 14
1.1.2.3 Taux de fibres . . . 15
1.1.2.4 Interface fibres-matrice . . . 16
1.1.2.4.1 Adhésion de la fibre à la matrice . . . 16
1.1.2.4.2 Mécanismes d'endommagement et rupture dans les PA6.6 RFVC . . . 18

1.1.2.4.3 Influence de la température et de la teneur en eau sur le comportement à l'interface . . . 20
1.2 Généralités sur les bilans énergétiques . . . 22
1.2.1 Introduction . . . 22
1.2.2 Historique sur les bilans énergétiques . . . 23
1.2.3 Utilisation de la calorimétrie pour l'estimation des sources de chaleur 23
1.3 Conclusion sur le chapitre . . . 25

2 Cadre théorique d'analyse des expériences 27
2.1 Formalisme thermomécanique utilisé . . . 28
2.1.1 Lois de conservation . . . 29
2.1.2 Second principe de la thermodynamique . . . 30
2.1.3 Variables d'état et potentiel thermodynamique . . . 31
2.1.3.1 Variables d'état . . . 31
2.1.3.2 Potentiel thermodynamique et lois d'état . . . 32
2.1.4 Pseudo-potentiel de dissipation et lois complémentaires . . . 32
2.1.5 Équation locale de diffusion de la chaleur . . . 33
2.2 Puissances et énergies mises en jeu lors de la déformation . . . 35
2.2.1 Estimation du taux d'énergie bloquée . . . 35
2.2.2 Analyse énergétique de l'aire d'hystérésis mécanique . . . 36
2.2.3 Couplages thermomécaniques . . . 38
2.2.3.1 Thermoélasticité - thermodilatabilité . . . 38
2.2.3.1.1 Brève analyse bibliographique . . . 38
2.2.3.1.2 Brefs rappels sur les équations de la thermoélasticité linéarisée 39
2.2.3.2 Elasticité caoutchoutique d'origine entropique . . . 41
2.2.3.2.1 Théorie statistique et moléculaire . . . 41
2.3 Conclusion sur le chapitre . . . 45

3 Mesures combinées de champs thermiques et cinématiques appliquées aux polymères thermoplastiques semi-cristallins 47
3.1 Thermographie infrarouge . . . 48
3.1.1 Notions fondamentales sur le rayonnement thermique . . . 48
3.1.1.1 Généralités sur la thermographie infrarouge . . . 48
3.1.1.2 Rayonnement thermique . . . 49
3.1.1.3 Échanges thermiques par rayonnement et bilan énergétique . 50
3.1.1.4 Corps noir . . . 51
3.1.1.5 Corps réel et facteur d'émissivité . . . 51
3.1.2 Procédures et précautions métrologiques en TIR . . . 53
3.1.2.1 Caméra Titanium . . . 53
3.1.2.2 Principe d'acquisition de champs de température . . . 54
3.1.2.3 Rayonnement réellement mesuré . . . 54
3.1.2.4 Paramètres influençant la mesure de température . . . 55
3.1.2.5 Étalonnage de la caméra infrarouge . . . 56
3.1.2.5.1 Étalonnage constructeur . . . 56
3.1.2.5.2 Étalonnage pixel par pixel . . . 57
3.1.2.5.3 Dérive de la caméra . . . 59

3.2 Corrélation d'images en lumière blanche . . . 60
3.2.1 Introduction . . . 60
3.2.2 Mesure de déplacement plan par corrélation d'images numériques . . . 62
3.2.3 Dispositif d'acquisition cinématique . . . 63
3.3 Dispositif expérimental . . . 64
3.3.1 Dispositif d'acquisition . . . 64
3.3.2 Recalage en temps et en espace . . . 65
3.3.2.1 Recalage en temps . . . 65
3.3.2.2 Recalage en espace . . . 65
3.4 Bilan sur le chapitre . . . 67

4 Traitement des données expérimentales et estimations des énergies volumiques mises en jeu lors des essais cycliques 69
4.1 Mesures cinématiques et estimation du taux d'énergie de déformation . . . 70
4.1.1 Brefs rappels de cinématique en transformations finies . . . 70
4.1.1.1 Tenseur gradient de transformation . . . 71
4.1.1.2 Déformation et vitesse de déformation . . . 72
4.1.1.2.1 Mesure de déformation . . . 72
4.1.1.2.2 Mesure de vitesse de déformation . . . 73
4.1.2 Utilisation de la corrélation d'images numériques . . . 73
4.1.2.1 Traitement des images cinématiques . . . 73
4.1.2.2 Exemple de mesure de champs 2D de déplacement . . . 75
4.1.2.3 Champs de déformation et vitesse de déformation associés . . . 77
4.1.3 Estimation du taux d'énergie de déformation . . . 78
4.1.3.1 Estimation des champs de contraintes . . . 78
4.1.3.2 Exemple de champs 2D de contrainte . . . 80
4.1.3.3 Estimation du taux d'énergie de déformation . . . 82
4.1.3.3.1 Analyse mésoscopique des taux d'énergie de déformation . . . 82
4.1.3.3.2 Analyse macroscopique des taux d'énergie de déformation . . . 84
4.1.3.3.3 Comparaison des approches méso et macro . . . 85
4.2 Modèles simplifiés de diffusion de la chaleur . . . 86
4.2.1 Diffusion «2D» . . . 87
4.2.1.1 Méthode de lissage et calcul des sources . . . 88
4.2.1.2 Illustration de la technique de traitement d'images IR . . . 89
4.2.2 Diffusion «1D» . . . 90
4.2.3 Diffusion «0D» . . . 92
4.3 Mesures combinées et bilan de puissances . . . 93
4.3.1 Analyse locale . . . 93
4.3.2 Analyse globale . . . 96
4.4 Conclusion sur le chapitre . . . 98

5 Résultats Expérimentaux 101
5.1 Analyse globale du comportement thermomécanique de la matrice polyamide 6.6 et du composite . . . 103
5.1.1 Matrice polyamide 6.6 . . . 103
5.1.1.1 Réponses mécaniques . . . 104

5.1.1.1.1 Essais de traction monotone . . . 104
5.1.1.1.2 Essais cycliques de traction-traction . . . 105
5.1.1.2 Réponses thermiques . . . 108
5.1.1.2.1 Observations thermiques . . . 108
5.1.1.2.2 Discussions relatives aux réponses thermiques . . . 110
5.1.1.3 Quelques commentaires sur l'inversion thermoélastique . . . 110
5.1.1.4 Réponses énergétiques . . . 113
5.1.1.4.1 Taux d'énergie de déformation et puissance moyenne dissipée 113
5.1.1.4.2 Bilans de puissance globaux . . . 113
5.1.2 Composites renforcés de fibres de verre . . . 119
5.1.2.1 Matériaux d'étude . . . 119
5.1.2.2 Réponses mécaniques . . . 120
5.1.2.2.1 Aire des boucles d'hystérésis . . . 120
5.1.2.2.2 Déformation moyenne . . . 122
5.1.2.2.3 Pente moyenne . . . 122
5.1.2.3 Réponses thermiques cycliques . . . 123
5.1.2.4 Réponses énergétiques . . . 124
5.1.3 Synthèse sur les résultats globaux . . . 127
5.2 Approche locale : caractère hétérogène des essais . . . 128
5.2.1 Matrice de polyamide 6.6 . . . 128
5.2.2 Composites renforcés de fibres de verre . . . 132
5.2.2.1 Mode de rupture . . . 132
5.2.2.2 Analyse cinématique . . . 132
5.2.2.3 Analyse calorimétrique . . . 138
5.2.3 Synthèse sur les résultats locaux . . . 142

Conclusion & Perspectives **145**

AnnexeA **151**

AnnexeB **155**

Bibliographie **158**

Table des figures

1.1 *Représentation de la structure chimique indiquant la conformation théorique possible des chaînes du polyamide 6.6 avec des liaisons hydrogènes (cas d'un cristal).* . . . 4

1.2 *Représentation schématique d'une structure pelote statistique.* 5

1.3 *Description schématique d'un sphérolite montrant la disposition radiale de ses lamelles cristallines et localisation des chaînes repliées et phases amorphes.* 6

1.4 *Évolution typique du module d'élasticité en fonction de la température. Les différents domaines d'états et la zone de transition vitreuse. Cette différence de propriétés élastiques dans les états vitreux et caoutchoutique peut facilement être mise en évidence à l'aide d'un test DMA.* 7

1.5 *Évolutions typiques du module élastique $\mathbb{E}'$ normalisé (stockage) en fonction de la température T* (Figure *1.5 (a)) et en fonction du module de perte $\mathbb{E}''$ normalisé (diagramme Cole-Cole,* Figure *1.5 (b)) [Arif, 2014]* 8

1.6 *Influence de l'humidité relative sur la température de transition vitreuse T_g dans le cas d'un polyamide 6.6 renforcé à 35% en masse de fibres de verre courtes [Launay et al., 2013].* 9

1.7 *Schéma représentant le principe d'équivalence temps-température et la courbe maitresse en échelle logarithmique du temps.* 10

1.8 *Ligne industrielle complète de «compoundage» des composites thermoplastiques renforcés de fibres de verre courtes [Zanella et Lucas, 2014].* 12

1.9 *Schéma représentant la presse et les cycles d'injections [Ammar, 2001].* 13

1.10 *(a) Structure coeur-peau, observée par μCT aux rayons X (technique de tomographie non-destructrice utilisée pour retranscrire une image en trois dimensions d'un échantillon), d'un polyamide 6.6 renforcé à 30% en masse par des fibres de verre [Arif, 2014]. (b) Schéma représentant la structure coeur-peau [Horst et Spoormaker, 1997].* 15

1.11 *Taux des fibres conditionne le comportement mécanique des polymères composites. (a) Effet de la fraction volumique sur la rigidité d'un composite de PA6.6 renforcé avec différents taux massiques de renforts (0, 15, 30 et 50wt%) à 20 °C [Mouhmid et al., 2006]. (b) Effet de la fraction volumique sur le module sécant pour des Nylon renforcés de fibres de verre courtes (SGN), de fibres de verre longues (LGN), de fibres de carbone courtes (SCN) et de fibres de carbone longues (LCN) [Curtis et al., 1978]. (c) Effet de la fraction volumique sur la contrainte à la rupture et (d) sur la déformation à la rupture [Curtis et al., 1978].* 16

1.12 *Influence que peut avoir le traitement de surface sur les propriétés mécaniques. Résistance à la traction normalisée en fonction du temps de vieillissement pour différents types d'ensimage aux différents niveaux de température (a) 140 °C, (b) 160 °C et (c) 180 °C [Rudzinski et al., 2011].* 17

1.13 *Modèle de processus de micro-défaillance lors de la traction d'un composite renforcé par des fibres courtes dispersées de façon aléatoire [Sato et al., 1991].* 18

1.14 *Mécanismes d'endommagement dans le cas des polyamides 6.6 renforcés de fibres de verre courtes pour les trois niveaux d'humidité relative (a) échantillon sec à 95% de la contrainte de rupture finale (contrainte en flexion proche de celle de la rupture), (b) échantillon conditionné à RH50 à 98% de la contrainte de rupture finale et (c) échantillon conditionné à RH80 à 98% de la contrainte de rupture finale [Arif, 2014]. En comparant les zones endommagées pour les trois échantillons aux différentes teneur en eau, on remarque que le nombre de zones où l'endommagement se localise augmente avec l'humidité relative.* 19

1.15 *Mécanismes menant à la rupture en fatigue montrant l'évolution de l'endommagement (de gauche à droite) d'un polyamide thermoplastique (PA6) contenant 30% de fibres de verre [Horst et Spoormaker, 1997].* 20

1.16 *Description schématique des mécanismes d'endommagement en fatigue lorsque (a) $T < T_g$ et (b) $T > T_g$ [Noda et al., 2001].* 21

2.1 *Corps soumis à des forces de volume échangeant un flux de chaleur instantanné via son contour.* 29

2.2 *Représentation schématique des différents cas de bilan d'énergie lors d'un cycle charge-décharge, indiquant les trajets thermomécaniques et les projections dans le plan mécanique [Chrysochoos et al., 2010].* 37

2.3 *Exemple de réponse thermique typique d'un polyamide 6.6 sec soumis à un essai de traction-traction uniaxiale. La figure montre les effets thermoélastique et dissipatif.* 39

2.4 *Exemple de force et température normalisées en fonction du nombre des cycles montrant le mécanisme d'inversion thermoélastique dans le cas d'un polyamide 6.6 conditionné à 80% en humidité relative : (a) thermoélasticité standard et (b) élasticité caoutchoutique.* 45

3.1 *Représentation du spectre électromagnétique montrant une vue d'ensemble des ondes électromagnétiques (longueurs d'ondes en μm). Les ondes sont classées dans une nomenclature suivant leur longueur d'onde.* 50

3.2 *Interactions du rayonnement électromagnétique avec la matière : absorption, réflexion et transmission.* 50

3.3 *Luminances d'un corps noir en fonction de la longueur d'onde selon la loi de Planck, pour des isothermes de 100 à 10000 K.* 52

3.4 *(a) Chaîne d'acquistion du champs de température, (b) Correction de la matrice du détecteur selon [Boulanger, 2004].* 54
3.5 *(a) Influence de la longueur d'onde sur la transmission atmosphérique (d'après Gaussorgues [Gaussorgues, 1984]) et le positionnement des caméras usuelles SW (Short Wave) et LW (Long Wave). (b) Facteur de transmission atmosphérique en fonction de la distance et de la fenêtre d'observation (d'après Carpentier [Carpentier, 2006]).* 56
3.6 *Distribution de la réponse des pixels observant une scène thermique uniforme : (a) premier critère avec un seuil égal à 0.1 °C, (b) second critère avec un seuil égal à 0.04 °C.* 59
3.7 *Cartographie des pixels disqualifiés (défectueux).* 59
3.8 *Température en fonction du temps montrant la dérive de la caméra IR [Berthel, 2007].* . . 60
3.9 *Illustration du déplacement entre l'image initiale et déformée. Les figures montrent le déplacement des points matériels (mouchetis) vers la droite.* 61
3.10 *Illustration des différents paramètres de mesure par corrélation d'image (maillage, zone de recherche, zone de corrélation, zone d'étude, etc).* 62
3.11 *Dispositif expérimental utilisé pour réaliser la caractérisation thermomécanique des polymères d'étude soumis à des essais de fatigue uniaxiale de traction-traction.* 64
3.12 *Évolutions temporelles des variations de température, de la déformation, et de la force de la machine hydraulique normalisés, au début de l'essai. La déformation longitudinale et les variations de la température sont moyennées sur la zone centrale de $6\times4\,mm^2$ pour une fréquence de sollicitation de 10 Hz et des fréquences d'acquisition de 100 Hz. Les courbes illustrent la correspondance temporelle entre les différents signaux.* 66
3.13 *Mires IR et CCD montrant les trois points sélectionnés pour le recalage spatial.* . . 66

4.1 *Transformation d'un solide déformable. Schéma montrant les coordonnées de Lagrange, ceux d'Euler ainsi que le vecteur déplacement.* 71
4.2 *Paramètres géométriques du pavé de lissage spatio-temporel selon [Berthel, 2007].* . . 74
4.3 *Signal de force montrant l'endroit où le lissage est réalisé pour déterminer les champs 2D de déplacement indiqués dans la* Figure 4.4. 75
4.4 *Exemple de lissage des composantes longitudinales et transverses du champ de déplacement et la distribution des résidus dans le cas d'un polyamide 6.6 non renforcé (paramètres de lissage : résolution spatiale : 0.1851 mm/pixel, $N_x = 7$, $N_y = 15$ et $N_t = 8$). La répartition spatiale quasi-uniforme du résidu en x et y montre la bonne qualité de lissage appliqué.* 76
4.5 *(a) Exemple de champs de déformation et de vitesse de déformation (composantes longitudinale, de cisaillement et transverse).* 78
4.6 *Exemple de composantes longitudinale σ_{yy}, transverse σ_{xx} et de cisaillement σ_{xy} des champs de contrainte d'un polyamide 6.6 non renforcé.* 80
4.7 *Exemple de boucles d'hystérésis correspondant à la moyenne spatiale, zone A et B, issues d'essais cycliques de traction-traction uniaxiale appliqués sur un échantillon de polyamide 6.6 .* 81

4.8 *Exemple de boucles d'hystérésis issues d'essais cycliques de traction-traction uniaxiale appliqués sur des échantillons de polyamide 6.6 sec à deux vitesses de chargement (1 Hz pour la figure de gauche) et (10 Hz pour la figure de droite). Le rapport de charge est égal à 0.1. Les deux figures montrent l'effet de vitesse de chargement sur la taille et le rochet des boucles.* 82
4.9 *Exemple de champs 2D du taux d'énergie de déformation ainsi que ceux de ses composantes issus des champs 2D de contrainte et vitesse de déformation montrant que les deux produits transverse et de cisaillement restent énergétiquement négligeables devant le produit longitudinal. Les écarts types et valeurs moyennes sont donnés dans le* Tableau 4.4. 83
4.10 *Exemple de temps de calcul et espace de stockage nécessaires pour réaliser un essai de 20 cycles. Pour fixer les idées, un ordre de grandeur du temps de calcul d'un champ cinématique est d'environ une minute 30 secondes pour un espace de stockage de 4 Mo, et pour les conditions de lissage choisis ici.* 84
4.11 *Évolution temporelle du taux d'énergie de déformation moyen par cycle estimé par les deux approches définies ci-dessus.* 86
4.12 *(a) Exemples de champs de variations de température $\overline{\theta}$, de dissipation intrinsèque moyenne par cycle $\overline{\mathcal{D}}_1$ et d'étendue de source thermoélastique $\overline{\Delta s}_{ther}$ pris pendant les premiers cycles en fatigue d'un polyamide 6.6 humide renforcé de fibres de verre orientées à 45°. La résolution spatiale est de 0.357 mm/pixel* 90
4.13 *Exemple de temps de calcul et espace de stockage nécessaires pour réaliser un essai de 20 cycles. Pour fixer les idées, un ordre de grandeur du temps de calcul d'un champ calorimétrique est d'environ 24 minutes pour un espace de stockage de 5.5 Mo, et pour les conditions de lissage choisis ici.* 90
4.14 *(a) Exemple de champs de variations de température $\overline{\overline{\theta}}$ et de dissipation intrinsèque moyenne $\overline{\overline{\mathcal{D}}}_1$ pris pendant différents cycles en fatigue d'un polyamide 6.6 humide renforcé de fibres de verre orientées à 45°. La résolution spatiale est égale à 0.357 mm/pixel* 91
4.15 *(a) Exemple d'évolution des variations de température θ lors d'un essai de fatigue (traction-traction uniaxiale à une fréquence de sollicitation de 10Hz et un rapport de charge de 0.1) d'un polyamide 6.6 non renforcé de fibres de verre. (b) Exemple d'évolution des variations de température lors d'un essai de fatigue sur un polyamide 6.6 sec non renforcé de fibres de verre allant jusqu'à rupture.* 93
4.16 *Exemple d'étendues de contraintes longitudinale, de cisaillement et transverse calculées au cours du dernier cycle d'un essai de traction-traction uniaxiale caractérisé par une fréquence de chargement de 0.2 Hz et un rapport de charge de 0.1.* . . 94
4.17 *Exemple montrant la proportionnalité de la source thermoélastique à la trace des amplitudes de variation de contrainte. Cette méthode a été largement utilisée dans la littérature pour estimer la distribution des champs de contrainte (TSA : Thermal Stress Analysis, [Emery et Dulieu-Barton, 2010].* 94
4.18 *Exemple de champs 2D des taux d'énergie estimés via les méthodes développées dans ce chapitre.* 96
4.19 *Exemple de bilans indiquant les différentes puissances mises en jeu pour un polyamide 6.6 sollicité en traction-traction à une fréquence de sollicitation de (a) 10 Hz et (b) 1 Hz.* 97

5.1 *Géométrie des éprouvettes sollicitées montrant la position relative de la zone utile. Les dimensions sont en millimètres.* 103

5.2 *Réponses mécaniques issues d'essais de traction uniaxiale réalisés sur la matrice polyamide 6.6 pour différentes vitesses de déplacement et différentes humidités relatives.* 105

5.3 *Illustration du chargement mécanique adopté pour les expériences.* 106

5.4 *Réponses mécaniques relatives aux essais cycliques réalisés montrant l'effet de fréquence de chargement et de l'humidité relative : (a) RH0/1Hz, (b) RH50/1Hz, (c) RH80/1Hz, (d) RH0/10Hz, (e) RH50/10Hz et (f) RH80/10Hz. Les courbes (g), (h) et (i) représentent les évolutions au cours des cycles de l'aire d'hystérésis, de la pente et de la déformation moyennes. Notons que les contraintes sont normalisées dans chaque essai.* 107

5.5 *Réponses thermiques relatives aux essais cycliques réalisés montrant l'effet de fréquence de chargement, de l'humidité relative et du niveau de contrainte : (a) RH0/1Hz, (b) RH50/1Hz, (c) RH80/1Hz, (d) RH0/10Hz/fort niveau de contrainte, (e) RH0/10Hz/faible niveau de contrainte, (f) RH50/10Hz et (g) RH80/10Hz.* . . . 109

5.6 *Réponses énergétiques relatives aux essais cycliques réalisés sur une fréquence de chargement de 1 Hz montrant l'effet de l'humidité relative : (a) RH0/1Hz, (b) RH50/1Hz, (c) RH80/1Hz. Le rapport de charge est égal à 0.1. Le rapport géométrique $\mathcal{R}$ vaut 0.437 tandis que le volume de la zone utile $\mathcal{V}_{ZU}$ est de l'ordre de 753 mm^3.* 114

5.7 *Réponses énergétiques relatives aux essais cycliques réalisés sur une fréquence de chargement de 10 Hz montrant l'effet de l'humidité relative : (a) RH0/1Hz, (b) RH50/1Hz, (c) RH80/1Hz. Le rapport de charge est égal à 0.1. Le rapport géométrique $\mathcal{R}$ vaut 0.437 tandis que le volume de la zone utile $\mathcal{V}_{ZU}$ est de l'ordre de 753 mm^3.* 115

5.8 *Réponses énergétiques relatives aux essais cycliques réalisés sur deux niveaux de contrainte : (a) un niveau de contrainte élevé et (b) un niveau de contrainte faible. Le rapport de charge vaut 0.1 et la fréquence de sollicitation est égale à 10Hz. Le rapport géométrique $\mathcal{R}$ vaut 0.437 tandis que le volume de la zone utile $\mathcal{V}_{ZU}$ est de l'ordre de 753 mm^3.* 116

5.9 *Évolutions temporelles relatives aux (a) dissipations intrinsèques moyennes par cycle, (b) taux d'énergie bloqué moyen par cycle et (c) taux d'énergie de déformation moyen par cycle pour les trois échantillons conditionnés soumis à une fréquence de chargement de 10Hz. Le rapport de charge est égal à 0.1.* 117

5.10 *Bilan de puissance moyenne par cycle de la matrice polyamide 6.6 sèche soumise à une fréquence de chargement de 10Hz, du début de l'essai jusqu'aux derniers cycles devançant la rupture macroscopique. Le rapport de charge est égal à 0.1, le rapport géométrique $\mathcal{R}$ vaut 0.48, tandis que le volume de la zone utile $\mathcal{V}_{ZU}$ est de l'ordre de 848 mm^3.* 118

5.11 *Illustration des différents angles d'orientation des fibres : (a) 0°, (b) 45° et (c) 90°.* 119

5.12 *Courbes de contrainte de Piola-Kichroff 1 normalisée vs déformation linéarisée montrant l'effet de la teneur en eau et de l'orientation des fibres sur les propriétés mécaniques cycliques des composites de polyamide 6.6 renforcés de fibres de verre courtes. Les figures (j), (k) et (l) représentent l'aire d'hystérésis, la pente et la déformation moyenne par cycle en fonction du nombre de cycles pour l'ensemble des tests réalisés. Notons que la normalisation des contraintes a été effectuée pour chaque essai et les références aux essais sont désignées pour chaque figure.* 121

5.13 *Variations de température moyennes sur la partie utile les échantillons composites de polyamide 6.6 renforcés par des fibres de verre montrant l'auto-échauffement maximal atteint pour chaque humidité relative et chaque orientation des fibres.* . . 124

5.14 *Réponses énergétiques relatives aux essais cycliques réalisés sur une fréquence de chargement de 1Hz montrant l'effet de l'humidité relative et l'orientation des fibres. Le rapport de charge est égal à 0.1. Le rapport géométrique $\mathcal{R}$ vaut 0.567, tandis que le volume de la zone utile $\mathcal{V}_{ZU}$ est de l'ordre de 858mm^3.* 125

5.15 *Évolution du taux moyen par cycle d'énergie dissipée, bloquée et de déformation en fonction de la déformation moyenne.* 126

5.16 *Champs de chacune des 3 composantes du tenseur de déformation mesurés dans plusieurs états de fatigue. Même échelle de couleur pour chaque image.* 129

5.17 *Champs de variations de température, de dissipation intrinsèque moyenne par cycle et d'amplitude thermoélastique calculés pendant les tous derniers cycles devançant la rupture macroscopique d'une matrice sèche de polyamide 6.6. Même échelle de couleur pour chaque type d'image. La résolution spatiale est 0.357 mm/pixel.* 131

5.18 *Exemple de modes de rupture des composites secs de polyamide 6.6 : (a) MGF/0°, (b) MGF/45° et (c) MGF/90°. Les composites ont été sollicités en fatigue cyclique de traction-traction uniaxiale à une fréquence de chargement de 1 Hz.* 132

5.19 *Champs de déformation du composite renforcé de fibres de verre orientées à 0°. La résolution spatiale est 0.1851 mm/pixel. Les écarts type et les moyennes spatiales sont donnés dans le* Tableau *5.6.* 134

5.20 *Champs de déformation du composite renforcé de fibres de verre orientées à 45°. La résolution spatiale est 0.1851 mm/pixel. Les écarts type et les moyennes spatiales sont donnés dans le* Tableau *5.6.* 135

5.21 *Champs de déformation du composite renforcé de fibres de verre orientées à 90°. La résolution spatiale est 0.1851 mm/pixel. Les écarts type et les moyennes spatiales sont donnés dans le* Tableau *5.6.* 136

5.22 *Champs de variations de température, de dissipation intrinsèque moyenne par cycle et d'amplitude thermoélastique d'un composite renforcé de fibres de verre orientées à 0°. La résolution spatiale est 0.357 mm/pixel.* 139

5.23 *Champs de variations de température, de dissipation intrinsèque moyenne par cycle et d'amplitude thermoélastique d'un composite renforcé de fibres de verre orientées à 45°. La résolution spatiale est 0.357 mm/pixel.* 140

5.24 *Champs de variations de température, de dissipation intrinsèque moyenne par cycle et d'amplitude thermoélastique d'un composite renforcé de fibres de verre orientées à 90°. La résolution spatiale est 0.357 mm/pixel.* 141

5.25 *Courbes de contrainte de Piola-Kichroff 1 normalisée vs déformation linéarisée montrant l'effet de la teneur en eau et de l'orientation des fibres sur les propriétés mécaniques cycliques des composites polyamide 6.6 renforcés de fibres de verre courtes et soumis à une forte fréquence de chargement de 10Hz. Les figures (j), (k) et (l) représentent les paramètres mécaniques choisis pour suivre l'évolution des boucles hystérétiques.* 156
5.26 *Variations de température moyennées sur la partie utile des échantillons composites de polyamide 6.6 renforcés à 30% en masse de fibres de verre courtes montrant l'autoéchauffement maximal atteint pour chaque humidité relative et chaque orientation de fibres. Les essais ont été réalisés sur une fréquence de chargement de 10Hz et un rapport de charge égal à 0.1.* 157
5.27 *Bilans énergétiques issus d'essais cycliques de traction-traction uniaxiale appliqués sur des échantillons secs de polyamides 6.6 renforcés de fibres de verre. Différentes orientations de fibres ainsi que différents niveaux de contrainte ont été pris en compte.* 158
5.28 *Bilans énergétiques issus d'essais cycliques de traction-traction uniaxiale appliqués sur des échantillonn secs et humides de polyamides 6.6 renforcés de fibres de verre orientées à 0°. Les figures montrent l'effet de la teneur en eau sur la forme du bilan énergétique. Les échantillons secs montrent un niveau de stockage très élevé de l'ordre de 97% alors que les échantillons humides montrent une proportion de stockage de l'ordre de 84%-75% pour les RH50 et RH80 respectivement.* 159

Liste des tableaux

1.1 *Composition chimique principale des verres-E.* 11

4.1 *Écarts types et valeurs moyennes spatiales associés aux champs de déplacement indiqués à la* Figure *4.4.* 77
4.2 *Écarts types et valeurs moyennes spatiales associés aux champs de déformation et vitesse de déformation indiqués à la* Figure *4.5.* 77
4.3 *Écarts types et valeurs moyennes spatiales associés aux champs de contrainte indiqués à la* Figure *4.6.* 80
4.4 *Écarts types et valeurs moyennes spatiales associés aux champs 2D du taux d'énergie de déformation et ses composantes, indiqués à la* Figure *4.9.* 83

5.1 *Propriétés thermophysiques de la matrice de polyamide 6.6.* 104
5.2 *Propriétés thermophysiques des composites. Les masses volumiques ρ ont été calculées par pycnométrie, le coefficient de dilatation thermique α_{th} a été mesuré via un dilatomètre Netzsch DIL 402C alors que les propriétés thermiques (capacité calorifique C, conductivité k et diffusivité D thermiques) ont été déterminées grâce à un analyseur thermique Hot Disk.* 119
5.3 *Valeurs d'auto-échauffements des composites étudiés.* 123
5.4 *Écarts types et valeurs moyennes spatiales associés aux champs de déformation indiqués à la* Figure *5.16.* 130
5.5 *Écarts types et valeurs moyennes spatiales associés aux champs calorimétriques indiqués à la* Figure *5.17.* 132
5.6 *Écarts type et valeurs moyennes spatiales associés aux champs cinématiques indiqués à la* Figure *5.19, 5.20 et 5.21.* 137
5.7 *Écarts type et valeurs moyennes spatiales associés aux champs calorimétriques indiqués à la* Figure *5.22, 5.23 et 5.24.* 142

Introduction générale

La maîtrise du comportement des matériaux polymères thermoplastiques reste un sujet de recherche scientifique complexe et une préoccupation industrielle actuelle majeure, notamment en ce qui concerne le dimensionnement et la tenue des structures soumises à des sollicitations mécaniques cycliques. Les phénomènes de fatigue des polymères qui intéressaient, il y a encore peu, qu'un nombre restreint de chercheurs, constituent désormais un axe important de recherche tant sur le plan de la compréhension des mécanismes physico-chimiques associés aux chargements cycliques, qu'à leurs transcription plus macroscopique en termes de comportement thermomécanique [Seignobos, 2009, Esmaeillou, 2011, Baquet, 2011, Launay, 2011, Arif, 2014].

La présente thèse s'insère dans un projet de recherche vaste, le projet FUI-EUREKA DURAFIP « Durabilité des Polyamides Renforcés de Fibres », animé par le groupe Solvay Engineering Plastics, qui cherche à mieux connaître et maîtriser le comportement en fatigue des matériaux composites à matrice polyamide 6.6. Ce projet implique 14 partenaires industriels et académiques essentiellement situés en France (SOLVAY, TBVC, SOGEFI, PSA, TOYOTA, ENSTA Bretagne, ENSAM : Bordeaux, Metz et Paris, Ecole des Mines CEMEF, LMGC) et quelques partenaires localisés en Belgique (e-xtream, UCL). L'objectif visé à terme est pour les groupes industriels rattachés au projet de pouvoir proposer sur le marché de l'automobile et du transport en général des pièces de structure devant travailler cycliquement dans des ambiances hygrothermiques variables.

La constitution de bases de données est toujours longue et coûteuse à mettre en place, et ce d'autant plus que le nombre de paramètres de sollicitation croît. C'est la raison pour laquelle, les industriels cherchent à développer parallèlement des modèles de comportement en fatigue, s'appuyant sur les informations préexistantes, afin d'utiliser leur pouvoir prédictif lors du processus de conception. L'objectif est alors de réduire le nombre d'essais à réaliser et de développer en parallèle des règles permettant de prévoir la durée de vie des pièces sollicitées.

La contribution du LMGC, et donc de cette thèse, à ce vaste projet, consiste à être capable de suivre au cours des cycles l'évolution du bilan d'énergie dans différentes conditions de chargement et différentes configurations matérielles [Benaarbia *et al.*, 2014a, Benaarbia *et al.*, 2014b]. Les informations énergétiques obtenues pourront alors être rapprochées des analyses faites par les autres partenaires académiques du projet. Le CEMEF, par exemple, cherche à observer et modéliser le comportement visco-hyper-élastique de la matrice du polyamide 6.6 en prenant en compte la microstructure complexe de ce matériau thermoplastique semi-cristallin (taux de cristallinité, enchevêtrements, noeuds de réticulations, etc)

[Billon, 2009]. L'ENSAM quant à eux cherchent à observer, caractériser et modéliser les mécanismes d'endommagement dans les composites renforcés de fibres de verre courtes [Arif *et al.*, 2014a, Arif *et al.*, 2014b], ainsi qu'à étendre les modèles d'endommagement à des sollicitations multiaxiales plus complexes. Pour l'ENSTA, le travail consiste à caractériser les autoéchauffements associés aux composites renforcés de fibres de verre et d'établir des critères de fatigue en tenant compte des effets de la teneur en eau [Launay *et al.*, 2013]. L'UCL cherche à intégrer des techniques d'homogénéisation (3D voire 4D) dans l'étude et la modélisation du comportement des polymères renforcés [Krairi et Doghri, 2014]. Ces techniques devraient apporter des gains de temps considérables aux ingénieurs concepteurs de pièces composites en fatigue.

Une des difficultés liée à la fatigue des matériaux est l'observation et, par voie de conséquence, la compréhension des mécanismes de déformation aboutissant à la rupture. Les essais de fatigue sont longs et les phénomènes de dégradation restent lents, parfois imperceptibles d'un cycle à l'autre si on se limite aux effets mécaniques. C'est pourquoi ce travail a été consacré à l'étude des effets dissipatifs accompagnant les mécanismes de fatigue en lien avec les transformations microstructurales du matériau. Ces transformations sont elles-mêmes, accompagnées de variations d'énergie interne que l'on qualifiera parfois de « stockée » ou « bloquée ». En effet, lorsque l'on sollicite mécaniquement un matériau, des variations de température apparaissent. Ces variations peuvent être reliées aux transformations microstructurales au sein de la matière. Lorsque ces transformations sont irréversibles, les variations de température sont positives (autoéchauffements) et traduisent une dégradation progressive des propriétés de la matière. L'énergie mise en jeu pour déformer la matière et modifier sa microstructure est alors en partie dissipée (i.e. énergie mécanique transformée irréversiblement en chaleur), conduisant à un autoéchauffement, soit en partie consommée (variations d'énergie interne) dans les transformations microstructurales.
L'établissement des bilans énergétiques a fait et fait encore l'objet d'un nombre important d'études, tant sur le plan expérimental, théorique que numérique [Chrysochoos, 1985, Chrysochoos *et al.*, 2008, Pottier *et al.*, 2013]. En effet, d'un point de vue modélisation, les variations d'énergie internes associées aux transformations microstructurales sont reliées aux équations de comportement appelées équations d'état qui traduisent les propriétés des états d'équilibre mécanique, thermique et microstructural, alors que la puissance mécanique dissipée est en lien direct avec les autres équations de comportement décrivant l'évolution (irréversible) du matériau.
La mesure des variations d'énergie bloquée est cependant délicate et a fait l'objet de nombreux travaux de recherche et ce depuis plus d'une centaine d'années [Farren et Taylor, 1925, Taylor et Quinney, 1934, Chrysochoos, 1985, Chrysochoos *et al.*, 1989, Mason *et al.*, 1994, Kapoor et Nemat-Nasser, 1998, Rittel, 1999, Rosakis *et al.*, 2000, Oliferuk *et al.*, 2004, Benaarbia *et al.*, 2014b]. En effet, ces variations d'énergie bloquée sont difficilement accessibles directement. C'est pourquoi, de nombreuses approches expérimentales se fondent sur des mesures de température pour estimer indirectement l'énergie bloquée, via une mesure d'énergie dissipée, dès que l'on connait l'énergie mécanique fournie, nécessaire à la déformation. Le lien entre température et dissipation, se fait en utilisant des techniques calorimétriques [Louche et Chrysochoos, 2001, Chrysochoos *et al.*, 2008, Doudard *et al.*, 2010, Charkaluk et Constantinescu, 2009, Martinez *et al.*, 2013].
L'analyse des mécanismes de dissipation et de blocage d'énergie lors d'essais de fatigue cy-

clique reste encore rare dans la littérature. Certains travaux ont toutefois déjà été entrepris pour des essais de traction uniaxiale [Chrysochoos *et al.*, 1989, Oliferuk *et al.*, 1996, Chrysochoos et Peyroux, 1998, Hodowany *et al.*, 2000, Rosakis *et al.*, 2000].

La présente thèse a donc pour thème l'étude du comportement thermomécanique du polyamide 6.6 vierge et des composites polyamides renforcés, chargés à 30% en masse de fibres de verre courtes. Le travail a eu pour but :

- la réalisation de bilans d'énergie lors de chargements cycliques en combinant des techniques d'imagerie (corrélation d'images numériques (CIN) et thermographie infrarouge (TIR)),
- la mise en évidence des propriétés énergétiques en fonction des paramètres matériaux (matrice seule ou renforcée, orientation des fibres, taux d'humidité) et des paramètres de chargement (fréquence de sollicitation, niveau de contrainte),
- l'analyse de l'incidence des résultats d'expérience sur la modélisation du comportement.

Un point important a été de quantifier la contribution par cycle des énergies mises en jeu, de caractériser les mécanismes de dissipation et de couplage thermomécanique. Le comportement cyclique des composants polyamides est caractérisé notamment par la présence de boucles d'hystérésis, indiquant une consommation d'énergie de déformation par le matériau, cycle après cycle. Le présent travail s'est donc fixé comme objectif de préciser la nature énergétique de ces boucles d'hystérésis qui peuvent non seulement être induites par *i)* des effets dissipatifs, mais aussi par *ii)* des variations dans l'état interne microstructural et/ou encore par *iii)* de forts effets de couplages thermomécaniques tels que les couplages thermoélastiques et/ou entropiques (thermo-sensibilité du matériau) [Chrysochoos *et al.*, 2010].

La démarche suivie pour atteindre les objectifs fixés s'articule principalement autour des cinq chapitres suivants :

- Dans un premier chapitre, on effectue quelques rappels sur les polymères thermoplastiques semicristallins vierges et renforcés de fibres de verre. Ceux-ci permettent de mettre en avant l'intérêt porté à cette classe de matériaux polymères. Le chapitre décrit notamment les diverses morphologies et introduit les paramètres influençant le comportement thermomécanique des polymères renforcés à matrice thermoplastique semicristalline et à renfort fibres de verre. Un bref historique sur les bilans énergétiques et un positionnement du travail de thèse par rapport aux acquis de la littérature sont réalisés.
- Le second chapitre rappelle les notions de thermodynamique des processus irréversibles nécessaires à l'écriture locale de l'équation de diffusion de la chaleur [Germain, 1973a]. Le cadre particulier utilisé s'appuie sur le formalisme des matériaux standard généralisés [Halphen et Nguyen, 1975] qui permet de déduire les équations constitutives du comportement d'un potentiel thermodynamique et d'un potentiel de dissipation. Il introduit aussi les expressions locales du premier et second principe de la thermodynamique, ainsi que la formulation locale de l'inégalité de Clausius-Duhem. Ce chapitre précise également toutes les hypothèses relatives aux essais de fatigue, retenues pour la détermination des sources de chaleur [Louche, 1999, Chrysochoos et Louche, 2000]. Il discute des différents mécanismes pouvant conduire à l'existence des boucles d'hystérésis mécaniques lors de chargement cyclique. Il propose enfin une

façon de tenir compte des effets d'élasticité entropique souvent rencontrés dans des matériaux présentant un comportement hyperélastique caoutchoutique.

- Le troisième chapitre aborde les principales caractéristiques du dispositif expérimental utilisé dans cette thèse. Ce dispositif comprend une machine hydraulique d'essais mécaniques et deux dispositifs de thermographie infrarouge et de corrélation d'images numériques. Le chapitre traite en particulier du principe de fonctionnement et des performances de ces systèmes d'imagerie quantitative en termes de résolution spatiale, temps d'intégration ainsi que la précision des mesures. Les précautions expérimentales proprement intrinsèques aux mesures thermiques et visibles sont par la suite détaillées et analysées ainsi que le principe de couplage permettant l'observation simultanée de la même zone matérielle par les deux systèmes d'imagerie infrarouge et visible.
- Le quatrième chapitre se focalise sur le traitement des données cinématiques et thermiques. Les grandes lignes du traitement des images de granularité sont dans un premier temps rappelées, suivies par la description des problèmes métrologiques liés à l'utilisation quantitative des images thermographiques. Les hypothèses menant à des formulations de l'équation de diffusion de la chaleur opérationnelles sont ensuite formulées. Enfin, le protocole suivi pour construire les bilans énergétiques est décrit et discuté. Nous considérerons deux échelles d'analyse pour construire ces bilans. Une première échelle, dite "macroscopique", correspondant à une analyse moyenne sur la zone utile de l'éprouvette, et une seconde échelle plus fine, dite "mésoscopique", correspondant à la résolution des deux systèmes optiques.
- Le dernier chapitre présente en détail une bonne partie des résultats obtenus durant ce travail de thèse, la partie complémentaire étant disponible en annexe B. Après une présentation des matériaux étudiés et les différentes sollicitations appliquées, les différents paramètres influençant le comportement en fatigue des matériaux étudiés sont alors abordés tour à tour de façon systématique. Il s'agit principalement d'étudier l'effet de fréquence de sollicitation, l'humidité relative, les niveaux de contraintes ainsi que l'orientation des fibres de verres sur le comportement de ces polymères composites thermoplastiques. A l'échelle macroscopique, l'évolution du bilan de puissance est fourni pour chaque type de matériau et de sollicitation. La pertinence des résultats (moyens) obtenus à cette échelle est finalement discutée au travers de l'analyse des mesures de champs obtenus sur les plans cinématiques, thermiques et énergétiques.

Le mémoire de thèse se termine classiquement par une synthèse des principaux résultats expérimentaux obtenus et des conséquences que ces résultats peuvent avoir en termes de modélisation. Plusieurs perspectives à ce travail sont proposées tant sur le plan expérimental, où il s'agit d'étendre les techniques de traitement d'images et de compléter la base de données énergétiques déjà fournie, que sur le plan de la confrontation des modèles en cours de développement au sein du projet DURAFIP avec les informations énergétiques obtenues ici.

Contribution scientifique :

Revues Internationales à comité de lecture :

Benaarbia A., Chrysochoos A., Robert R., 2014. Kinetics of stored and dissipated energies associated with cyclic loadings of dry polyamide 6.6 specimens. Polymer Testing, 34 :155-167

Benaarbia A., Chrysochoos A., Robert R., 2014. Influence of relative humidity and loading frequency on the PA6.6 thermomechanical cyclic behavior : Part I. Mechanical and thermal aspects. Polymer Testing, 40 :290-298

Benaarbia A., Chrysochoos A., Robert R., 2014. Influence of relative humidity and loading frequency on the PA6.6 thermomechanical cyclic behavior : Part II. Energy aspects. Polymer Testing, in press

Benaarbia A., Chrysochoos A., Robert R., 2014. Fiber orientation effects on heat source distribution in reinforced polyamide 6.6 subjected to low cycle fatigue. Journal of Engineering Mathematics, DOI : 10.1007/s10665-014-9720-7

Benaarbia A., Chrysochoos A., Robert R., 2014. Thermomechanical behavior of PA6.6 composites subjected to low cycle fatigue. Composites Part B : Engineering. Soumis.

Benaarbia A., Chrysochoos A., Robert R., 2014. Applying DIC and IRT methods to investigate the thermomechanical effects in SGFRPA6.6. International journal of solids and structures. En préparation.

Chapitre d'ouvrage :

Benaarbia A., Chrysochoos A., Robert R. Influence of Relative Humidity on the Thermomechanical Behavior of PA6.6. Sottos N., Rowlands R., Dannemann K. (Eds). Experimental and Applied Mechanics, Volume 6, Springer International Publishing, 2015, 167-176

Conférences nationales et internationales :

Benaarbia A., Chrysochoos A., Sabatier L., Robert G., Energy analysis of the thermomechanical behavior of reinforced polyamides. Euromech Colloquium 551, United Kingdom (2013).

Benaarbia A., Chrysochoos A., Robert G., Analyse énergétique du comportement thermomécanique du PA6.6, DEPOS25, France (2014).

Benaarbia A., Chrysochoos A., Robert G., Influence of Relative Humidity Upon the Thermomechanical Behavior of PA6.6. SEM2014, USA (2014).

1 Quelques éléments bibliographiques

Sommaire

1.1 Présentation des matériaux d'étude 2
1.1.1 Description structurale des polymères semicristallins 3
1.1.2 Renforcement des polymères par des fibres de verre 11
1.2 Généralités sur les bilans énergétiques 22
1.2.1 Introduction 22
1.2.2 Historique sur les bilans énergétiques 23
1.2.3 Utilisation de la calorimétrie pour l'estimation des sources de chaleur 23
1.3 Conclusion sur le chapitre 25

Nous présentons dans ce chapitre les propriétés physico-chimiques ainsi que les caractéristiques microstructurales particulièrement complexes de la matrice polyamide 6.6 et celles des composites renforcés de fibres de verre courtes. Nous verrons dans un premier temps comment les propriétés microstructurales de ces matériaux peuvent varier en fonction des conditions de mise en forme et en fonction de la température et de la quantité d'eau retenue dans la matrice polyamide. Nous intéresserons ensuite aux mécanismes d'endommagement et de rupture influencés par le comportement interfacial fibres-matrice des composites PA6.6. Les effets de la température et de la teneur en eau sur le comportement à l'interface ainsi que sur la tenue en fatigue seront aussi discutés. Un bref bilan historique sur les bilans énergétiques et un positionnement du travail de thèse par rapport aux acquis de la littérature seront proposés. Une caractérisation des mécanismes de déformation, en soulignant leur caractère dissipatif et non dissipatif, seront finalement évoqués en lien avec les évolutions microstructurales.

1.1 Présentation des matériaux d'étude

Les matériaux composites sont largement utilisés dans le milieu industriel (automobile, aérospatial, sport, etc). Leurs avantages par rapport aux matériaux ne comprenant qu'un seul constituant sont multiples. Un matériau composite est généralement constitué d'au minimum deux composants distincts non-miscibles, mais complémentaires. Le composant principal, appelé matrice, assure la cohésion du matériau composite. Le(s) autre(s) composant(s) joue(nt) le rôle d'agent de renforcement (ou de chargement). Des agents chimiques appelés «ensimages» sont nécessaires pour améliorer la liaison entre la matrice et les renforts. Parmi les matériaux composites hétérogènes les plus utilisés dans le milieu industriel, on trouve les composites à matrice polyamide 6.6 renforcée par des fibres de verre courtes. Le comportement thermomécanique de ces composites est fortement dépendant de plusieurs facteurs structuraux tels que la nature physico-chimique et morphologique de la matrice, le taux et la longueur des fibres, la qualité de l'interface fibre-matrice, l'orientation et la distribution hétérogènes des fibres, etc).
Le polyamide 6.6 est un matériau polymère thermoplastique semi-cristallin possédant une architecture multi-échelle complexe. La compréhension et la modélisation des mécanismes physiques intervenant lors du processus de déformation restent indispensables pour le développement d'une loi de comportement capable de prédire la tenue en fatigue du matériau. Il est notamment intéressant de connaître le caractère dissipatif de tels mécanismes, aussi de bien comprendre leurs origines microstructurales dans la mesure où ces irréversibilités conduisent peu à peu le matériau à sa ruine.
La coexistence d'une partie amorphe et d'une partie cristalline dans un thermoplastique semi-cristallin tel que le polyamide 6.6 rend sa structure complexe. Nous allons donc brièvement décrire la structure du matériau à différentes échelles, depuis l'échelle d'une maille cristalline jusqu'à l'échelle des sphérolites. Puis nous allons brièvement rappeler les mécanismes de déformation impliqués dans le comportement en fatigue des polymères thermoplastiques renforcés de fibres de verre courtes. Un bref historique sur les bilans énergétiques est par la suite introduit, suivi par une synthèse sur les différentes approches fréquemment

utilisées pour la construction de ces bilans énergétiques.

1.1.1 Description structurale des polymères semicristallins

1.1.1.1 Classification des polymères

Les polymères sont formés d'unités de répétitions appelées monomères. Ces monomères s'associent lors de la réaction de polymérisation pour former des chaînes macromoléculaires. Différents types de liaison permettent de maintenir ces chaînes macromoléculaires. Les liaisons dites primaires ou covalentes de nature chimique réalisent la connexion entre les unités monomères. Les liaisons dites secondaires assurent la cohésion des macromolécules par l'intermédiaire des forces physiques intermoléculaires (e.g. forces de Van der Waals, ponts hydrogènes).
Les matériaux polymères peuvent être des thermoplastiques, des thermodurcissables ou encore des élastomères. Les thermoplastiques se caractérisent par leur capacité à s'écouler. Sous l'action de la chaleur (ramollissement), ces matières thermoplastiques se déforment et peuvent toutefois se rigidifier à nouveau sans aucune modification chimique lors de la solidification (refroidissement). Les processus de ramollissement et de refroidissement sont donc réversibles et permettent dans certaines conditions le recyclage de ces matières thermoplastiques. Quant aux thermodurcissables, ils ne peuvent être mis en oeuvre qu'une seule fois. Ils adoptent leur structure définitive au premier refroidissement. Des liaisons covalentes se créent entre les chaînes de manière irréversible, ce qui rend ces matériaux non recyclables. Les élastomères sont des matériaux polymères souples formés de chaînes peu compactes, généralement réticulés et aptes à de grandes déformations hyperélastiques. Ces matières sont caractérisées par le grand nombre des noeuds de réticulation et d'enchevêtrement [Gent, 1992]. De façon similaire aux thermodurcissables, aucun état plastique ne peut être atteint sous l'action de la chaleur à cause des liaisons chimiques formées lors de la vulcanisation-réactions de réticulation [Goodyear, 1853].

1.1.1.2 Nature chimique du polyamide 6.6

1.1.1.2.1 Historique sur la fibre de nylon

De nombreuses utilisations du polyamide 6.6 ont largement influencé notre vie courante. L'arrivée de ce produit sur le marché mondial commence juste avant la seconde guerre mondiale où on intensifiait la recherche scientifique dans le domaine de la chimie pour chercher de produire des matières à haute valeur ajoutée [Ashida, 2006].
En 1927, sont créés deux groupes de recherche fondamentale en chimie macromoléculaire, le premier chez IG-Farbenindustrie en Allemagne et le second chez Du Pont de Nemours aux États-Unis. La première fibre synthétique, fibre de nylon 6.6, est développée dans la société E.I de Du Pont de Nemours Co. Sa naissance est liée à son inventeur Wallace Hume Carothers, ancien instructeur en chimie organique à l'Université Harvard et ancien directeur du groupe de chimie organique au laboratoire Du Pont à Wilmington (Delaware). Il entreprend dès 1929 l'étude systématique de la synthèse des polyamides et surtout celle de la fibre polyamide 6.6. Ses travaux de recherche fondamentale se traduisaient par le dépôt de plusieurs brevets sur les polyamides à base d'aminoacides aliphatiques. Au début de 1935, W.H. Carothers confie la tâche de préparer des polyamides potentiellement in-

téressants à partir de la purification et de la polymérisation des diamines et des diacides carboxyliques à son collègue Gérard Berchet. Dans la nuit du 28 Février au 1 Mars 1935, la fibre Poly hexaméthylène-adipamide ou polyamide 6.6 est fabriquée pour la première fois par polycondensation de l'hexaméthylène-diamine et de l'acide adipique.

1.1.1.2.2 Chimie du polyamide 6.6

Le polyamide 6.6 ou adipate d'hexaméthylènediamine est un homopolymère de grande consommation. Il possède des propriétés physico-chimiques et thermomécaniques très intéressantes (e.g. il fond à des températures très élevées de l'ordre de 260°C). Le PA6.6 appartient à la classe des polymères thermoplastiques semicristallins. Il est obtenu par polycondensation de deux types de monomères : l'acide adipique $HOOC-(CH_2)_4-COOH$ et l'hexaméthylènediamine $H_2N-(CH_2)_6-NH_2$. Ces deux monomères s'associent alternativement avec élimination de la molécule d'eau H_2O (cf. Figure 1.1).

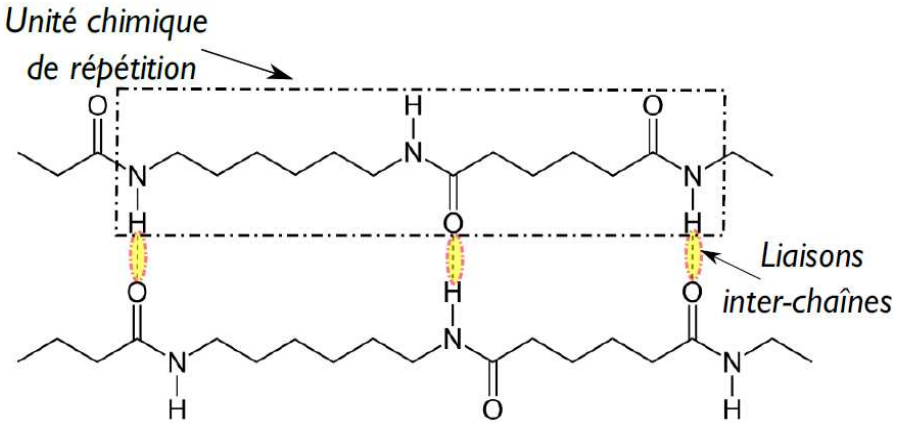

Figure 1.1 – *Représentation de la structure chimique indiquant la conformation théorique possible des chaînes du polyamide 6.6 avec des liaisons hydrogènes (cas d'un cristal).*

1.1.1.3 Cristallisation à partir du fondu des polymères semicristallins

On distingue trois échelles d'observation de la microstructure des polymères semicristallins. La première échelle est de quelques nanomètres. À ce niveau d'observation, on s'intéresse aux chaînes macromoléculaires à l'intérieur d'une lamelle cristalline. La deuxième échelle est de quelques nanomètres à quelques dizaines de nanomètres et correspond à l'épaisseur d'un empilement lamellaire (lamelles cristallines caractérisées par des chaînes étendues et des chaînes amorphes sous forme de chaînes repliées). À cette échelle, les interactions entre les mécanismes trouvant leur origine dans la phase amorphe et les mécanismes trouvant leur origine dans la phase cristalline deviennent présents et importants. La troisième échelle est de quelques micromètres à quelques dizaines de micromètres et correspond à la taille d'un sphérolite (une croissance des lamelles sous forme sphérique).

1.1.1.3.1 État amorphe

À l'état fondu, les chaînes macromoléculaires forment un état partiellement ou totalement désordonné de la matière. Il s'agit d'état amorphe dans lequel le désordre n'offre aucune

orientation privilégiée des macromolécules. Dans cet état, les macromolécules peuvent s'enchevêtrer, se replier sur elles-mêmes pour former des pelotes (des spaghettis, cf. FIGURE 1.2). Ces pelotes sont connues comme étant les formes les plus stables d'un point de vue entropique dans lesquels aucune direction privilégiée n'existe [Kausch *et al.*, 2001].

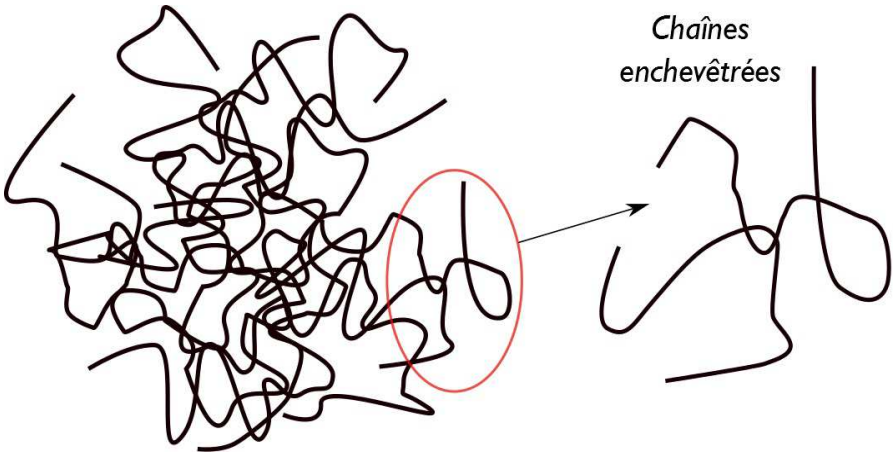

FIGURE 1.2 – *Représentation schématique d'une structure pelote statistique.*

1.1.1.3.2 État semi-cristallin

Les arrangements des chaînes macromoléculaires peuvent aussi présenter une cristallisation partielle avec une juxtaposition de zones amorphes et cristallines (lamelles cristallines étendues dont l'épaisseur est de l'ordre de quelques nanomètres ≈10 nm). Les zones cristallines peuvent être séparées par des zones amorphes et donc s'organiser sous forme d'empilements lamellaires (agencement préférentiel des lamelles). Des chaînes macromoléculaires peuvent donc appartenir à plusieurs zones cristallines conduisant ainsi à la création d'un lien intercristallin entre les lamelles adjacentes [Ehrenstein et Montagne, 2000]. Ces chaînes génèrent des forces physiques entre les lamelles cristallines et contribuent ainsi à la cohésion du système. Généralement, ces zones cristallines développent une structure régulière et représentent entre 20 à 80% du matériau (vers 35% à 45% pour un polyamide 6.6 [Wunderlich, 1973]). La proportion de la phase cristalline dans le matériau est appelée taux de cristallinité. Ce taux de cristallinité est défini comme étant la fraction massique ou volumique du système à l'état cristallin. Généralement, les propriétés du matériau thermoplastique dépendent de ce facteur de cristallinité. Une augmentation de celui-ci s'accompagne en particulier d'une augmentation de la masse volumique, du module d'élasticité et de la conductivité thermique. A contrario, certaines propriétés s'affaiblissent avec un taux croissant de cristal, par exemple la dilatation thermique et la transmission de la lumière [1] [Ehrenstein et Montagne, 2000].
Lors de la solidification de l'état fondu, les mailles cristallines peuvent s'arranger pour former des sphérolites. Ces sphérolites sont des superstructures de symétrie centrale constituées d'un grand nombre de lamelles (cf. FIGURE 1.3), observables par microscopie optique en lumière polarisée [Kohan, 1995]. Leur taille est très variable, allant de quelques micro-

1. La transmission dépend de la taille des cristaux tout autant que de leur quantité.

mètres à plusieurs millimètres, et a une influence importante sur le comportement mécanique macroscopique du polymère [Macherauch, 1968].

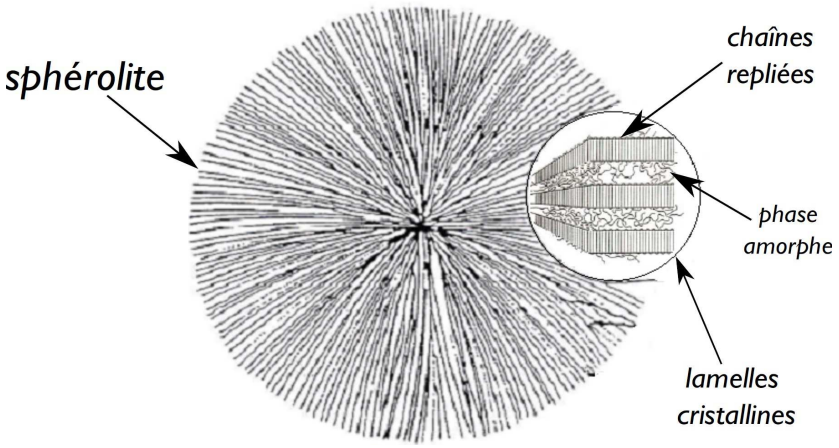

Figure 1.3 – *Description schématique d'un sphérolite montrant la disposition radiale de ses lamelles cristallines et localisation des chaînes repliées et phases amorphes.*

1.1.1.4 Transitions de phase d'un polymère

Les caractéristiques moléculaires et structurales d'un polymère varient suivant les conditions de mise en forme (calandrage, extrusion ou encore injection) et en fonction de la température à laquelle cette mise en forme est réalisée. La transformation du polymère d'un état à l'autre est assimilée à une transition de phase (cf. Figure 1.4).
À l'état vitreux les polymères se comportent comme des verres, ils présentent donc un comportement plutôt fragile avec une rigidité très élevée. Dans cet état, les chaînes polymères sont quasi-figées et la déformation du polymère requiert le franchissement de grandes barrières énergétiques. Toutefois, ce comportement rigide analogue au verre peut disparaître au cours du ramollissement induit par une montée de la température. Il existe une plage de température appelée souvent - zone de ramollissement- au-delà de laquelle les mobilités moléculaires deviennent importantes. On dit alors que le polymère se situe sur le plan thermique au-dessus de sa zone de transition vitreuse T_g. La rigidité du polymère durant cette plage chute de plusieurs décades (lorsqu'il est amorphe). Le polymère passe alors d'un état vitreux avec un comportement plutôt de type élastique fragile à un état caoutchoutique, de comportement plutôt hyperviscoélastique. Sur le plateau caoutchoutique, une augmentation de la température facilite le mouvement des segments macromoléculaires qui deviennent globalement flexibles alors qu'ils étaient jusque-là quasi-figés. Les macromolécules prennent des configurations aléatoires, interagissent entre elles, formant des enchevêtrements et des noeuds de réticulation. Il s'agit de phases amorphes désordonnées dans lesquelles les enchevêtrements peuvent se déployer dans l'espace faisant changer les conformations des macromolécules. L'ordre du système est donc modifié sous l'action de forces de rappel qui essayent d'agencer ou de ramener les macromolécules à leurs positions initiales. L'étendue en température du plateau caoutchoutique (ou entropique) est liée principalement à la durée d'existence des forces de cohésion physique.

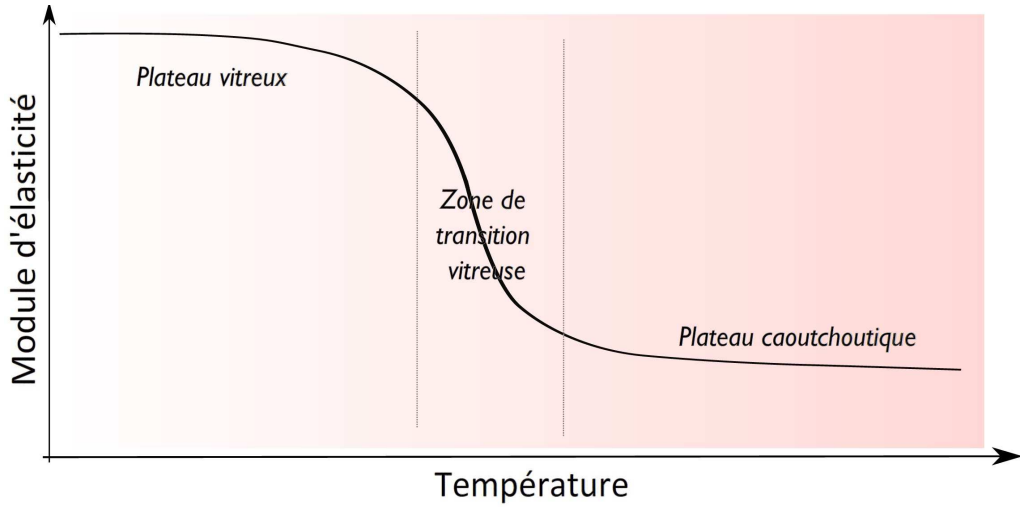

Figure 1.4 – *Évolution typique du module d'élasticité en fonction de la température. Les différents domaines d'états et la zone de transition vitreuse. Cette différence de propriétés élastiques dans les états vitreux et caoutchoutique peut facilement être mise en évidence à l'aide d'un test DMA.*

1.1.1.5 Analyse mécanique dynamique (DMA)

La majorité des matériaux polymères présentent un comportement viscoélastique combinant donc des propriétés visqueuses et élastiques. Il existe de nombreux modèles pour décrire la viscoélasticité des polymères. Des modèles comme ceux de Maxwell ou Zener associent à la fois des ressorts (pour modéliser l'élasticité) et des amortisseurs (pour modéliser la viscosité) sont encore très utilisés.
Pour décrire le comportement viscoélastique des polymères thermoplastiques, des tests cycliques (on dit parfois « dynamiques » bien qu'ils soient généralement quasi-statiques au sens mécanique c'est à dire mettant en jeu des quantités d'accélérations négligeables.) s'avèrent nécessaires. La littérature met en avant les essais de type DMA (Dynamic Mechanical Analysis) qui permettent une caractérisation thermomécanique jugée satisfaisante du comportement viscoélastique des polymères [Ferry, 1980]. Il s'agit de solliciter (en imposant soit la contrainte soit la déformation variant de manière sinusoïdale au cours du temps) un échantillon et de mesurer les réponses (intensité et phase) en déphasage pour une sollicitation donnée et ce à différentes températures et fréquences de sollicitation. On définit ainsi un module complexe, composé d'une partie « élastique » (ou module de conservation $\mathbb{E}^{'}$) correspondant à la réponse en phase, et une partie « visqueuse » (ou module de perte $\mathbb{E}^{''}$) caractérisant la réponse en déphasage. Selon les définitions qu'on peut trouver dans la littérature, la partie élastique traduit la capacité du matériau à stocker de l'énergie de déformation et la partie visqueuse caractérise la capacité du matériau à dissiper de l'énergie, tandis que le module complexe mesure la résistance totale du matériau à la déformation. Pour un spectre classique de DMA, le module de conservation $\mathbb{E}^{'}$ diminue de façon monotone avec la température, tandis que le module de perte présente une évolution généralement non monotone où apparaissent des « pics » plus au moins intenses. Le rapport module de perte/module de conservation définit la tangente de l'angle de déphasage ($\tan\delta = \mathbb{E}^{''}/\mathbb{E}^{'}$). Il est souvent utilisé pour estimer la capacité d'amortissement du matériau. La température correspondante au maximum de $\tan\delta$ est souvent associée à la température de transition vitreuse (ou température de relaxation du matériau) [Sperling, 2005].

L'intérêt de la DMA est qu'elle permet d'accéder aux effets mécaniques de la transition vitreuse et de mettre en évidence, sous l'hypothèse des petites déformations, le caractère non élastique du matériau. La FIGURE 1.5 illustre les évolutions typiques du module élastique $\mathbb{E}^{'}$ (stockage) en fonction de la température T (FIGURE 1.5 (a)) et en fonction du module de perte $\mathbb{E}^{''}$ (diagramme Cole-Cole, FIGURE 1.5 (b)) Les résultats montrés ici à titre d'illustration sont issus d'une DMA appliquée à des échantillons de matrice de polyamide 6.6 en état sec directement prélevés sur plaque après moulage [Arif, 2014]. Les échantillons sont sollicités en flexion trois points sur une large plage de température s'étendant de -150 °C à 215 °C. La fréquence de sollicitation est fixée à 1Hz et la rampe de température à 1 °C/mm. Il a été observé une baisse rapide du module pendant la plage de la température de transition vitreuse, partant d'un pourcentage de 60% dans la zone vitreuse à un pourcentage de 20% au niveau de la zone caoutchoutique. Cette transition vitreuse prend une large zone de température allant de 40 °C jusqu'à 80 °C pour ce type d'échantillon sec. La tangente de déphasage (rapport de perte) donne une valeur médiane de transition vitreuse aux alentours de 68 °C.

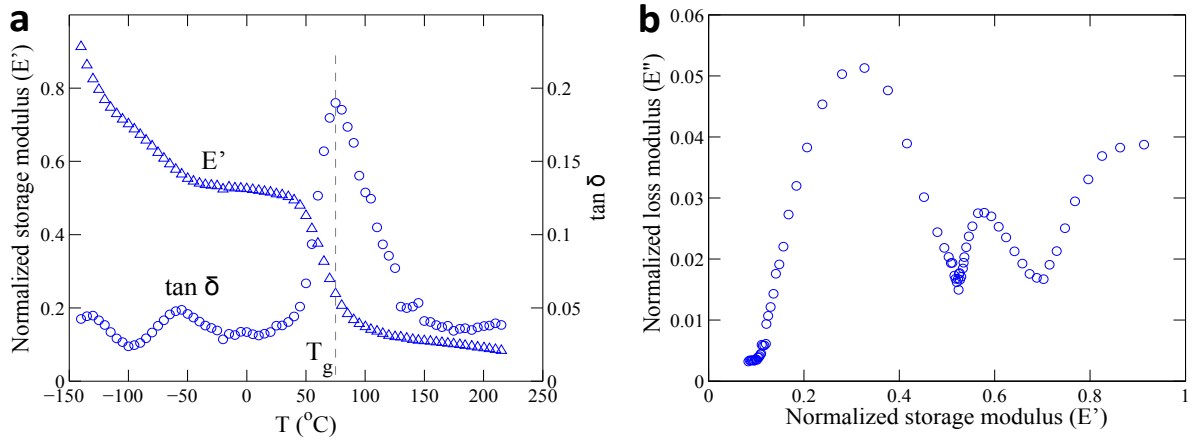

FIGURE 1.5 – *Évolutions typiques du module élastique $\mathbb{E}^{'}$ normalisé (stockage) en fonction de la température T (FIGURE 1.5 (a)) et en fonction du module de perte $\mathbb{E}^{''}$ normalisé (diagramme Cole-Cole, FIGURE 1.5 (b)) [Arif, 2014]*

1.1.1.6 Influence de la teneur en eau sur la transition vitreuse

Bien que la compréhension fine des mécanismes liés à la transition vitreuse soit encore l'objet d'études et discussions, il est unanimement reconnu que le domaine de transition vitreuse dépend fortement des niveaux d'humidité relative (RH) dans les polyamides, et en particulier pour le PA6.6. En effet, la présence d'eau au sein du polymère engendre un phénomène de plastification du réseau macromoléculaire. Cela peut se traduire par une diminution de la température de transition vitreuse. Ce phénomène a été mis en évidence par plusieurs études (voir par exemple [Hassan *et al.*, 2011]). La FIGURE 1.6 illustre cette influence de la teneur en humidité sur la température de transition vitreuse T_g dans le cas de polyamide 6.6 renforcés à 35% en masse de fibres de verre courtes [Launay *et al.*, 2013]. La température de transition vitreuse T_g décroit lorsque la teneur en eau RH augmente. Les résultats indiquent une valeur de T_g proche de 65 °C pour un matériau sec, tandis que pour un matériau conditionné à 50% d'humidité relative cette température de transition vitreuse descend autour des 30 °C, voire les 20 °C.

La présence de molécules d'eau au sein du polymère modifie donc fortement le comportement mécanique du composite même s'il est maintenu à une température constante, passant d'un comportement plutôt fragile à bas taux d'humidité relative à un matériau ductile, en partie caoutchoutique pour de forts taux d'humidité. Sur un plan microstructural, les molécules d'eau s'insèrent dans le réseau macromoléculaire, affaiblissent les liaisons secondaires en écartant les groupements polaires liés par les ponts hydrogènes. Elles augmentent la mobilité moléculaire et affaiblissent la cohésion mécanique du système.

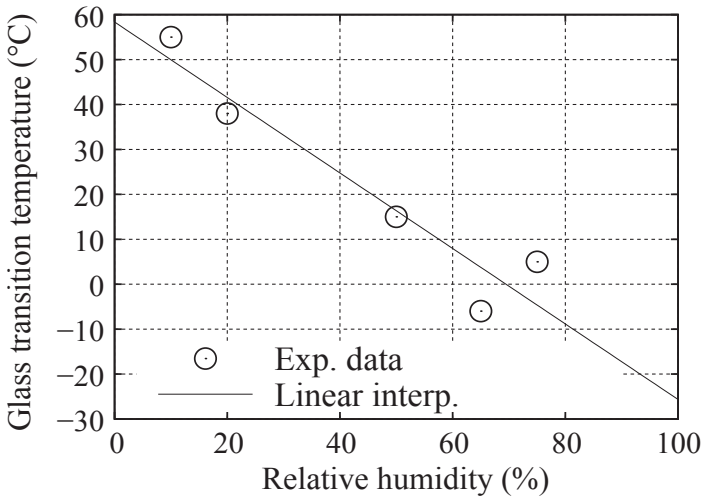

FIGURE 1.6 – *Influence de l'humidité relative sur la température de transition vitreuse T_g dans le cas d'un polyamide 6.6 renforcé à 35% en masse de fibres de verre courtes [Launay et al., 2013].*

1.1.1.7 Principe d'équivalence temps-température

Dans certaines plages de temps et de températures, les polymères thermoplastiques ont un comportement thermomécanique qui vérifie une certaine règle d'équivalence appelée équivalence temps (ou fréquence)-température. Cette règle stipule que le passage d'une caractéristique comportementale $\mathscr{F}$ ($\mathscr{F}$ peut être le module de conservation $\mathbb{E}^{'}$, le module perte $\mathbb{E}^{''}$, etc) à température courante T à un comportement à température de référence T_o revient à multiplier l'échelle du temps par un facteur de glissement $a_{(T\rightarrow T_o)}$ uniquement fonction des deux températures. Ce qui peut s'exprimer par l'égalité suivante pour des couples temps/température différents :

$$\mathscr{F}\left(T_o, t\right) = \mathscr{F}\left(T, t.a_{(T\rightarrow T_o)}\right). \tag{1.1}$$

La règle semble donc intéressante et a des conséquences et un intérêt considérables en termes d'application. Elle repose essentiellement sur la construction d'une courbe appelée «maîtresse» représentant le comportement à la température de référence et s'étendant sur une plage de temps très large [Ferry, 1980, Perez, 2001]. Cette courbe est construite en décalant par rapport à une température de référence T_o, les courbes des autres températures T_1 et T_2 (cf. FIGURE 1.7).

Eq. (1.1) montre qu'en connaissant la fonction $\mathscr{F}$ à la température T_o et le facteur de translation $a_{(T_1\rightarrow T_o)}$ (ou $a_{(T_2\rightarrow T_o)}$), on peut construire la courbe isotherme de $\mathscr{F}$ pour une température T_1 (ou T_2). Notons que l'obtention d'un facteur de glissement thermique $a_{(T\rightarrow T_o)}$

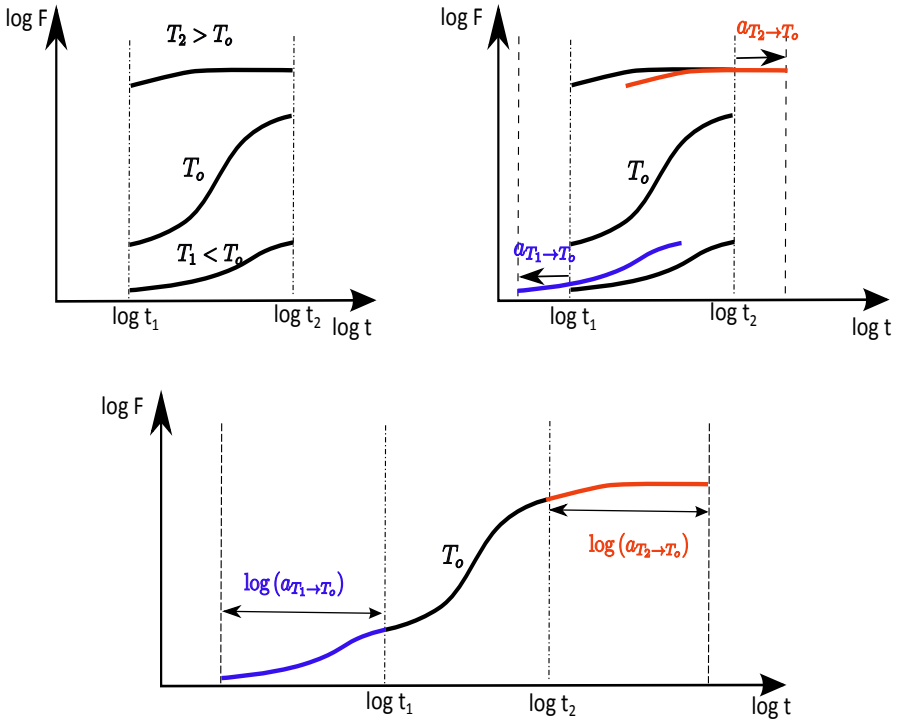

FIGURE 1.7 – *Schéma représentant le principe d'équivalence temps-température et la courbe maitresse en échelle logarithmique du temps.*

quelle que soit la température T, ne signifie pas que ces facteurs $a_{(T \to T_o)}$ obéissent à une loi unique de dépendance en température. Les principales lois de dépendance en température sont la loi d'Arrhenius [Arrhenius, 1889] et la loi WLF (Williams-Landel-Ferry) [Williams *et al.*, 1955].
La loi d'Arrhenius repose sur la théorie du saut des molécules entre une barrière d'énergie $\mathbb{E}_a$. Cette énergie représente l'énergie à atteindre pour passer d'une conformation moléculaire à une autre. En définissant $\mathscr{R}$ la constante universelle des gaz parfaits et T_o une température de référence en échelle absolue, la dépendance du facteur de translation $a_{(T \to T_o)}$ traduit la loi d'Arrhenius suivante [Navi et Heger, 2005] :

$$\log\left(a_{(T \to T_o)}\right) = \frac{\mathbb{E}_a}{\mathscr{R}}\left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_o}\right). \tag{1.2}$$

William Landel et Ferry ont montré que ce facteur de translation thermique peut aussi s'obtenir par la relation suivante :

$$\log\left(a_{(T \to T_o)}\right) = \frac{C_1\,(T - T_o)}{C_2 + (T - T_o)}, \tag{1.3}$$

où C_1 et C_2 sont des constantes dépendantes du polymère étudié. Souvent, la température de transition vitreuse T_g est prise comme température de référence.

Notons également que d'autres chercheurs tentent d'appliquer ce même raisonnement sur des polymères sensibles à l'humidité, les effets de l'humidité sur le comportement mécanique étant très proches de ceux de la température [Launay, 2011, Arif, 2014]. Il s'agit alors de

construire d'autres «surfaces» maîtresses traduisant une équivalence temps-température-humidité relative [Reimschuessel, 1978, Fabre *et al.*, 2014].

1.1.2 Renforcement des polymères par des fibres de verre

1.1.2.1 Type des renforts

En raison de leurs propriétés physico-chimio-mécaniques intéressantes et de leur coût modéré, les fibres de verre-E constituent le renfort le plus utilisé dans les matériaux composites. Elles représentent plus de 95% du marché mondial des fibres de verre de renforcement. Elles sont constituées principalement de silice SiO_2 comme agent vitrifiant. Elles contiennent également de l'oxyde de sodium CaO pour abaisser la température de fusion et de l'oxyde d'aluminium Al_2O_3 pour améliorer les propriétés mécaniques. Le Tableau 1.1 indique la composition chimique principale des verres-E.

Tableau *1.1* – *Composition chimique principale des verres-E.*

Oxyde	SiO_2	Al_2O_3	CaO	MgO	Na_2O_3	B_2O_3	Fe_2O_3	TiO_2
Pourcentage	53-55	14-15	17-23	1	0.8	0-8	0.3	0.5

Les fibres de verre sont des matériaux isotropes dont la structure est amorphe. Leur température de fusion peut aller jusqu'à 1750 °C et leur masse volumique reste relativement faible de l'ordre de ρ= 2.5 g.cm^{-3}. Généralement, le renfort des composites peut être réalisé par le moyen de fibres longues avec une longueur de l'ordre de la dizaine de millimètres, ou par des fibres courtes dont la longueur se situe entre 0.1 et 1 mm. Le renforcement par des fibres longues est le plus souvent réservé aux applications de hautes performances, tandis que celui des fibres courtes est généralement dédié aux applications plus courantes. L'adjonction de fibres longues améliore la résistance à la rupture en fatigue et diminue la tendance au fluage du matériau [Wyzgoski et Novak, 1995, Chevali et Janowski, 2010]. L'augmentation de la longueur des fibres influence également le taux de croissance des fissures ainsi que le taux d'énergie dissipée en fatigue [Cuadra, 2012].
Nous verrons plus précisément dans le chapitre 5 la contribution des renforts aux propriétés mécaniques et énergétiques des matériaux d'étude ainsi que l'influence de leur orientation sur les cinétiques des bilans énergétiques.

1.1.2.2 Mise en oeuvre des thermoplastiques renforcés par des fibres de verre courtes

Les matériaux qui concernent cette étude sont les composites à matrice polyamide-6.6 renforcés de fibres de verre courtes. L'intérêt de ce type de composites est leur aptitude à être mis en forme par des procédés de fabrication dédiés aux thermoplastiques non chargés. Ces matériaux composites sont obtenus par un procédé d'injection de «compounds» à fibres courtes. Le procédé d'injection a fait l'objet de plusieurs études dans lesquelles de nombreuses descriptions détaillées peuvent être trouvées [Crowson *et al.*, 1980, Chung et Kwon, 1995, Zheng *et al.*, 1999, Lafranche *et al.*, 2005, Redjeb, 2007].

1.1.2.2.1 Fabrication des compounds à fibres courtes

La fabrication des compounds à fibres est la première phase de mise en oeuvre des composites thermoplastiques renforcés de fibres de verre courtes. Plusieurs méthodes de «compoundage» (mélange par fusion) existent essentiellement selon le mode d'introduction des fibres de verre. La méthode la plus utilisée [Zanella et Lucas, 2014] consiste à introduire en dosage séparé sur une extrudeuse à double vis la matrice polymère à l'entrée de l'extrudeuse (cf. Figure 1.8, groupe 1). Une fois la matrice polymère fondue, les fibres sont mises dans l'extrudeuse via un doseur un peu en aval de l'alimentation en polymère (groupe 2). Une fois le mélange homogénéisé, la matière obtenue est extrudée à travers une filière à joncs circulaires puis granulée, refroidie, séchée, triée et emballée dans le groupe 3.

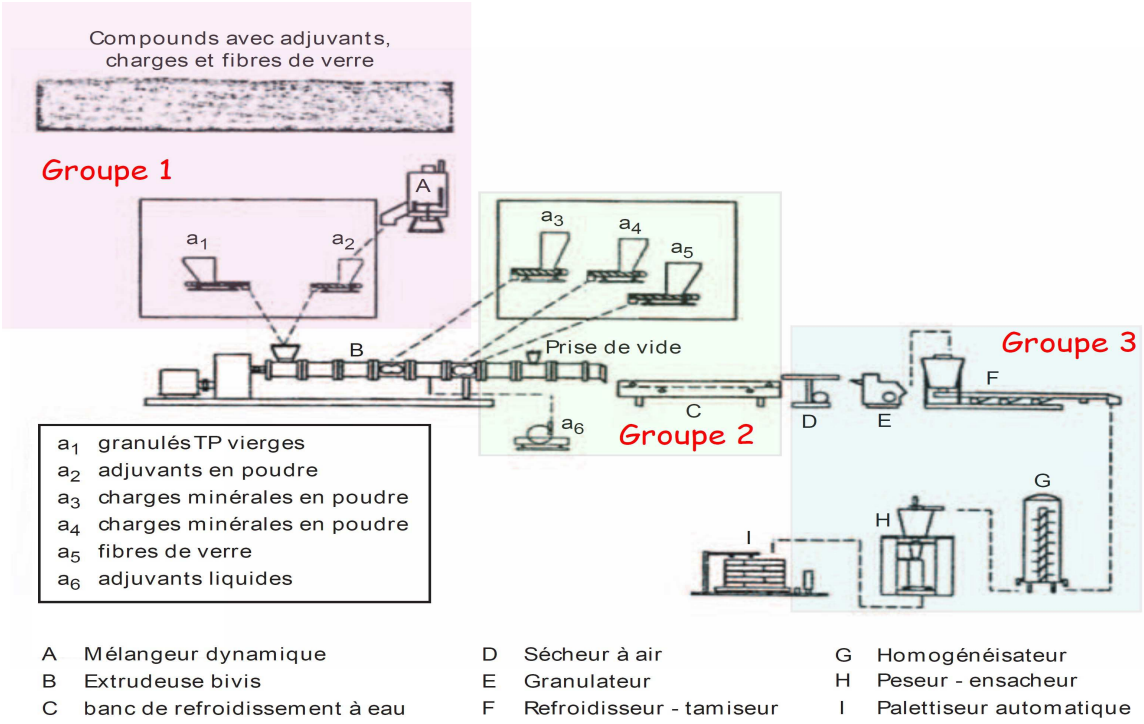

Figure 1.8 – *Ligne industrielle complète de «compoundage» des composites thermoplastiques renforcés de fibres de verre courtes [Zanella et Lucas, 2014].*

1.1.2.2.2 Mise en oeuvre des granulés thermoplastiques à fibres courtes

La mise en oeuvre des composites renforcés de fibres de verre est essentiellement réalisée grâce au moulage par injection (cf. Figure 1.9). L'idée consiste à injecter une matière fondue dans un moule (une cavité) dont les parois sont maintenues à une température inférieure à la température de solidification ou celle de transition vitreuse de la matière utilisée. La presse à injecter comporte deux unités : une unité de plastification dont le principe est similaire à celui d'une extrudeuse et une unité de fermeture qui assure les mouvements du moule (ouverture, fermeture et verrouillage). Dans l'unité de plastification, la matière est chauffée et fondue pour être injectée dans le moule. Le moule est fixé dans l'unité de fermeture et est régulé en température pour assurer le refroidissement de la matière à l'intérieur. Les granulés de matière (pour les matériaux chargés, les granulés sont constitués d'un enrobage

de polymère et de fibres) sont ainsi introduits dans le système d'extrusion constitué de vis tournant dans un fourneau chauffé. La chaleur dégagée aide à la plastification de la matière.

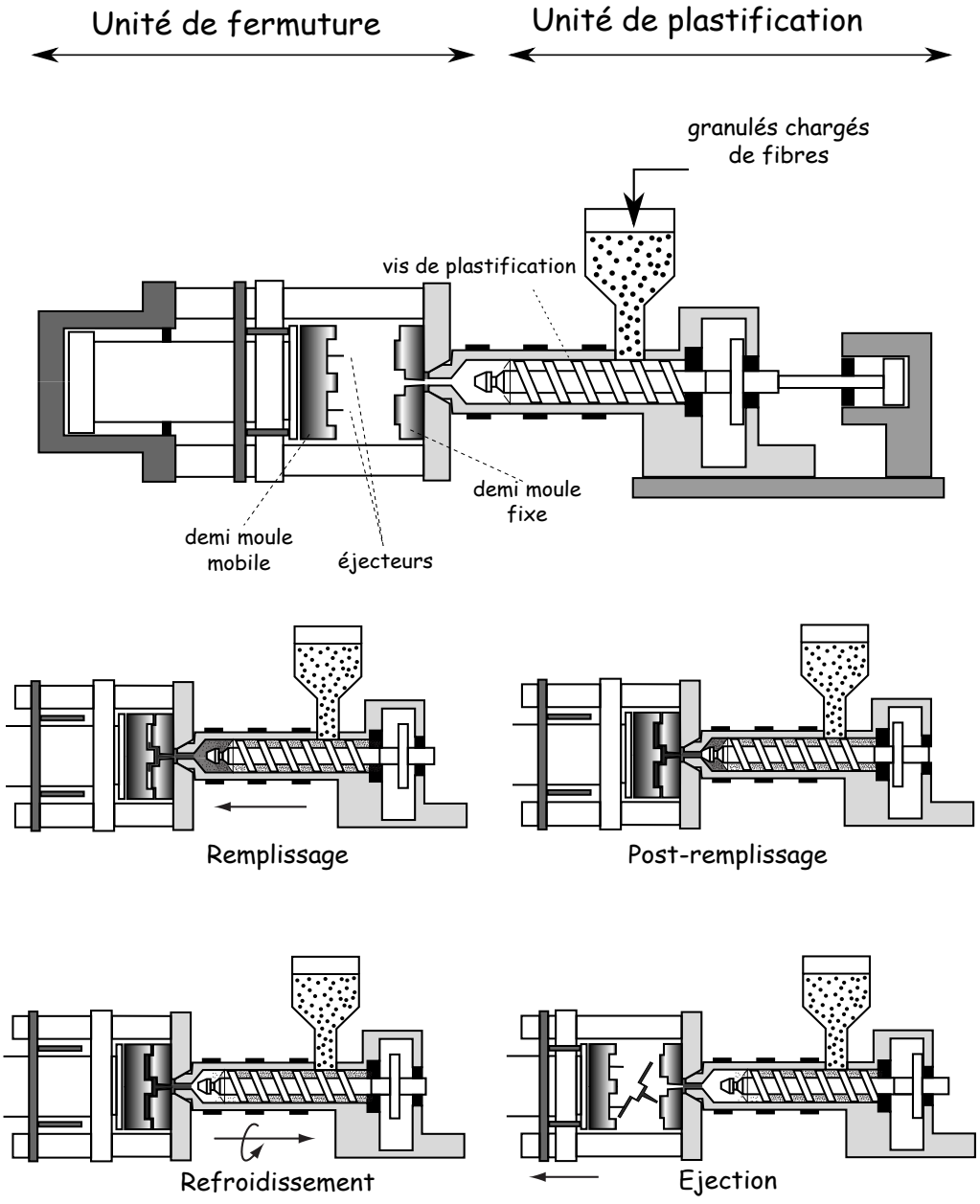

FIGURE 1.9 – *Schéma représentant la presse et les cycles d'injections [Ammar, 2001].*

Nous illustrons les différentes phases du procédé de moulage par injection à la FIGURE 1.9 :

- Dosage du moule : Les granulés, après leur plastification, sont amenés dans un système vis-fourreau, la matière est accumulée en tête de vis. Un cylindre hydraulique permet l'injection de la matière dans le moule. Après injection, le système vis-fourreau est alors reculé pour éviter un échauffement exagéré (la buse ne doit pas être en contact avec le moule chaud) pouvant entraîner des risques de retraits thermiques (contraintes thermiques résiduelles associées au refroidissement hétérogène) au sein du système

vis-fourreau, mais aussi pour pouvoir à nouveau remplir le cylindre hydraulique. Notons que la grande majorité des ruptures des fibres a lieu pendant le compoundage. Certaines fibres se cassent aussi pendant cette étape de dosage et conduisent à un matériau chargé de fibres de verre courtes.

- Remplissage du moule : Le mélange fondu remplit le moule en un temps très rapide (quelques secondes). Il est poussé, à vitesse contrôlée, par la vis qui joue le rôle de piston. Pendant cette phase de remplissage, les fibres s'orientent dans des directions privilégiées, créant une structure que l'on appelle communément coeur-peau (cf. Figure 1.10). Une valve anti-retour empêche le retour de la matière dans le système de la plastification.
- Compactage : Cette phase intermédiaire permet de figer autant que possible la matière dans le moule. Elle est réalisée en imposant une pression au sein de la cavité moulante. Cette mise en pression est réalisée via la vis, toujours utilisée comme piston.
- Refroidissement, ouverture, éjection et fermeture du moule : Le refroidissement commence en principe dès le premier contact avec le moule (phase de compactage) et se termine à l'extérieur. Une fois la pièce refroidie (figée suivant la géométrie du moule), le moule s'ouvre et la pièce est ensuite éjectée du moule. Ce dernier se referme pour le début d'un nouveau cycle.

Ce procédé de moulage par injection offre des avantages économiques intéressants en terme de quantité des pièces fabriquées. En revanche, les caractéristiques mécaniques et rhéologiques finales de ces pièces fabriquées sont généralement influencées, d'une part, par la dégradation du renfort fibreux, et d'autre part, par les hétérogénéités de répartition et de l'orientation très désordonnée des fibres. Les mécanismes régissant l'orientation des fibres en injection se manifestent principalement pendant la phase de remplissage (cette phase occupant environ un dixième du temps du cycle d'injection). C'est durant cette phase en particulier que nous analysons les différents paramètres influençant l'orientation des fibres.

1.1.2.2.3 Mise en oeuvre des matériaux d'étude

Dans un matériau thermoplastique chargé de fibres de verre, mis en forme par injection, on note une forte hétérogénéité de l'orientation des fibres le long de l'épaisseur de la structure finale. Différentes couches avec des orientations moyennes privilégiées des fibres peuvent être distinguées suivant l'épaisseur. Cette structure particulière est appelée structure coeur-peau (cf. Figure 1.10). Dans des conditions d'injection classiques, cette structure est caractérisée par la symétrie de ces couches par rapport au centre et la présence de 3 couches principales. Une couche de coeur dans laquelle les fibres sont orientées de manière perpendiculaire à la direction de l'écoulement, deux couches intermédiaires à l'intérieur desquelles les fibres sont orientées dans la direction de l'écoulement, et, enfin, deux autres couches de peau légèrement moins orientées que les couches intermédiaires (orientation aléatoire des fibres sur une très fine couche près de la paroi du moule).

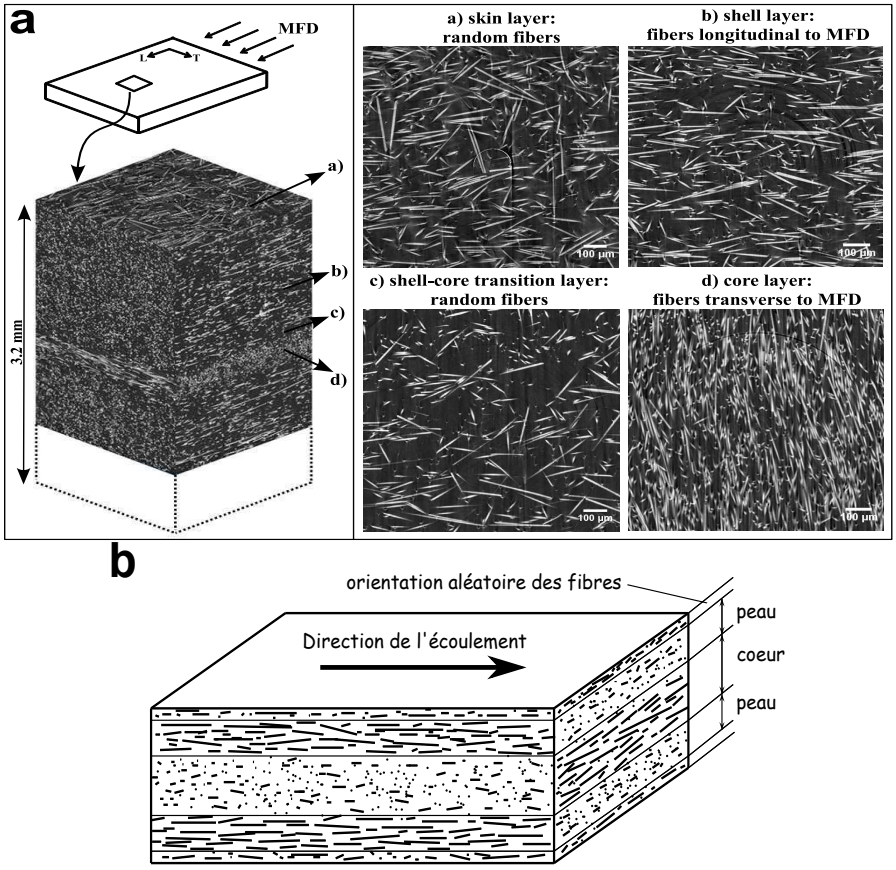

FIGURE 1.10 – *(a) Structure coeur-peau, observée par µCT aux rayons X (technique de tomographie non-destructrice utilisée pour retranscrire une image en trois dimensions d'un échantillon), d'un polyamide 6.6 renforcé à 30% en masse par des fibres de verre [Arif, 2014]. (b) Schéma représentant la structure coeur-peau [Horst et Spoormaker, 1997].*

1.1.2.3 Taux de fibres

Le taux de fibres v_{vr} est un paramètre majeur qui conditionne le comportement mécanique des polymères composites. Celui-ci est intrinsèquement lié à la rigidité des constituants par la loi des mélanges. Sa détermination passe souvent par le calcul de la masse volumique du composite. Celle-ci peut être déterminée par plusieurs méthodes de mesure telles que les techniques d'analyse d'images ou encore la double pesée (pycnométrie). La double pesée repose sur le principe de la poussée d'Archimède et suppose que la porosité est négligeable et que la masse de l'échantillon dans l'air est différente de celle dans une eau distillée :

$$\rho_c = \frac{m_a}{m_a - m_e}\rho_o, \tag{1.4}$$

avec ρ_c, m_a et m_e sont respectivement la masse volumique totale du composite, sa masse dans l'air et celle dans l'eau. Tandis que ρ_o représente la masse volumique de l'eau distillée à température ambiante.
Comme la masse volumique du composite est associée aux caractéristiques des constituants via la loi des mélanges, la fraction volumique du renfort est donc donnée par l'équation suivante :

$$v_{vr} = \frac{\mathscr{V}_r}{\mathscr{V}_r} = \frac{\rho_c - \rho_p}{\rho_r - \rho_p}. \tag{1.5}$$

De nombreux travaux de recherche se sont focalisés sur l'effet de la fraction volumique des fibres sur les propriétés mécaniques et physiques des composites polyamides renforcés de fibres de verre courtes ou longues. Dans la majorité de ces travaux (voir par exemple [Curtis *et al.*, 1978, Mouhmid *et al.*, 2006]), il a été montré que plus le taux de fibres est élevé et plus l'est la rigidité (Figure 1.11 (a) et (b)). Cette augmentation est toujours accompagnée d'une augmentation de la contrainte à la rupture (Figure 1.11 (c)) et d'une diminution de la déformation à la rupture (Figure 1.11 (d)).

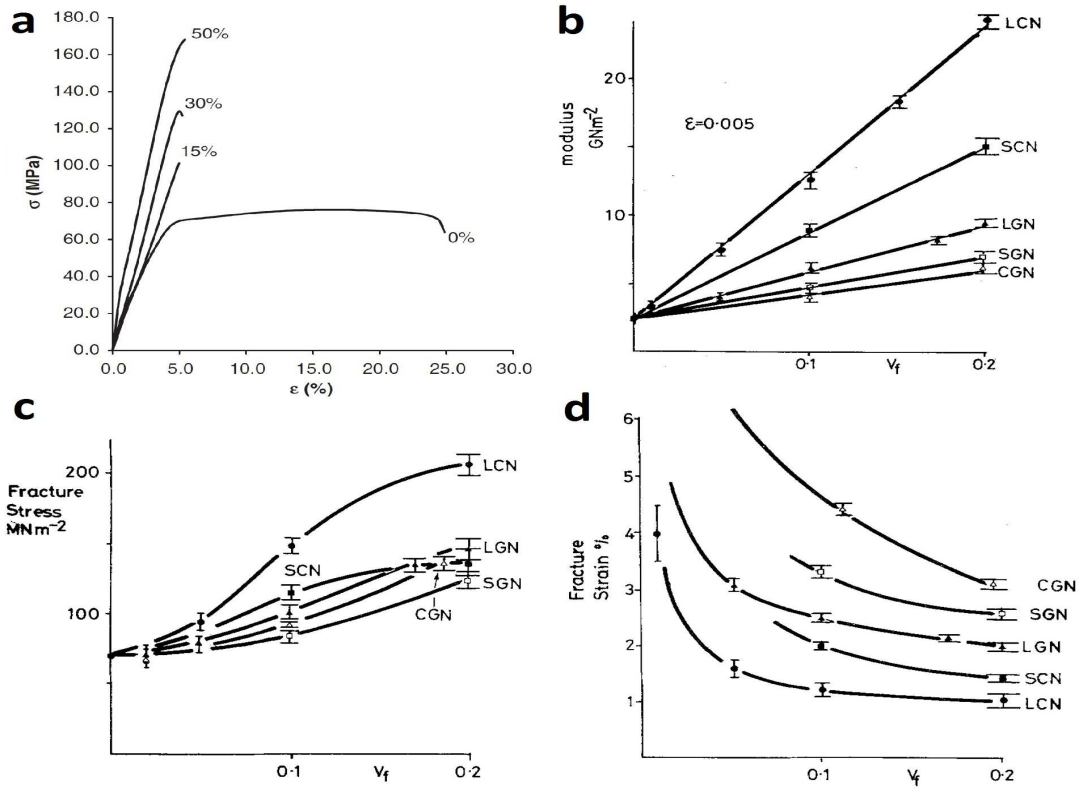

Figure 1.11 – *Taux des fibres conditionne le comportement mécanique des polymères composites. (a) Effet de la fraction volumique sur la rigidité d'un composite de PA6.6 renforcé avec différents taux massiques de renforts (0, 15, 30 et 50wt%) à 20 °C [Mouhmid* et al.*, 2006]. (b) Effet de la fraction volumique sur le module sécant pour des Nylon renforcés de fibres de verre courtes (SGN), de fibres de verre longues (LGN), de fibres de carbone courtes (SCN) et de fibres de carbone longues (LCN) [Curtis* et al.*, 1978]. (c) Effet de la fraction volumique sur la contrainte à la rupture et (d) sur la déformation à la rupture [Curtis* et al.*, 1978].*

1.1.2.4 Interface fibres-matrice

1.1.2.4.1 Adhésion de la fibre à la matrice

Une bonne adhésion de la fibre à la matrice s'avère indispensable pour assurer la continuité physique et la durabilité du matériau composite. Une forte adhésion assurant la liaison fibre-matrice empêche la formation des porosités et diminue l'accumulation de l'humidité. Cela permet une bonne transmission d'efforts de la matrice aux fibres par l'intermédiaire de l'interface. L'adhésion est généralement traitée selon une technique appelée ensimage,

émulsion huileuse à base d'agents de couplage organosilanes. Les agents de couplage établissent des ponts chimiques hydrolytiquement stable avec le verre permettant de déplacer ou de repousser les molécules d'eau de la surface du verre [Plueddeman, 1970] et surtout d'améliorer l'adhésion. Il faut toutefois savoir que malgré la très bonne amélioration interfaciale, l'action des agents de couplage peut ne pas suffire à optimiser le transfert de charge à l'interface. Le rajout d'autres agents devient parfois indispensable pour favoriser et améliorer l'interface fibre-matrice. Par exemple, les agents filmogènes peuvent assurer la protection des fibres de verre contre l'abrasion pendant la mise en oeuvre des composites. Des agents lubrifiants peuvent favoriser l'imprégnation des fibres et apporter protection et lubrification des fibres. Le traitement chimique des fibres de verre ne doit donc pas se contenter de l'action des agents de couplage car les autres agents ont aussi un rôle bien défini. Un compromis entre les différents agents doit être trouvé pour bien choisir l'agent approprié permettant un bon revêtement chimique et physique de l'interface fibre-matrice. Les formulations et les principaux constituants des traitements d'interface diffèrent d'un fabricant à l'autre et demeurent secrets et propres à chaque fabricant. Dans leurs travaux sur le vieillissement du polyamide 6.6 renforcé de fibres de verre, [Rudzinski *et al.*, 2011] ont étudié l'importance du choix de l'ensimage pour limiter la dégradation des propriétés mécaniques des polyamides 6.6 renforcés de fibres de verre courtes (PA6.6 RFVC) à haute température (Figure 1.12, (a) pour 140 °C, (b) pour 160 °C et (c) pour 180 °C).

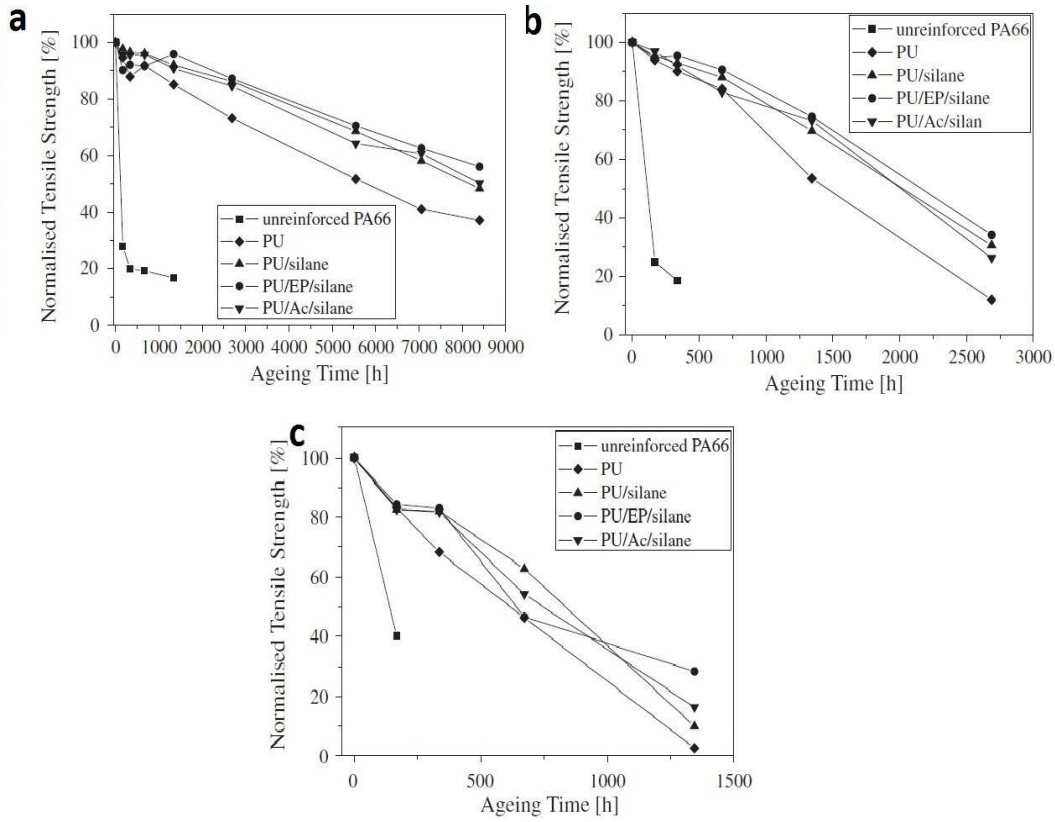

Figure 1.12 – *Influence que peut avoir le traitement de surface sur les propriétés mécaniques. Résistance à la traction normalisée en fonction du temps de vieillissement pour différents types d'ensimage aux différents niveaux de température (a) 140 °C, (b) 160 °C et (c) 180 °C [Rudzinski et al., 2011].*

1.1.2.4.2 Mécanismes d'endommagement et rupture dans les PA6.6 RFVC

Endommagement et rupture en traction :

Les mécanismes menant à la rupture en traction monotone dans un polyamide 6.6 renforcé par des fibres de verre courtes ont été décrits par [Sato *et al.*, 1991]. Ces auteurs ont proposé un scénario de rupture en 5 étapes, basé sur des observations microscopiques et des mesures d'émissions acoustiques (cf. FIGURE 1.13). Il s'agit donc d'une *1)* initiation de fissure à l'interface fibres-matrice en bout des fibres, d'une *2)* propagation des fissures dans la matrice le long de l'interface, d'une *3)* initiation des craquelures interfaciales accompagnées d'une déformation plastique de la matrice. Ces craquelures interfaciales ont été poursuivies par une *4)* ouverture et une propagation lente des fissures à travers la bande de liaison interfaciale accompagnée d'une déformation plastique et d'une rupture ductile et puis finalement *5)* d'une propagation instable avec une rupture fragile, car l'interface le long des fibres a déjà été endommagée lors des étapes précédentes. Pendant toutes ces observations, il a été remarqué que les fibres ne se déchaussaient et qu'elles ne cassaient pas même lors du stade final de la rupture.

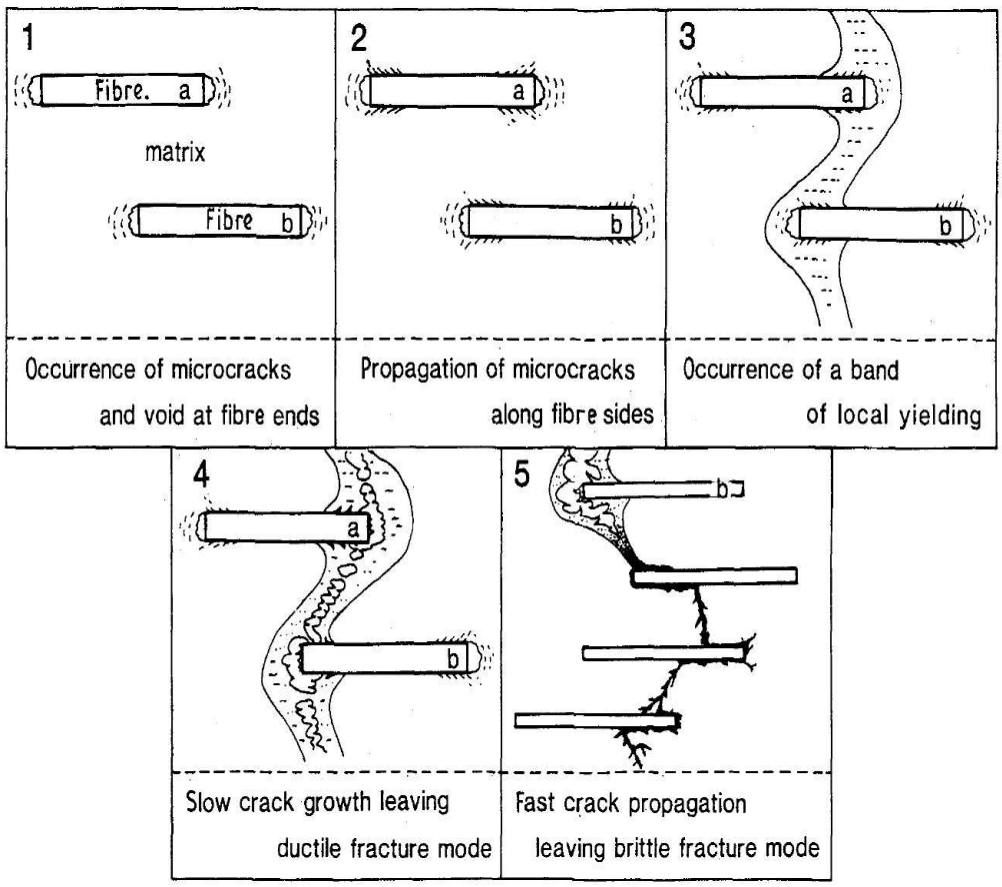

FIGURE 1.13 – *Modèle de processus de micro-défaillance lors de la traction d'un composite renforcé par des fibres courtes dispersées de façon aléatoire [Sato et al., 1991].*

D'autres chercheurs se sont également intéressés aux mécanismes d'endommagement dans

les polyamides 6.6 renforcés de fibres de verre courtes. En guise d'exemple, on peut citer les travaux de [Arif, 2014], qui étudient l'effet de l'humidité relative sur les mécanismes d'endommagement et leur influence sur le comportement mécanique globale des polyamides renforcés. Dans ces travaux, les mécanismes d'endommagement sont analysés par le moyen des essais in situ au MEB sous chargement monotone (flexion 3 points) pour des échantillons composites conditionnés à trois niveaux d'humidité relative (RH0, RH50 et RH80). Les résultats montrent que l'endommagement est d'autant plus rapidement que les niveaux d'humidité relative sont importants. Selon les auteurs, l'endommagement s'initie dans l'interface fibre/matrice en bout de la fibre, résultat conforme au scénario de rupture proposé par Sato. Toutefois, l'endommagement peut également s'initier dans d'autres endroits dans lesquels les fibres sont relativement proches les unes les autres. Ces mécanismes d'endommagement, proposés par les auteurs, sont illustrés dans la FIGURE 1.14.

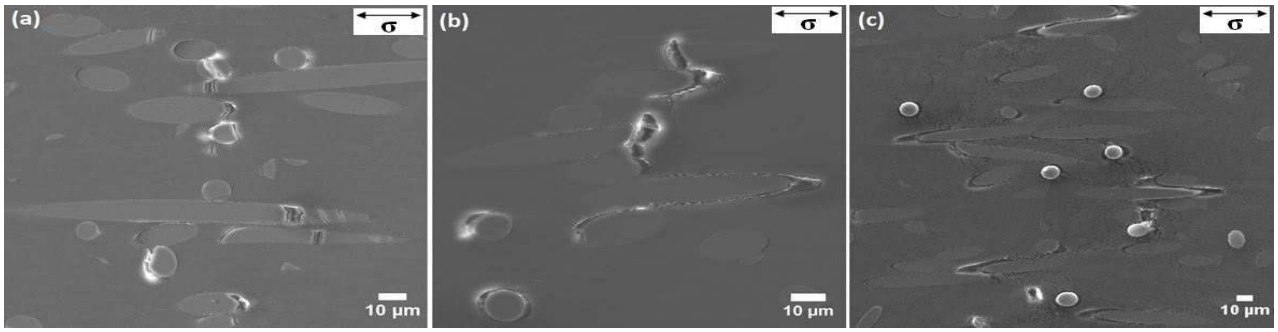

FIGURE 1.14 – *Mécanismes d'endommagement dans le cas des polyamides 6.6 renforcés de fibres de verre courtes pour les trois niveaux d'humidité relative (a) échantillon sec à 95% de la contrainte de rupture finale (contrainte en flexion proche de celle de la rupture), (b) échantillon conditionné à RH50 à 98% de la contrainte de rupture finale et (c) échantillon conditionné à RH80 à 98% de la contrainte de rupture finale [Arif, 2014]. En comparant les zones endommagées pour les trois échantillons aux différentes teneur en eau, on remarque que le nombre de zones où l'endommagement se localise augmente avec l'humidité relative.*

Endommagement et rupture en fatigue :

Généralement, la qualité de l'interface influence considérablement la durée de vie en fatigue des composites thermoplastiques. Dans des études réalisées par [Horst et Spoormaker, 1997], il a été montré que l'interface d'un polyamide 6.6 renforcé de fibres de verre courtes subit des efforts de cisaillement accompagnés par un déchaussement des fibres à la rupture, un comportement typiquement associé à une rupture ductile (FIGURE 1.15). Les auteurs étudient donc la tenue en fatigue du composite renforcé et proposent ainsi un scénario de rupture en quatre étapes. D'abord, *i)* l'endommagement s'initie à l'endroit de la plus haute intensité de contrainte, plus précisément aux extrémités des fibres. En bout de fibre, l'interface est plus faible dès qu'aucun revêtement ou agent de couplage, n'est présent. En effet, selon les auteurs, cette absence est dû au fait que les fibres ont été cassées lors du moulage par injection. Ensuite, *ii)* les vides se développent le long des parois des fibres ou à des fibres fracturées pendant le processus d'endommagement. Cela permet sans doute de réduire l'action des agents de couplage ainsi que celle des renforts. Par conséquent, *iii)* les vides croissent et des microfissures apparaissent. Leur extension dépend de l'orienta-

tion des fibres, de la ductilité de la matrice ainsi que du degré de cohésion interfaciale. À ce stade, Les mécanismes de dégradation sont les suivants : la séparation des fibres de la matrice le long des interfaces des fibres, la déformation et la rupture de la matrice entre les fibres, le déchaussement des fibres de la matrice et la rupture des fibres transverses à l'axe de fissuration. La dernière étape est *iv)* l'association des microfissures qui restent pontées par la matrice ou par les fibres. Ces microfissures peuvent rejoindre les extrémités des fibres voisines mais aucune fissure complète ne peut se développer. Cela traduit un comportement ductile de la rupture en fatigue.

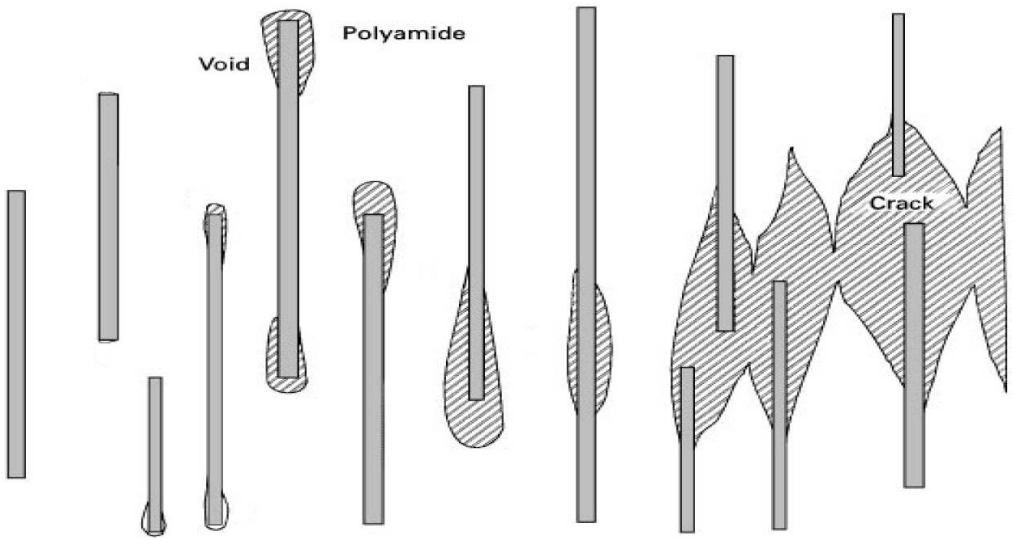

Figure 1.15 – *Mécanismes menant à la rupture en fatigue montrant l'évolution de l'endommagement (de gauche à droite) d'un polyamide thermoplastique (PA6) contenant 30% de fibres de verre [Horst et Spoormaker, 1997].*

Des observations SEM, réalisées toujours par [Horst et Spoormaker, 1996], montrent encore les différences qui peuvent exister entre surfaces de rupture dans des expériences de fatigue et d'autres en traction. Ils supposent que la cause principale de ces différences reste fortement liée à une différence de ductilité de la matrice. Dans les essais de fatigue, la ductilité de la matrice est omniprésente (un déchaussement des fibres sous un effet de cisaillement), tandis que dans les expériences en traction, cette ductilité est pratiquement absence. Selon les auteurs la bonne tenue en fatigue du composite dépend non seulement de la résistance au cisaillement de l'interface mais encore de sa résistance en traction. Pour Horst et Spoormaker, c'est là, la principale différence entre le chargement de fatigue et de traction.

1.1.2.4.3 Influence de la température et de la teneur en eau sur le comportement à l'interface

Selon [Noda *et al.*, 2001] les mécanismes d'endommagement dans les polyamides 6.6 renforcés de fibres de verre courtes sont profondément affectés par la variation de la température. Pour étudier l'effet de température, l'auteur réalise ses études sur une plage de température allant de 0 °C jusqu'au 140 °C et sur un échantillon sec de la matrice polyamide 6.6. Les trois plateaux concernant les domaines d'état : vitreux, transition vitreuse et caoutchoutique, ont donc été parcourus. Noda propose deux mécanismes régissant la ruine en fatigue.

Il montre d'abord que si la température est inférieure à celle de la transition vitreuse, des formations de micro-vides et une propagation de microfissures apparaissent généralement aux extrémités des fibres où les concentrations de contraintes sont élevées, comme l'indique la FIGURE 1.16(a). Les extrémités des fibres à ce stade sont faiblement liées à la matrice en raison de l'absence de traitement de surface. Puis, une croissance rapide de la fissure de manière fragile généralement perpendiculaire à la direction de chargement a été observée, entraînant ainsi la rupture finale de l'éprouvette. Tandis que dans le cas où la température est supérieure à T_g, les micro-vides se propagent grâce à la décohésion fibre-matrice et au déchaussement le long des fibres avec un comportement typiquement associé à une ruine ductile. En effet, on assiste toujours à une formation de vides principalement aux têtes des fibres. En revanche, le décollement des fibres se fait cette fois-ci le long des côtés de la fibre entraînant une déformation de la matrice entre les fibres, comme peut l'indiquer la FIGURE 1.16 (b). Cette propagation de micro-vides permet de former des murs de fissure, appelés «crack walls».

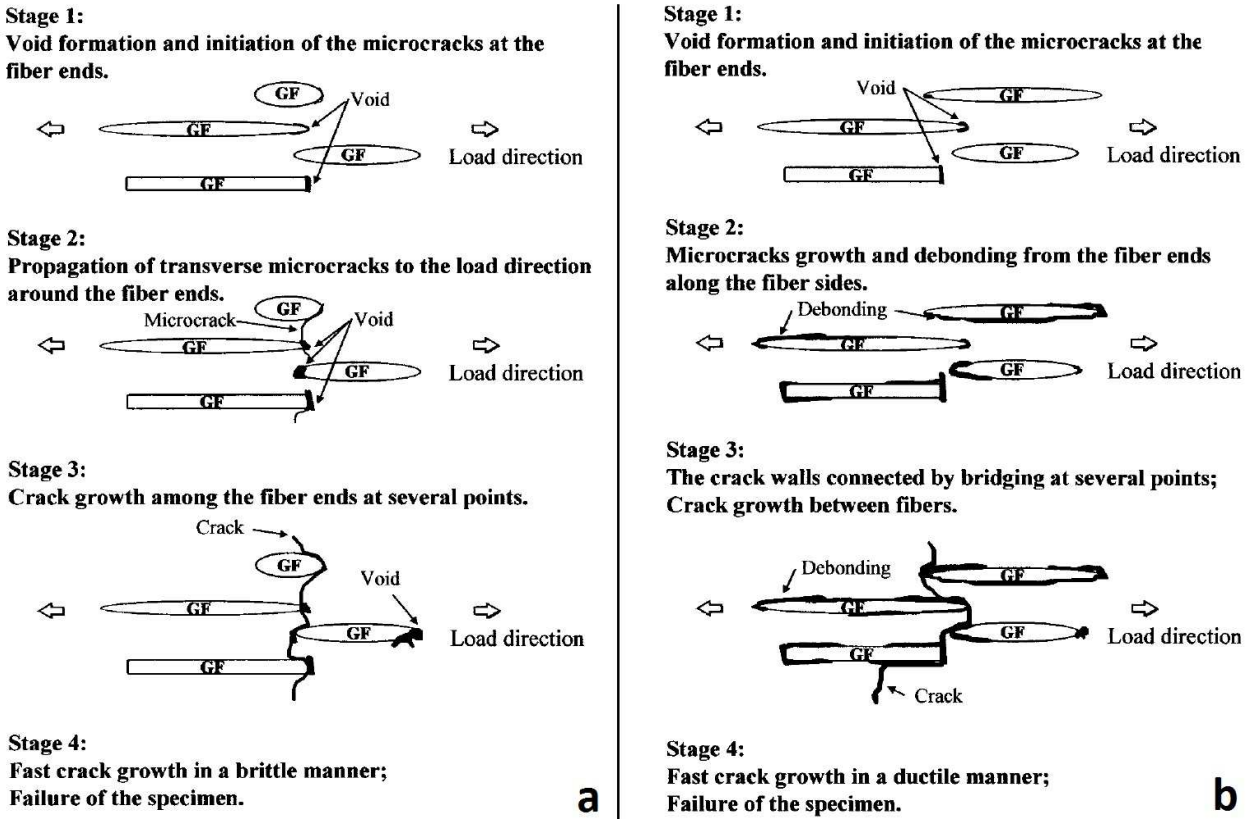

FIGURE 1.16 – *Description schématique des mécanismes d'endommagement en fatigue lorsque (a) $T < T_g$ et (b) $T > T_g$ [Noda et al., 2001].*

D'autres chercheurs se sont intéressés au vieillissement hygrothermique des matériaux composites à matrice polyamide. Dans une première phase, ils tentent d'abord d'identifier les causes de vieillissement et parviennent à la conclusion que les facteurs les plus importants, autres que les cavitations et les micro-vides, sont l'absorption d'eau et l'état de contrainte auquel est soumis le matériau. Il a été montré que la reprise en eau a un effet significatif sur

le comportement mécanique du polyamide 6.6 renforcé de fibres de verre [Bergeret *et al.*, 2001, Launay *et al.*, 2013, Arif *et al.*, 2014a, Arif *et al.*, 2014b, Bergeret *et al.*, 2009]. L'effet plastifiant de l'eau rend la matrice polyamide plus ductile et fragilise la liaison fibre-matrice.
Nous avons donc jusqu'à présent étudié la nature physico-chimique ainsi que la microstructure complexe de la matrice thermoplastique polyamide 6.6. La littérature met en avant plusieurs échelles où la microstructure joue un rôle important. En effet, différentes échelles d'observation ont été distinguées allant de l'échelle nanométrique (échelle de la maille cristalline) jusqu'à l'échelled micronique (échelle des sphérolites). Les caractéristiques structurales à ces divers échelles varient, de plus, en fonction des conditions de mise en forme et en fonction de la température. Nous avons donc par la suite répertorié les mécanismes d'endommagement et de rupture influençant le comportement interfacial des composites de PA6.6. L'état de l'art sur les interfaces fibres-matrice montre clairement un effet de la température et de la teneur en eau sur le comportement à l'interface ainsi que sur la tenue en fatigue. Les pertes de propriétés de la matrice ou même du composite pendant l'exposition à l'environnement humide peuvent donc être attribuées à plusieurs types de dégradations de la fibre, de la matrice et de l'interface fibre-matrice. D'autres dégradations peuvent quant à elles être une conséquence de la reprise en eau (plastification) de la matrice qui a généralement pour conséquence un abaissement de la température de transition vitreuse. Cet abaissement en T_g affecte fortement le comportement mécanique et énergétique de la matrice du polyamide 6.6.
Il ressort donc qu'une analyse fine des phénomènes dissipatifs liés aux transformations micro-structurales par des techniques d'imagerie est une voie intéressante pour améliorer et mieux comprendre les mécanismes de déformation et de dégradation associés aux composites renforcés de fibres de verre. La suite du chapitre analyse les travaux de la littérature relatifs à la réalisation de bilan d'énergie au cours de processus de déformation.

1.2 Généralités sur les bilans énergétiques

1.2.1 Introduction

Lorsqu'un matériau est soumis à des transformations non élastiques, l'énergie de déformation qui lui est fournie est le plus souvent en partie "dissipée" tandis que la partie restante étant "bloquée" au sein du matériau. La partie dissipée représente la source d'entropie associée aux irréversibilités qui accompagnent le processus de déformation du matériau tandis que l'énergie bloquée traduit les variations d'énergie interne associées aux transformations microstructurales du matériau. L'énergie bloquée peut être libérée durant des processus de recouvrance ou de restauration comme la recristallisation. L'évaluation de ces variations d'énergie interne est difficilement accessible expérimentalement de façon directe. On peut l'obtenir via une estimation de l'énergie mécanique fournie pour déformer le matériau et via des chaleurs mises en jeu par dissipation. L'énergie bloquée est alors calculée en effectuant la différence entre l'énergie de déformation et l'énergie dissipée. Sur le plan expérimental, le problème consiste donc à déterminer, via des mesures cinématiques (et sthéniques), l'énergie de déformation nécessaire à la déformation du matériau [Wattrisse, 1999, Wattrisse *et al.*, 2001a, Wattrisse *et al.*, 2001b], et de l'autre côté à déterminer les sources de chaleur ayant pour origine la dissipation. Une difficulté supplémentaire est que ces sources dissipatives ne sont pas seules manifestations calorimétriques accompagnant la déformation, des sources induites par les couplages thermomécaniques peuvent coexister (en étant souvent même prépondérantes en terme d'intensité) [Boulanger *et al.*, 2003, Boulanger, 2004, Boulan-

ger *et al.*, 2004]. Ceci montre bien le caractère délicat de ce type d'analyse énergétique mais les enjeux sont importants en terme d'identification de modèles de comportement les énergies bloquée et dissipée étant respectivement liées aux équations d'état et d'évolution [Rosakis *et al.*, 2000, Chrysochoos *et al.*, 2010].
De nombreuses méthodes permettant la mesure des sources de chaleur et de l'énergie bloquée existent dans la littérature. Les lecteurs intéressés sont invités à consulter [Bever *et al.*, 1973], où une large bibliographie sur les méthodes d'évaluation de l'énergie bloquée peut y être trouvée.

1.2.2 Historique sur les bilans énergétiques

Historiquement, la réalisation de bilan d'énergie sur des matériaux en cours de déformation a débuté avec les métaux et alliages métalliques. Tresca [Tresca, 1879], Farren et Taylor [Farren et Taylor, 1925] et Taylor et Quinney [Taylor et Quinney, 1934] ont été parmi les premiers à avoir constaté que lors d'une transformation plastique, l'énergie mécanique fournie n'est pas entièrement convertie en chaleur. Dans leurs travaux, ils montrent qu'une partie de l'énergie anélastique « plastique » reste bloquée dans le matériau. Ils parlent alors de «latent heat of cold work». Pour estimer indirectement cette "chaleur latente", les auteurs cherchent à évaluer la proportion de l'énergie anélastique convertie en chaleur lors du chargement d'éprouvettes d'acier doux et de cuivre pur, soumises à différentes déformations plastiques en torsion monotone rapide. Ce rapport est devenu fameux et porte désormais le nom de ses auteurs. Durant leurs expériences, ils mesurent les chaleurs induites par la déformation en plongeant dans un calorimètre l'échantillon, immédiatement après la fin de l'essai réalisé lui-même très rapidement (essai adiabatique). L'énergie de déformation est évaluée comme étant l'aire sous la courbe de torsion. Les premières estimations du coefficient de Taylor-Quinney restent à peu près constantes autour de 0.9.
En 1962, Dillon [Dillon, 1963] effectue le même type de bilan sur des tubes d'aluminium soumis à des oscillations de torsion puis lors d'essais cycliques de type fatigue. Les grandeurs cinématiques sont mesurées à l'aide de jauges de déformation et les évolutions de température sont déterminées par des thermocouples. Les mesures couplées de grandeurs cinématiques et thermiques permettent à l'auteur de déterminer la proportion d'énergie anélastique convertie en chaleur lors d'un cycle de chargement. Malgré les faibles variations constatées en température, l'auteur montre que les variations d'énergie calorifique (dissipée) sont du même ordre de grandeur que l'énergie anélastique fournie. Par la suite, d'autres auteurs ont suivi la même voie et ont pu réaliser des bilans énergétiques sur des polymères [Rittel, 1999] ou encore sur des métaux [Mason *et al.*, 1994, Hodowany *et al.*, 2000] en utilisant une variété de techniques expérimentales telle que la thermographie, les thermocouples embarqués ou encore les détecteurs infrarouges à grandes vitesses.

1.2.3 Utilisation de la calorimétrie pour l'estimation des sources de chaleur

Dès l'arrivée des premières caméras infrarouges sur les marchés civils à la fin des années 1970, la thermographie infrarouge a été utilisée par pour des applications dédiées principalement à l'analyse de la dissipation et des contraintes au voisinage de l'extrémité des fissures [Nayroles *et al.*, 1981] et [Brémond, 1982]. Peu après, Chrysochoos [Chrysochoos,

1985] utilise une technique calorimétrique pour mesurer l'énergie dissipée dans des éprouvettes de duralumin (AU4GT4) soumises à une traction monotone quasi statique en grandes déformations. Il observe une décroissance de la proportion de l'énergie bloquée avec la déformation plastique. Plus tard en 1989, Chrysochoos et al. [Chrysochoos *et al.*, 1989] étudient le comportement énergétique des aciers XC38 et A316L en utilisant une caméra infrarouge équipée d'un système de numérisation du signal vidéo, adaptable aux PC de l'époque. En 1998, Rajeev Kappor & Sia Nemat-Nasser [Kapoor et Nemat-Nasser, 1998] utilisent cette technique de thermographie infrarouge sur des alliages de Ta-2.5%W. Les mesures infrarouges indiquent une conversion de 70% de l'énergie de déformation en chaleur. L'estimation de cette conversion est faite également pour d'autres matériaux tels que l'acier 1018, 6061 A1 et cuivre OFHC.
En 2000, Rittel [Rittel, 2000] étudie les changements transitoires de la température à la pointe d'une fissure chargée dynamiquement dans un matériau fragile comme le polymethylmethacrylate (PMMA). Il montre l'effet des sources thermoélastiques sur l'initiation de la fissure. Bjerke et al. [Bjerke *et al.*, 2002] étudient le rôle de la déformation plastique dans la production de la chaleur lors de la compression dynamique et fracture de polycarbonate. Les mesures de température, lors de ces essais, ont été réalisées avec une technique de télédétection qui capture le rayonnement infrarouge. Ils trouvent grâce à une technique classique de barres de Hopkinson (SHPB : Split Hopkinson pressure bar) et pour des vitesses de déformation comprises entre 300 à 4000/s, que la fraction du taux de travail plastique convertie en chaleur est d'environ 0,5. Mason et al [Mason *et al.*, 1994] étudient également la conversion de cette puissance dans les métaux à l'aide d'une barre de Kolsky et des détecteurs infrarouges à grandes vitesses. Leurs expériences sont essentiellement effectuées sur des échantillons en acier 4340, aluminium 2024 et des alliages de titane Ti-6A1-4V pour des déformations et des vitesses de déformations très élevées.
Oliferuk [Oliferuk *et al.*, 2001] s'intéresse également à la réalisation du bilan énergétique lors d'une sollicitation de traction monotone quasi-statique en grandes déformations sur un alliage Fe-Si. Le travail plastique est évalué via la courbe de force-déplacement. L'énergie dissipée est mesurée en faisant circuler un courant électrique au long de l'éprouvette. Il n'y a pas là de calcul direct des sources de chaleur via les mesures thermiques. L'idée est de déterminer le niveau d'énergie dissipée en imposant à l'échantillon un échauffement par effet Joule donnant des variations de température semblables à celles observées durant l'essai mécanique. Pour atteindre une bonne estimation de l'énergie dissipée, la confrontation des signaux thermiques (d'origine mécanique et électrique) doit être réalisée très finement vu le caractère très régularisant des mécanismes de diffusion de chaleur. Les variations en température sont mesurées via une caméra infrarouge. L'auteur constate que pour certains essais, à des instants donnés, le travail plastique développé par l'éprouvette peut devenir moins important en termes d'intensité que l'énergie dissipée. Des observations similaires ont été constatées via des mesures par thermocouples dans [Dillon, 1966]. Nous reviendrons sur ce résultat dans le chapitre 5 de cette thèse, ayant observé lors d'essais de fatigue, en fin de vie du polyamide renforcé, le même type de comportement.

1.3 Conclusion sur le chapitre

Dans la première partie de ce chapitre, nous avons présenté les propriétés physico-chimiques et les caractéristiques microstructurales du polyamide 6.6 et celles des composites renforcés de fibres de verre courtes. Nous avons décrit selon les divers échelles d'observation (de l'échelle d'une maille cristalline jusqu'à l'échelle des sphérolites) l'architecture complexe de la microstructure de ces polymères thermoplastiques. Nous avons aussi montré comment les propriétés structurales, aux divers échelles, pourraient varier en fonction des conditions de mise en forme et en fonction de la température. Nous avons par la suite répertorié les mécanismes d'endommagement et de rupture induits par le comportement interfacial des composites de polyamide 6.6. Nous avons, en particulier, discuté des effets de température et de teneur en eau sur le comportement à l'interface et sur la tenue en fatigue de ces composites.
Dans la seconde partie, nous avons évoqué quelques travaux travaux de la littérature relatifs à la réalisation de bilan d'énergie au cours du processus de déformation. La réalisation de bilans d'énergie, comme il a été indiqué, a largement profité des avancées technologiques des caméras infrarouges et ce depuis les années soixante-dix. La majorité des travaux mentionnés ont mis l'accent sur la compréhension des mécanismes de déformation et de dégradation associés aux matériaux métalliques, polymères et composites, afin de prédire leur comportement en traction et en fatigue.
Le prochain chapitre rappelle les notions théoriques de base permettant de développer une méthode d'estimation des mécanismes de déformation et de dégradation.

2

Cadre théorique d'analyse des expériences

Sommaire

2.1 Formalisme thermomécanique utilisé 28
2.1.1 Lois de conservation 29
2.1.2 Second principe de la thermodynamique 30
2.1.3 Variables d'état et potentiel thermodynamique 31
2.1.4 Pseudo-potentiel de dissipation et lois complémentaires 32
2.1.5 Équation locale de diffusion de la chaleur 33
2.2 Puissances et énergies mises en jeu lors de la déformation 35
2.2.1 Estimation du taux d'énergie bloquée 35
2.2.2 Analyse énergétique de l'aire d'hystérésis mécanique 36
2.2.3 Couplages thermomécaniques 38
2.3 Conclusion sur le chapitre 45

L'objectif de ce chapitre est de présenter le cadre thermodynamique utilisé pour développer une méthode d'estimation des sources de chaleur à partir des mesures de champs de température. Le cadre adopté est celui de la thermodynamique des processus irréversibles (TPI) à variables internes [Germain, 1973a]. Cette approche conduit à une formulation locale de l'équation de diffusion de la chaleur sur laquelle s'appuiera l'estimation des sources de chaleur à partir des données thermiques.
Dans ce chapitre, nous rappelons dans un premier temps les principaux concepts et résultats thermodynamiques utilisés. Nous reviendrons brièvement sur les expressions locales du premier et second principe de la thermodynamique ainsi que la formulation locale de l'inégalité de Clausius-Duhem, menant à la définition des dissipations thermique et intrinsèque. Dans le cadre particulier de la théorie des Matériaux Standard Généralisés (MSG) [Halphen et Nguyen, 1975], l'introduction d'un potentiel thermodynamique et d'un potentiel de dissipation permet de présenter l'ensemble des équations de comportement du système en deux sous-ensembles que sont les équations d'état et les équations complémentaires (ou d'évolution). En France notamment, le développement de modèles de comportement thermomécanique a beaucoup utilisé ce cadre à la fois souple et cohérent. Pour des développements détaillés sur le sujet, nous renvoyons le lecteur intéressé par ce formalisme aux articles de Callen [Callen, 1960], de Nguyen ([Halphen et Nguyen, 1975, Nguyen et Triantafyllidis, 1989]), aux livres de P. Germain [Germain, 1973b, Germain, 1973c] ainsi qu'aux ouvrages de J. Lemaitre et J.L. Chaboche [Lemaitre et Chaboche, 2004], [Lubliner, 1990, Maugin, 1992, Frémond, 2001], etc
La combinaison des deux équations locales associées aux 2 principes de la Thermodynamique permet d'obtenir l'équation de diffusion de la chaleur reliant les températures aux sources de chaleur. Nous avons déjà signalé dans le précédent chapitre que le passage champs de température-sources de chaleur restait en pratique délicat. Nous verrons alors les hypothèses adoptées pour rendre ce passage opérationnel. Nous présenterons ensuite la forme générale que prend le bilan d'énergie lors d'un cycle charge-décharge puis lors d'essais de fatigue cyclique. Nous reviendrons enfin à la notion de l'élasticité entropique rencontrée souvent dans les matériaux présentant un comportement hyperélastique caoutchoutique.

2.1 Formalisme thermomécanique utilisé

Dans cette section, nous rappelons les notions à la base du formalisme de la thermodynamique des processus irréversibles à variables internes [Germain, 1973a]. Ce formalisme est basé sur l'axiome de l'état local qui stipule que «*si un système est hors équilibre, les points matériels qui le constituent peuvent être considérés comme une réunion des sous-systèmes thermodynamiques homogènes en état d'équilibre*» [Germain, 1973c]. Cela signifie que le temps de retour à l'équilibre de chaque point matériel reste infiniment petit devant le temps caractéristique du système global. Cet axiome local permet en particulier d'introduire le concept d'évolution quasi-statique (au sens thermodynamique) qui permet de caractériser un système et son évolution via un nombre fini de champs de variables d'état.
Considérons un sous-système Ω_s d'un système Ω soumis à des forces volumiques $\overrightarrow{f_v}$ et une densité de source volumique de chaleur d'origine extérieure r_e (cf. FIGURE 2.1). Le contour du sous-système $\partial\Omega_s$ développe un vecteur contrainte $\overrightarrow{t} = \boldsymbol{\sigma}.\overrightarrow{n}$ ($\boldsymbol{\sigma}$ est le tenseur de contrainte de Cauchy et $\overrightarrow{n}$ la normale unitaire du contour $\partial\Omega_s$) traduisant les actions mécaniques de

Ω sur Ω_s. Cette frontière échange également un flux de chaleur instantané $\overrightarrow{q}$.

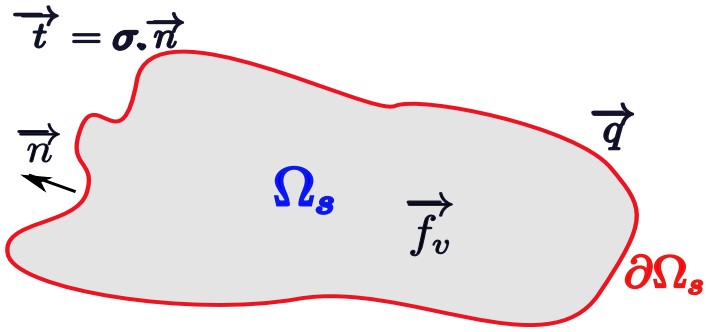

FIGURE 2.1 – *Corps soumis à des forces de volume échangeant un flux de chaleur instantanné via son contour.*

2.1.1 Lois de conservation

La physique classique, macroscopique, s'appuie sur un certain nombre de grands principes de conservation. En ce qui nous concerne ici nous tiendrons compte de la conservation de la masse, de la quantité de mouvement et celle de l'énergie. La conservation de l'énergie correspond au premier principe de la Thermodynamique. En notant par ρ la masse volumique du matériau, $\overrightarrow{v}$ la vitesse des points matériels qui le constituent et $\boldsymbol{D}$ le tenseur des vitesses de déformations, les expressions de ces lois de conservation peuvent être définies par :

- Conservation de la masse :
$$\frac{d}{dt}\int_{\Omega_s} \rho \, d\Omega_s = 0. \tag{2.1}$$
- Conservation de la quantité de mouvement :
$$\frac{d}{dt}\int_{\Omega_s} \rho \overrightarrow{v} \, d\Omega_s = \int_{\partial\Omega_s} \overrightarrow{t} \, d\left(\partial\Omega_s\right) + \int_{\Omega_s} \overrightarrow{f_v} \, d\Omega_s. \tag{2.2}$$
- Conservation de l'énergie (ou premier principe de la thermodynamique) qui stipule qu'à chaque instant, la variation d'énergie interne $\mathbb{E}$ et cinétique $\mathbb{C}$ (mesurée par rapport à un référentiel galiléen) est égale à la somme de la chaleur reçue et de la puissance des efforts extérieurs appliqués au système (mesurée par rapport à un référentiel galiléen)
$$\frac{d\mathbb{E}}{dt} + \frac{d\mathbb{C}}{dt} = \mathscr{P}_e + \mathbb{Q}. \tag{2.3}$$

Les différents termes intervenant dans Eq. (2.3) peuvent être obtenus de la manière suivante :

- La variation de l'énergie interne $\mathbb{E}$ s'exprime en fonction de l'énergie interne spécifique e (par unité de masse) par la relation suivante :
$$\frac{d\mathbb{E}}{dt} = \frac{d}{dt}\int_{\Omega_s} \rho \, e \, d\Omega_s. \tag{2.4}$$

- La variation de l'énergie cinétique $\mathbb{C}$ peut s'exprimer, en utilisant la loi de conservation de la masse et en définissant le vecteur accélération $\overrightarrow{\gamma}$ des points matériels par rapport à un référentiel galiléen, par la relation suivante :

$$\frac{d\mathbb{C}}{dt} = \frac{d}{dt}\int_{\Omega_s} \frac{1}{2}\rho\,\overrightarrow{v}.\overrightarrow{v}\,d\Omega_s = \int_{\Omega_s} \rho\,\overrightarrow{\gamma}.\overrightarrow{v}\,d\Omega_s. \tag{2.5}$$

- La puissance des efforts extérieurs $\mathscr{P}_e$ peut s'exprimer en utilisant la conservation de la quantité de mouvement, de la conservation de la masse et du théorème de la divergence, par la relation suivante :

$$\mathscr{P}_e = \int_{\partial\Omega_s} \overrightarrow{t}.\overrightarrow{v}\,d(\partial\Omega_s) + \int_{\Omega_s} \overrightarrow{f_v}.\overrightarrow{v}\,d\Omega_s = \int_{\Omega_s} \rho\,\overrightarrow{\gamma}.\overrightarrow{v}\,d\Omega_s + \int_{\Omega_s} \boldsymbol{\sigma} : \boldsymbol{D}\,d\Omega_s. \tag{2.6}$$

- Enfin l'expression du taux de chaleur reçu par le système peut être obtenue en utilisant le théorème de la divergence, par la relation :

$$\mathbb{Q} = \int_{\partial\Omega_s} -\overrightarrow{q}.\overrightarrow{v}\,d(\partial\Omega_s) + \int_{\Omega_s} r_e\,d\Omega_s = \int_{\Omega_s} [r_e - div\,\overrightarrow{q}]\,d\Omega_s. \tag{2.7}$$

En tenant compte des expressions précédentes, l'équation de conservation de l'énergie (Eq. 2.3) devient :

$$\frac{d}{dt}\int_{\Omega_s} \rho\,e\,d\Omega_s = \int_{\Omega_s} \boldsymbol{\sigma} : \boldsymbol{D}\,d\Omega_s + \int_{\Omega_s} [r_e - div\,\overrightarrow{q}]\,d\Omega_s. \tag{2.8}$$

La forme locale (représentation eulérienne) de ce premier principe mène à l'équation du bilan d'énergie qui s'écrit sous la forme (la continuité de l'intégrale est justifiée par le faite que Eq. (2.8) est valable pour tout domaine Ω_s) :

$$\rho\,\dot{e} = \boldsymbol{\sigma} : \boldsymbol{D} + r_e - div\,\overrightarrow{q}. \tag{2.9}$$

Cette relation donne la variation d'énergie interne par unité de volume du matériau en fonction de sa vitesse de déformation, des contraintes associées ainsi que de son flux de chaleur reçu en surface et/ou en volume. Dans le cadre des petites perturbations, cette équation devient :

$$\rho\,\dot{e} = \boldsymbol{\sigma} : \dot{\boldsymbol{\varepsilon}} + r_e - div\,\overrightarrow{q}, \tag{2.10}$$

où $\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}$ représente le tenseur de vitesse des petites déformations.

2.1.2 Second principe de la thermodynamique

Le second principe de la thermodynamique fait intervenir deux notions importantes : la température absolue T et l'entropie S fonction de l'état thermodynamique du système qui exprime une variation d'énergie interne associée à une variation de température [Lemaitre et Chaboche, 2004]. Cette entropie est définie à partir de sa densité spécifique s par :

$$S = \int_{\Omega_s} \rho\,s\,d\Omega_s. \tag{2.11}$$

Le second principe postule que la vitesse de variation de l'entropie du système est toujours supérieure ou égale à la variation d'entropie induite par la chaleur reçu de l'extérieur, que ce soit directement en tout point de son volume, soit au travers de sa surface. En d'autres

termes, il peut y avoir «création» d'entropie interne mais jamais «disparition/consommation». On dit alors que la source d'entropie irréversible ne peut-être que positive ou, au mieux, nulle, lors de transformations réversibles. On admettra, que ce résultat est général : lors d'une transformation quelconque d'un système quelconque, le terme de production interne d'entropie est toujours positif ou nul. Cela se traduit par la relation suivante :

$$\frac{d\,S^{ir}}{dt} = \frac{d\,S}{dt} - \int_{\Omega_s} \frac{r_e}{T}\, d\Omega_s + \int_{\partial\Omega_s} \frac{\overrightarrow{q}\,.\,\overrightarrow{n}}{T}\,(d\partial\Omega_s) \geq 0. \tag{2.12}$$

Le théorème de la divergence permet, en utilisant l'entropie spécifique du matériau s, d'écrire localement cette inéquation exprimant le taux de production irréversible d'entropie :

$$\int_{\Omega_s} \left[\rho \frac{d\,s}{dt} + div\left(\frac{\overrightarrow{q}}{T}\right) - \frac{r_e}{T}\right] d\Omega_s \geq 0. \tag{2.13}$$

En exprimant r_e à l'aide de la relation issue du premier principe (Eq. (2.10)), en remarquant que :

$$div\left(\frac{\overrightarrow{q}}{T}\right) = \frac{div\,(\overrightarrow{q})}{T} - \frac{\overrightarrow{q}\,.\overrightarrow{grad}(T)}{T^2}, \tag{2.14}$$

et en introduisant la notion d'énergie libre spécifique du matériau (transformée de Legendre de l'énergie interne e par rapport au couple (T, s) : $\psi = e - Ts$), le premier et le second principe de la thermodynamique sont résumés par l'inégalité classique de Clausius-Duhem suivante dans laquelle la positivité du terme $-\frac{\overrightarrow{q}}{T}.\overrightarrow{grad}(T)$ est assurée par la donnée de la loi de conduction de Fourier $\overrightarrow{q} = -\boldsymbol{k}\,\overrightarrow{grad}(T)$ avec $\boldsymbol{k}$ le tenseur de conduction, symétrique défini, positif :

$$\boldsymbol{\sigma} : \dot{\boldsymbol{\varepsilon}} - \rho\left(\dot{\psi} + s\,\dot{T}\right) - \frac{\overrightarrow{q}}{T}.\overrightarrow{grad}(T) \geq 0. \tag{2.15}$$

2.1.3 Variables d'état et potentiel thermodynamique

2.1.3.1 Variables d'état

Un processus thermodynamique est donc considéré ici comme une suite continue d'états d'équilibre permettant de décrire l'évolution du système matériel hors équilibre. L'état thermodynamique local du matériau est alors entièrement décrit par une famille finie de variables $(\alpha_o, \alpha_1, ...\alpha_m)$ scalaires ou tensorielles, dites variables d'état. Ces variables traduisent les caractéristiques géométriques, physico-chimiques et mécaniques du matériau considéré. Leur choix dépend principalement des phénomènes intervenant durant le processus et leur variation au cours du temps n'intervient pas dans la définition de l'état du matériau à l'instant considéré (ce qui n'est plus vrai dans le cadre plus général de la TPI étendue [Grmela et Lebon, 1990, Jou *et al.*, 1999]). Dans nos applications, nous distinguerons deux types de variables : variables dites observables telles que la température absolue $T = \alpha_o$ et le tenseur de déformation $\boldsymbol{\varepsilon} = \boldsymbol{\alpha}_1$, d'autres variables complétant la description de l'état d'équilibre thermodynamique du matériau, dites variables complémentaires ou internes. Ces variables internes sont représentées dans ce qui suit par la famille $\{\alpha_k\}_{k=2,3,..,m}$. Leur nombre est à définir dans chaque situation et leur choix dépend des phénomènes que l'on souhaite décrire (plasticité, endommagement, couplage entropique, proportion de phase, etc). Ce choix est

à la fois un formidable atout de l'approche thermomécanique mais c'est aussi un engagement qui conditionne pour la suite toute la démarche de modélisation car il suppose que le lot de variables d'état retenu est suffisant pour décrire l'ensemble des mécanismes que l'on prétend décrire à une échelle d'observation fixée.

2.1.3.2 Potentiel thermodynamique et lois d'état

Le second pari de l'approche thermodynamique est de supposer que l'ensemble des propriétés d'équilibre du système (mécaniques, thermiques, microstructurales) peut être récapitulé dans une potentiel thermodynamique. La différentielle de celui-ci permet d'introduire une série de variables dites variables conjuguées (dérivées partielles du potentiel par rapport à chacune des variables d'état) dont les équations qui les définissent, représentent les équations d'état du système. Dans ce travail, nous avons choisi le potentiel énergie libre spécifique de Helmholtz qui dépend en premier lieu de la température et de la déformation. Un certain nombre de variables complémentaires complète la description de l'état thermodynamique du système. La dérivée temporelle de $\psi\left(T, \boldsymbol{\varepsilon}, \{\alpha_k\}_{k=2,3,..,m}\right)$ est donnée par :

$$\dot{\psi}\left(T, \boldsymbol{\varepsilon}, \{\alpha_k\}_{k=2,3,..,m}\right) = \left(\frac{\partial \psi}{\partial T}\right)_{\boldsymbol{\varepsilon},\alpha_k} \dot{T} + \left(\frac{\partial \psi}{\partial \boldsymbol{\varepsilon}}\right)_{T,\alpha_k} : \dot{\boldsymbol{\varepsilon}} + \left(\frac{\partial \psi}{\partial \alpha_k}\right)_{T,\boldsymbol{\varepsilon}} \dot{\alpha_k}, \quad k = \{2, 3, ..., m\} \tag{2.16}$$

Cette écriture permet donc de définir les lois d'état :

- L'entropie volumique s, lorsque la déformation $\boldsymbol{\varepsilon}$ et l'ensemble de variables internes α_k sont constants, par

$$s = -\left(\frac{\partial \psi}{\partial T}\right)_{\boldsymbol{\varepsilon},\alpha_k}, \quad k = \{2, 3, ..., m\}. \tag{2.17}$$

- Les variables conjuguées de $\boldsymbol{\varepsilon}$ (lorsque la température T et les variables α_k sont constantes) et de α_k (quand la température T et la déformation $\boldsymbol{\varepsilon}$ sont constantes) que l'on nomme respectivement contrainte réversible [1] $\boldsymbol{\sigma}^{rev}$ et variable conjuguée de α_k notée $\mathscr{J}_k$ appelé parfois par certain l'affinité [Cunat, 1988] ou potentiel chimique quand la variable d'état α_k représente une quantité de constituant [Callen, 1960] :

$$\boldsymbol{\sigma}^{rev} = \left(\frac{\partial \psi}{\partial \boldsymbol{\varepsilon}}\right)_{T,\alpha_k}; \quad \mathscr{J}_k = \left(\frac{\partial \psi}{\partial \alpha_k}\right)_{T,\boldsymbol{\varepsilon}}, \quad k = \{2, 3, ..., m\}. \tag{2.18}$$

2.1.4 Pseudo-potentiel de dissipation et lois complémentaires

Si les équations d'état décrivent les propriétés du système thermodynamique en état d'équilibre, son évolution sera donnée par les lois complémentaires. Ces lois d'évolution sont, dans le cadre des MSG, déduites d'un autre potentiel dit potentiel de dissipation dépendant des flux des variables d'état $\phi\left(\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}, \{\dot{\alpha}_k\}_{k=2,3,..,m}, \overrightarrow{q}/T\right)$. À l'instar de ce qui a été fait pour les variables d'état et leur variable conjuguée, le potentiel de dissipation relie les forces thermodynamiques aux flux des variables d'état.

1. La notation de contrainte réversible n'a de sens que si l'on prend la déformation totale comme variable d'état.

Le formalisme des MSG [Halphen et Nguyen, 1975] s'appuie sur l'hypothèse suivante : Pour tout "vecteur flux généralisé" $\boldsymbol{\mathscr{Y}} = (\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}, \{\dot{\alpha}_k\}_{k=2,3,..,m}, \overrightarrow{q})$, il existe une fonction $\phi = \phi(\boldsymbol{\mathscr{Y}})$ continue, convexe et positive minimale et nulle en $\left(\mathbf{0}, \{0_k\}_{k=2,3,..,m}, \overrightarrow{0}\right)$, telle que :

$$\boldsymbol{\mathscr{X}} = \overrightarrow{grad}\,\phi(\boldsymbol{\mathscr{Y}}). \tag{2.19}$$

Cette fonction est appelée pseudo-potentielle de dissipation. Les hypothèses mathématiques imposées au potentiel de dissipation permettent aux modèles de comportement issus de ce type de potentiel de vérifier automatiquement l'inégalité de Clausius-Duhem, quelle que soit l'évolution du système.
Avec les variables d'état retenues, l'inégalité de Clausius-Duhem devient :

$$\mathcal{D} = \underbrace{\left(\frac{\partial \boldsymbol{\phi}}{\partial \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}}\right)_{\dot{\alpha}_k, \overrightarrow{q}/T} : \dot{\boldsymbol{\varepsilon}} + \left(\frac{\partial \phi}{\partial \dot{\alpha}_k}\right)_{\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}, \overrightarrow{q}/T} \dot{\alpha}_k}_{\mathcal{D}_1} \underbrace{- \left(\frac{\partial \phi}{\partial \overrightarrow{q}}\right)_{\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}, \dot{\alpha}_k} . \overrightarrow{q}}_{\mathcal{D}_2} \geq 0. \tag{2.20}$$

On constate que la dissipation peut s'écrire comme la somme de produit où chaque flux apparait. Nous appellerons force thermodynamique, la quantité qui est «multipliée» (produit contracté à considérer en fonction de l'ordre de tensorialité des variables utilisées) par le flux contribuant à la dissipation. Dans ce qui suit, on pourra donc définir $\boldsymbol{\mathscr{X}}_p$ l'ensemble des forces thermodynamiques défini par :

$$\boldsymbol{\mathscr{X}}_p = \left(\boldsymbol{\sigma}^{ir}, \{X_k\}_{k=2,3,..,m}, -\overrightarrow{grad}(T)/T\right). \tag{2.21}$$

Le membre de gauche de l'inégalité représente la dissipation totale qui se décompose en général en une dissipation intrinsèque volumique $\mathcal{D}_1$ et une dissipation thermique volumique $\mathcal{D}_2$. Classiquement, on suppose qu'il y a un découplage des dissipations thermique et mécanique (les deux dissipations sont alors séparément positives ou nulles [Germain, 1973a]). Les lois complémentaires s'écrivent alors :

$$X_{\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}} = \boldsymbol{\sigma}^{ir} = \left(\frac{\partial \phi}{\partial \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}}\right)_{\dot{\alpha}_k, \overrightarrow{q}/T} ; \; X_{\dot{\alpha}_k} = \left(\frac{\partial \phi}{\partial \dot{\alpha}_k}\right)_{\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}, \overrightarrow{q}/T} ; \; X_{\overrightarrow{q}} = -\frac{\overrightarrow{grad}(T)}{T} = \left(\frac{\partial \phi}{\partial \overrightarrow{q}}\right)_{\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}, \dot{\alpha}_k}, \quad k = 2, 3, ..., m \tag{2.22}$$

Eqs. (2.17, 2.18 et 2.21) représentent l'ensemble des équations de comportement thermomécanique du matériau, équations qui sont entièrement déterminées dès que l'on connaît le potentiel thermodynamique et de dissipation.

2.1.5 Équation locale de diffusion de la chaleur

En combinant les expressions locales des deux principes de la thermodynamique (Eqs. (2.10 et 2.15)), on obtient classiquement l'équation locale de diffusion de la chaleur. Cette équation joue ici un rôle capital car elle permet de relier les quantités de chaleur mises en jeu aux données thermiques accessibles expérimentalement. Elle est constituée d'une part d'un opérateur aux dérivées partielles appliqué à la température et d'autre part des différentes sources de chaleur. En définissant par $C_{\boldsymbol{\varepsilon},\alpha} = -T\left(\partial^2\psi/\partial T^2\right)_{\boldsymbol{\varepsilon},\alpha_k}$ la chaleur spécifique à $\boldsymbol{\varepsilon}$ et

α_k constants, l'équation locale de diffusion de la chaleur est donnée par :

$$\begin{aligned} \rho\, C_{\boldsymbol{\varepsilon},\alpha}\, \dot{T} + \operatorname{div}\left(\underbrace{-\boldsymbol{k}\,\mathbf{grad}T}_{\boldsymbol{q}}\right) &= \underbrace{\left(\boldsymbol{\sigma} - \rho\frac{\partial \boldsymbol{\psi}}{\partial \boldsymbol{\varepsilon}}\right) : \dot{\boldsymbol{\varepsilon}} - \rho\frac{\partial \psi}{\partial \alpha_k}\,\dot{\alpha}_k}_{\mathcal{D}_1} \\ &+ \underbrace{\rho T\frac{\partial^2 \boldsymbol{\psi}}{\partial T \partial \boldsymbol{\varepsilon}} : \dot{\boldsymbol{\varepsilon}} + \rho T\frac{\partial^2 \psi}{\partial T \partial \alpha_k}\,\dot{\alpha}_k}_{s_{ctm}} + r_e,\ \ k = 1, 2, .., m. \end{aligned} \tag{2.23}$$

En partant de gauche vers la droite, nous détaillons chacun des termes de cette équation comme suit :

- Les deux termes de gauche sont classiques dans l'équation de diffusion de la chaleur :
  - ◇ Le terme $\rho\, C_{\boldsymbol{\varepsilon},\alpha}\, \dot{T}$ est lié à l'inertie thermique ; il représente le taux de chaleur restituée ou absorbée par le matériau.
  - ◇ Le terme div $\left(\underbrace{-\boldsymbol{k}\,\mathbf{grad}T}_{\boldsymbol{q}}\right)$ représente les fuites locales de chaleur par conduction dans le milieu.

- Les termes de droite représentent les diverses sources de chaleur :
  - ◇ Le terme de dissipation intrinsèque $\mathcal{D}_1$. Ce terme est responsable de la dégradation des matériaux et peut avoir comme origine plusieurs phénomènes de nature irréversibles tels que la viscosité, la plasticité, la viscoplasticité, l'endommagement. La dissipation est la partie de la puissance anélastique de déformation $\mathcal{W}'_{an}$ convertie en chaleur. Dans certains travaux, on introduit à ce niveau la fraction de puissance dissipée $\beta_{diff} = \mathcal{D}_1/\mathcal{W}'_{an}$ [Rittel, 1999] pour faire apparaître dans les modèles les effets thermiques induits par la dissipation, sans nécessairement faire appel à un cadre thermodynamique complet. Cette prise en compte est d'autant plus simple à réaliser si on considère que la fraction β_{diff} reste constante tout au long de la transformation mécanique. La notation $(.)'$ utilisée ici indique que les énergies considérées ne sont pas a priori des fonctions d'état et que leur dérivée par rapport au temps (les puissances) dépendent du trajet thermodynamique suivi.
  - ◇ Le terme s_{ctm} caractérise les sources induites par les couplages thermomécaniques. Ce terme rend compte des interactions entre la température et les variables d'état caractérisant l'état mécanique et/ou microstructural.
    Par exemple les effets thermoélastiques proviennent d'un couplage entre la température et la déformation élastique du matériau. La source thermoélastique aura tendance à refroidir le matériau en traction et le réchauffer en compression. Mais de façon duale, le matériau se dilatera lors d'un échauffement et se contractera au refroidissement.
  - ◇ Le terme r_e représente les sources de chaleur symbolisant tout échange volumique de chaleur d'origine extérieure (rayonnement, effet Joule, etc).

Les sources de chaleur ont donc plusieurs origines : des sources dissipatives induites par la présence de mécanismes de déformation irréversibles et des sources dites de couplage traduisant une interaction forte entre état thermique d'un côté et mécanique et microstructural, de l'autre. Les variations de température accompagnant la déformation dépendent naturellement de la nature des sources en présence, de leur intensité respective et de leur

distribution. Mais ces variations de température dépendent encore des propriétés thermophysiques du matériau (masse volumique, chaleur spécifique, conduction) et naturellement des conditions d'échange de chaleur aux limites thermiques.
L'équation locale de diffusion de la chaleur présentée (Eq. (2.23)) peut être dans certaines situations simplifiée. Sauf mention du contraire, dans ce travail on supposera que :

- le matériau diffuse la chaleur de façon isotrope et que sa conductivité est constante, alors :

$$\boldsymbol{k}_{ij} = k\,\boldsymbol{\delta}_{ij} \Rightarrow \text{div}\left(\underbrace{-\boldsymbol{k}\,\mathbf{grad}T}_{\boldsymbol{q}}\right) = -k\Delta_3 T, \tag{2.24}$$

  avec Δ_3 est l'opérateur laplacien. L'indice 3 indique ici que le mécanisme de conduction est considéré dans 3 directions orthogonales de l'espace.
- la masse volumique ρ et la chaleur spécifique $C_{\boldsymbol{\varepsilon},\alpha}$ sont des constantes matérielles indépendantes de l'état thermodynamique.
- le terme de source de chaleur extérieure dû aux échanges thermiques par rayonnement est indépendant du temps. Cela implique que le champ de températures T_o d'équilibre vérifie :

$$\rho\, C_{\boldsymbol{\varepsilon},\alpha}\frac{\partial T_o}{\partial t} - k\Delta_3\, T_o + r_e = 0. \tag{2.25}$$

- les essais sont suffisamment lents (essais quasi-statiques) et les gradients de température suffisamment faibles pour que l'on puisse négliger en première approximation, les termes convectifs dans l'expression de la dérivée particulaire de la température :

$$\frac{dT}{dt} = \overrightarrow{v}.\overrightarrow{grad}(T) + \frac{\partial T}{\partial t} \Rightarrow \frac{dT}{dt} \approx \frac{\partial T}{\partial t}. \tag{2.26}$$

Sous toutes ces hypothèses, on peut donc adopter l'écriture simplifiée de l'équation de diffusion de la chaleur suivante :

$$\rho\, C_{\boldsymbol{\varepsilon},\alpha}\frac{\partial \theta}{\partial t} - k\Delta_3\,\theta = \overbrace{\underbrace{\mathcal{D}_1}_{\beta_{diff}\mathcal{W}'_{an}} + s_{ctm}}^{s_{ch}}, \tag{2.27}$$

avec $\theta = T - T_o$ représente la variation de température et s_{ch} la source globale de chaleur.
Dans ce qui suit, nous allons définir les densités volumiques des différentes énergies mises en jeu lors d'un processus de déformation quasi-statique (les variations d'énergie cinétique sont négligeables, les accélérations restent faibles).

2.2 Puissances et énergies mises en jeu lors de la déformation

2.2.1 Estimation du taux d'énergie bloquée

L'énergie de déformation $\mathcal{W}_{def}$ est l'énergie développée par le matériau lors de sa déformation. Lors d'un chargement quasi-statique cette énergie sera égale au travail des efforts extérieurs appliqués à la matière pour la déformer. Cette énergie de déformation peut s'exprimer entre deux instants t_o et t_f et par unité de volume, à l'aide des du tenseur des contraintes

$\boldsymbol{\sigma}$ et de la vitesse de déformation $\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}$:

$$\mathcal{W}_{def} = \int_{t_o}^{t_f} \boldsymbol{\sigma} : \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}. \tag{2.28}$$

Pour des chargements cycliques 1D, cette énergie de déformation représente l'aire d'hystérésis observée dans le diagramme contrainte-déformation. Elle peut être décomposée en une énergie élastique $\mathcal{W}_e$, représentant la part réversible et donc récupérable à la décharge, et une énergie anélastique $\mathcal{W}_{an}$, représentant la part non récupérable (mécaniquement) à la décharge. Cette énergie anélastique peut à son tour être décomposée en une partie dissipée $\mathcal{W}_d$ et une partie stockée $\mathcal{W}_s$ (on dit aussi bloquée ou consommée) dans (par) le matériau. La puissance volumique dissipée est la dissipation intrinsèque $\mathcal{D}_1$ introduite dans l'équation de diffusion (Eqs. (2.23) ou (2.27)). L'énergie dissipée peut être déterminée en analysant les variations de température observées lorsque le matériau est sollicité. Quant à l'énergie stockée, elle représente les variations d'énergie interne induites par les transformations microstructurales produites lors du processus de déformation. Ce stockage d'énergie a lieu, au moins temporairement, si par exemple surviennent des processus de recouvrance ou de restauration. De manière générale, la valeur de cette énergie stockée n'est pas accessible directement et nécessite l'établissement d'un bilan complet. Par exemple, lors d'un essai de fatigue cyclique, on estimera l'énergie stockée au cycle n comme étant la différence entre l'énergie de déformation et l'énergie dissipée augmentée de l'énergie élastique. On obtient alors :

$$\mathcal{W}_s^{(n)} = \mathcal{W}_{def}^{(n)} - \mathcal{W}_e^{(n)} - \mathcal{W}_d^{(n)}. \tag{2.29}$$

Comme l'énergie élastique moyennée sur cycle reste proche de zéro, on peut considérer que l'énergie de déformation moyennée par cycle est égale à celle de l'énergie anélastique $\left(\mathcal{W}_{def}\right)^{(n)} \approx \left(\mathcal{W}_{an}\right)^{(n)}$. L'évaluation de l'énergie stockée peut découler de deux approches complétement distinctes. Dans la littérature [Taylor et Quinney, 1934], on définit souvent à ce niveau, la fraction d'énergie bloquée par la relation suivante :

$$\mathcal{F}_{w_s} = \frac{\mathcal{W}_s}{\mathcal{W}_{an}} = \frac{\mathcal{W}_{def} - \mathcal{W}_e - \mathcal{W}_d}{\mathcal{W}_{def} - \mathcal{W}_e} = \frac{\mathcal{W}_s}{\mathcal{W}_s + \mathcal{W}_d}, \tag{2.30}$$

où la différence $\mathcal{W}_{def} - \mathcal{W}_e$ représente le travail anélastique $\mathcal{W}_{an}$. Dans le cas où l'énergie élastique est faible devant l'énergie de déformation, il vient que :

$$\mathcal{F}_{w_s} = \frac{\mathcal{W}_s}{\mathcal{W}_{an}} \approx 1 - \frac{\mathcal{W}_d}{\mathcal{W}_{def}}. \tag{2.31}$$

Dans le cas où la fraction de l'énergie bloquée est supposée constante (comme dans les premiers travaux de Taylor et Quinney), le taux de la fraction de l'énergie bloquée est aussi constant et est égale à la fraction de l'énergie bloquée. Cela revient à écrire que :

$$\dot{\mathcal{F}}_{w_s} = \frac{d}{dt}\left(\frac{\mathcal{W}_s}{\mathcal{W}_{an}}\right) = \frac{\mathcal{W}_{an}\mathcal{W}_s^{'} - \mathcal{W}_{an}^{'}\mathcal{W}_s}{\mathcal{W}_{an}^2} \approx 0 \Rightarrow \beta_s = \frac{\mathcal{W}_s^{'}}{\mathcal{W}_{an}^{'}} = \mathcal{F}_{w_s} = 1 - \beta_{diff} \tag{2.32}$$

2.2.2 Analyse énergétique de l'aire d'hystérésis mécanique

Les essais cycliques envisagés dans la suite représentent une série de cycles charge-décharge. On se propose donc d'analyser la forme particulière du bilan d'énergie lors d'un cycle de

charge-décharge. Pour cela, considérons le chemin thermomécanique résultant d'un essai de charge-décharge. On note par $\mathscr{A} = (T_{\mathscr{A}}, \varepsilon_{\mathscr{A}}, \alpha_{\mathscr{A}})$ et $\mathscr{B} = (T_{\mathscr{B}}, \varepsilon_{\mathscr{B}}, \alpha_{\mathscr{B}})$ les états thermodynamiques d'un point matériel en début et en fin de cycle. On peut alors distinguer trois cas intéressants de bilan d'énergie dont la schématisation est donnée dans la FIGURE 2.2.

- Le cas général correspond à la situation où les deux états thermodynamiques sont distincts : $\mathscr{A} \neq \mathscr{B}$.
- Le cas particulier où le cycle charge-décharge est un cycle mécanique au sens où les contraintes mais aussi les déformations sont les mêmes en $\mathscr{A}$ et $\mathscr{B}$. Dans ce cas-ci les deux états thermodynamiques sont supposés toujours distincts $\mathscr{A} \neq \mathscr{B}$ mais on a $\varepsilon_{\mathscr{A}} = \varepsilon_{\mathscr{B}}$.
- Enfin le cas particulier où le cycle mécanique devient un cycle thermodynamique. Les deux états thermodynamiques $\mathscr{A}$ et $\mathscr{B}$ sont alors confondus.

En définissant par $t_{\mathscr{B}} - t_{\mathscr{A}}$ la durée du cycle, et en combinant les expressions locales des deux principes de la thermodynamique, on obtient, pour un cycle charge-décharge, l'expression suivante de l'énergie de déformation :

$$\mathcal{W}_{def} = \int_{t_{\mathscr{A}}}^{t_{\mathscr{B}}} \mathcal{D}_1 \, dt + \int_{t_{\mathscr{A}}}^{t_{\mathscr{B}}} \left(\rho \, \dot{e} - \rho \, C_{\boldsymbol{\varepsilon},\alpha} \dot{T} + s_{ctm} \right) dt \tag{2.33}$$

Cette équation montre que :

- Dans le cas général, l'énergie de déformation mise en jeu peut être en partie dissipée, correspondre à des variations d'énergie interne, ou se transformer en chaleur associée aux mécanismes de couplages thermomécaniques.
- Quand le cycle charge-décharge est un cycle mécanique, et si le chargement est uniaxial, l'énergie de déformation est égale à l'aire d'hystérésis mécanique $\mathcal{W}_{def} = \mathcal{A}_h$ (en grisé dans la FIGURE 2.2). Les transformations possibles de cette énergie sont les mêmes que celles évoquées dans le cas général.
- Dans le cas où le cycle mécanique devient un cycle thermodynamique, les transformations possibles de l'énergie de déformation sont induites par les effets dissipatifs et de couplages thermomécaniques.

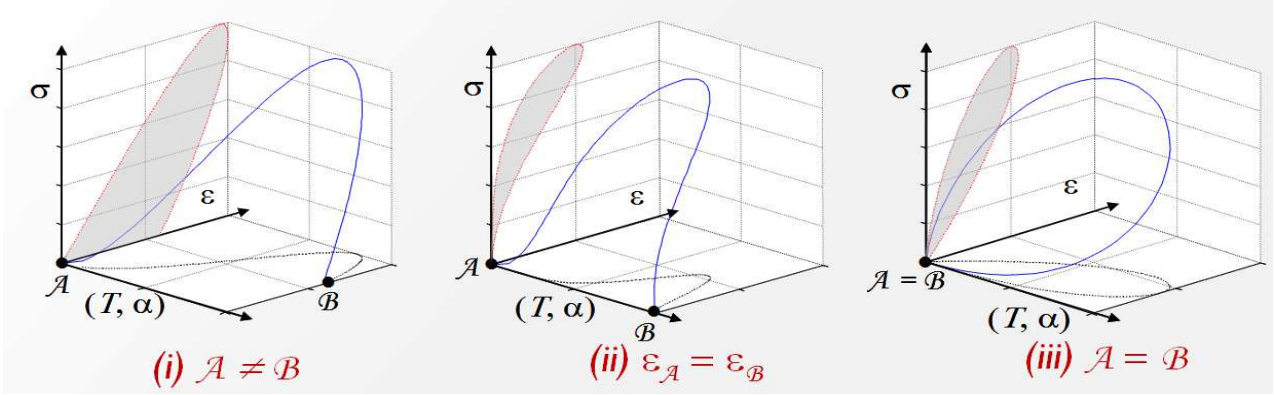

FIGURE 2.2 – *Représentation schématique des différents cas de bilan d'énergie lors d'un cycle charge-décharge, indiquant les trajets thermomécaniques et les projections dans le plan mécanique [Chrysochoos et al., 2010].*

Remarques :

- Il est fréquent, dans la littérature, d'estimer l'énergie dissipée dans un cycle en calculant l'aire de la boucle d'hystérésis du diagramme contrainte-déformation, (cette aire correspond en fait à l'énergie de déformation). Ce type d'estimation sous-entend donc que l'énergie stockée est négligeable sur un cycle complet tout comme les énergies induites par les couplages thermomécaniques.
- Nous verrons dans ce qui suit que cette énergie stockée n'est pas toujours négligeable et qu'elle peut-être même largement prédominante dans certaines situations (voir chapitre 5).
- Notons enfin que si toute l'énergie de déformation est bien dissipée sur un cycle mécanique alors ce cycle est un cycle thermodynamique. Dans un tel cas, le matériau ne «fatiguera» pas étant donné qu'il repassera par le même état cycle thermodynamique après cycle.
- L'estimation de l'énergie de déformation à partir d'une boucle d'hystérésis n'est valable que dans le cas uniaxial. Si l'état de contrainte est (ou devient) multiaxial, il convient d'en tenir compte dans le calcul de l'énergie de déformation [Chrysochoos *et al.*, 2009].

2.2.3 Couplages thermomécaniques

Lors de la déformation cyclique des polyamides 6.6, deux mécanismes de couplage thermomécanique ont été observés : la thermoélasticité (classique), liée à la thermodilatabilité du matériau, et l'élasticité entropique (ou encore caoutchoutique) liée aux effets thermiques accompagnant l'orientation des chaînes macromoléculaires sous contrainte. Ces mécanismes sont bien connus et peuvent coexister donnant lieu au fameux effet «d'inversion thermoélastique» [Anthony *et al.*, 1942]. Dans ce qui suit, on rappelle brièvement les modèles de comportement associés à ces deux «élasticités».

2.2.3.1 Thermoélasticité - thermodilatabilité

Les effets du couplage thermoélastique ont été observés pour la première fois par Weber en 1830 [Weber, 1830] puis modélisés par William Thomson (Lord Kelvin) entre 1853 et 1878 [Thomson, 1857] et James Prescott Joule en 1859. Ces effets sont induits par la thermodilatabilité du matériau. Pour des essais cycliques, ces couplages se traduisent par des oscillations des variations de température en opposition de phase avec le signal de la sollicitation. La Figure 2.3 illustre dans le cas du PA6.6 sec, sollicité en traction cyclique, l'oscillation de la température en opposition de phase avec la contrainte. Naturellement d'autres effets (ici dissipatifs) peuvent se superposer à la réponse thermoélastique.

2.2.3.1.1 Brève analyse bibliographique

Thomson dérive une relation linéaire entre les variations de température d'un solide isotrope et le premier invariant du tenseur de contraintes. Compton et Webster confirment cette théorie expérimentalement en 1915 [Compton et Webster, 1915]. Plus tard, Zener publie une série de brevets sur les frottements internes dans les solides et reprend les bases théoriques développées par Thomson dans ses travaux de recherche [Zener, 1937, Zener,

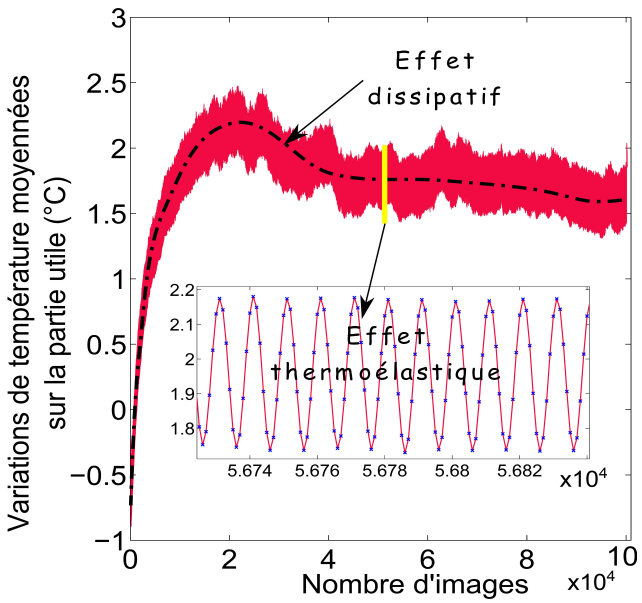

FIGURE 2.3 – *Exemple de réponse thermique typique d'un polyamide 6.6 sec soumis à un essai de traction-traction uniaxiale. La figure montre les effets thermoélastique et dissipatif.*

1938a, Zener, 1938b, Zener, 1938c]. Rocca et Bever [Rocca et Bever, 1950] mesurent la réponse thermoélastique du fer et du nickel proche de la température de curie en modélisant les effets non linéaires de la thermoélasticité. Pendant les années 1950, Biot utilise la thermodynamique des processus irréversibles pour étendre cette théorie thermoélastique linéaire isotrope à d'autres aspects tels que l'anisotropie, la visco(thermo)élasticité ainsi que la (thermoélasto)plasticité des matériaux [Biot, 1954, Biot, 1955a, Biot, 1955b, Biot, 1956].
Par la suite, ce phénomène a été étudié expérimentalement par un nombre important d'auteurs. Citons par exemple, les travaux de Dillon et Touchert en 1966 [Dillon et Tauchert, 1966], Dillon en 1966 [Dillon, 1966] ainsi que ceux de Belgen en 1967 [Belgen, 1967]. Belgen a été le premier à avoir utilisé un radiomètre infrarouge pour relier les contraintes aux faibles variations en température mesurées dans une poutre vibrante en porte-à-faux. Par la suite, les études sur le sujet continuent à progresser et mènent à plusieurs applications commerciales. En guise d'exemple, on peut citer le travail de Mountain et Webber [Mountain et Webber, 1978] qui développent en 1978 le premier prototype du système commercial SPATE (Stress Pattern Analysis by Thermal Emission) pour le ministère de la défense britannique. Depuis, 1982 plusieurs travaux, dont le sujet est principalement dédié à l'analyse thermoélastique, sont basés principalement sur des données acquises par le système SPATE [Enke et Sandor, 1988, Enke, 1989]. Les lecteurs intéressés par l'analyse thermoélastique sont invités à consulter l'ouvrage de Harwood et Cummings [Harwood et Cummings, 1991] qui proposent une large bibliographie sur le sujet.

2.2.3.1.2 Brefs rappels sur les équations de la thermoélasticité linéarisée

Pour un matériau possédant un comportement thermoélastique linéarisé, la température et le tenseur des (petites) déformations suffisent à décrire son état thermomécanique. On considère de plus que, pour un tel matériau, la dissipation intrinsèque reste nulle quel que soit le chargement. Les matériaux élastiques ont, par ailleurs, une mémoire particulière.

Leur état de contrainte ne dépend que de la «distance» de l'état courant à l'état de référence. Pour des processus adiabatiques, (en pratique : chargement rapide et de courte durée), le processus de déformation thermoélastique devient réversible (isentropique). Dans ce cadre, par exemple, Potter et Greaves ont proposé la forme suivante de réponse thermoélastique pour des matériaux anisotropes [Potter et Greaves, 1987] :

$$\rho\, C_{\boldsymbol{\varepsilon}} \frac{\Delta T}{T} = \left[\frac{\partial \mathcal{C}_{ijkl}}{\partial T} \left(\varepsilon_{kl} - \alpha_{kl} \Delta T \right) - \mathcal{C}_{ijkl} \left(\alpha_{kl} + \Delta T \frac{\partial \alpha_{kl}}{\partial T} \right) \right] d\varepsilon_{ij}, \tag{2.34}$$

avec $\mathcal{C}_{ijkl}$ le tenseur d'élasticité, α_{kl} le tenseur du coefficient de dilatation thermique et ε_{kl} le tenseur de déformation. Des versions spécifiques ont été extraites de cette équation générale pour inclure d'autres aspects tels que les effets de contrainte moyenne, de plasticité cyclique, de contraintes résiduelles ou encore de dépendance des propriétés des matériaux en température [Machin *et al.*, 1987, Wong *et al.*, 1987, Wong *et al.*, 1988a, Wong *et al.*, 1988b, Enke et Sandor, 1988, Enke, 1989, Quinn *et al.*, 2004]. Dans le cas d'un matériau élastique, linéaire, homogène et isotrope, et sous l'hypothèse que les essais sont adiabatiques et qu'on est près de l'équilibre thermique (faibles variations de température), cette relation de thermoélasticité peut se réduire à :

$$\rho\, C_{\boldsymbol{\varepsilon}} \frac{\Delta \theta}{T_o} = -\alpha_{ii} \Delta \sigma_{ii}, \tag{2.35}$$

avec $\Delta \sigma_{ii} = \Delta \left(\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33} \right)$ représente l'étendue de la trace des contraintes principales. Cette relation traduit le fait que l'étendue des variations de température varie linéairement en fonction de l'étendue de la trace des contraintes. Sous l'hypothèse de contraintes planes, lors de transformations adiabatiques, les sources thermoélastiques s_{ther} sont déterminées par :

$$s_{ther} = \mathscr{K}_e \left(\Delta \sigma_{11} + \Delta \sigma_{22} \right), \tag{2.36}$$

avec $\mathscr{K}_e$ est le coefficient thermoélastique, et σ_{11} et σ_{22} sont les principales contraintes. Cette équation suggère que les contraintes de cisaillement ne peuvent générer de variations de température, les sources thermoélastiques restant alors systématiquement nulles.
La majorité de ces théories diffèrent selon les hypothèses prises en compte pendant leur formulation. Si on se place dans le cas d'un matériau élastique isotrope soumis à une sollicitation cyclique uniaxiale ($\sigma_{11} = \sigma_{kk} = \sigma_m + \Delta\sigma sin(\omega t)$, $\sigma_{22} = \sigma_{33} = \sigma_{12} = \sigma_{13} = \sigma_{23} = 0$ avec σ_{kk} le premier invariant du tenseur de contrainte et σ_m, $\Delta\sigma$ et ω sont respectivement la moyenne, l'amplitude et la pulsation du signal de contrainte), où est supposé qu'il n'y ait aucune source de chaleur autre que celle due aux effets de couplages thermoélastiques, et si on suppose que les effets de conductions sont négligés (les vitesses de déformation restent suffisamment grandes), la relation thermoélastique peut prendre la forme suivante :

$$\rho\, C_{\boldsymbol{\varepsilon}} \frac{\Delta \theta}{T_o} = -\left(\alpha_{th} - \frac{1}{E^2} \frac{\partial E}{\partial T} \sigma_m \right) \Delta\sigma sin(\omega t) - \frac{1}{4E^2} \frac{\partial E}{\partial T} (\Delta\sigma)^2 cos(2\omega t), \tag{2.37}$$

où E est le module d'Young supposé varié de manière non linéaire avec la température comme l'indique Eq. (2.36) et α_{th} le coefficient de dilatation isotrope. Il faut noter également que la formulation de cette équation prend en compte l'hypothèse de petites variations de température $\theta = T - T_o \ll T_o$ ainsi que celle vérifiant $\frac{\partial \alpha_{th}}{\partial T} \Delta T \ll \alpha_{th}$. Le détail de cette approche est donné dans l'annexe A.

Notons que l'équation ci-dessus montre que la variation de température $\Delta\theta$ se décompose en un terme synchrone à la sollicitation de pulsation ω auquel s'ajoute une autre variation de pulsation 2ω proportionnelle au carré de l'amplitude $\Delta\sigma$. La différence entre cette équation et celle introduite par la théorie de Thomson (Lord Kelvin) peut être vue en négligeant le terme dépendant à la température dans Eq. (2.37)

$$\rho\, C_{\boldsymbol{\varepsilon}} \frac{\Delta\theta}{T_o} = -\alpha_{th}\Delta\sigma sin(\omega t). \tag{2.38}$$

Ces variations de température peuvent être acquises expérimentalement en utilisant des techniques de thermographie infrarouge ce qui permet donc de remonter aux variations de contrainte uniaxiale. En guise de simplification de Eq. (2.37), le coefficient $\frac{1}{4E^2}\frac{\partial E}{\partial T}\left(\Delta\sigma\right)^2$ est supposé faible lorsque les amplitudes de contrainte appliquée sont petites. Comme on ne peut avoir que la partie harmonique du signal température, Eq. (2.37) peut se réduire à

$$\rho\, C_{\boldsymbol{\varepsilon}} \frac{\Delta\theta}{T_o} = -\left(\alpha_{th} - \frac{1}{E^2}\frac{\partial E}{\partial T}\sigma_m\right)\Delta\sigma sin(\omega t). \tag{2.39}$$

Par analogie avec Eq. (2.36), cette équation (Eq. (2.39)) conduit à la formulation d'un paramètre thermoélastique effectif dépendant de la contrainte moyenne, donné par la relation suivante :

$$\mathscr{K}_e = \frac{1}{\rho\, C_{\boldsymbol{\varepsilon}}}\left(\alpha_{th} - \frac{1}{E^2}\frac{\partial E}{\partial T}\sigma_m\right). \tag{2.40}$$

On peut extraire de cette équation l'expression de la constante thermoélastique conventionnelle $\mathscr{K}_o = \frac{\alpha_{th}}{\rho\, C_{\boldsymbol{\varepsilon}}}$ en dérivant le paramètre thermoélastique effectif par rapport à la contrainte moyenne σ_m. Soit :

$$\frac{1}{\mathscr{K}_o}\frac{\partial \mathscr{K}_e}{\partial \sigma_m} = -\frac{1}{\alpha_{th}E^2}\frac{\partial E}{\partial T}. \tag{2.41}$$

L'hypothèse d'adiabaticité introduite dans la majorité des théories mentionnées précédemment reste une très bonne approximation dans le cas des essais courts réalisés à hautes fréquences de sollicitation ou encore pour des matériaux ayant une très faible conductivité thermique tels que les polymères, et en particulier les polyamides 6.6. Dans le cas de la fatigue cyclique, les essais sont longs comparativement au temps caractéristique de retour à l'équilibre thermique. Nous verrons toutefois que sur un cycle, les fuites thermiques ont très peu d'effets sur la réponse thermoélastique dès que la période d'un cycle est faible devant le temps caractéristique des fuites.

2.2.3.2 Elasticité caoutchoutique d'origine entropique

2.2.3.2.1 Théorie statistique et moléculaire

Depuis Mooney en 1940 [Mooney, 1940a], Treloar en 1944 [Treloar, 1944] et Rivlin en 1948 [Rivlin, 1948b], de nombreux modèles de comportement ont été proposé pour décrire le comportement hyperélastique (élasticité dans le cadre des grandes transformations) des matériaux. D'autres modèles ont été développés pour prédire le comportement mécanique dans le régime quasi-statique et/ou dynamique [Treloar, 1975, Arruda et Boyce, 1993]. Ces

modèles combinent différents concepts allant des principes de la thermodynamique, de la structure moléculaire jusqu'à l'hypothèse de la déformation affine. D'autres modèles plutôt phénoménologiques basés sur l'existence d'un potentiel hyperélastique dans le cadre de la mécanique du continu ont été également développés [Rivlin, 1948b, Ogden, 1984, Alexander, 1968, Lambert-Diani et Rey, 1999]. Pour écrire une loi de comportement hyperélastique, l'existence d'une énergie de déformation est essentielle. De nombreuses formes d'énergie de déformation ont été proposées dans la littérature [Treloar, 1975, Arruda et Boyce, 1993, Diani *et al.*, 2006, Mooney, 1940b, Rivlin, 1948a, Ogden, 1984, Alexander, 1971, Lambert-Diani et Rey, 1998]. Il existe plusieurs manières de classer les différentes énergies de déformation. On peut citer par exemple celles qui s'expriment en fonction des invariants, et celles qui s'expriment en fonction des élongations principales. En d'autres termes, on peut trouver des formes dont les coefficients interviennent sous forme linéaire (le cas du modèle de Rivlin généralisé [Rivlin, 1948a]) et d'autres dont les coefficients interviennent sous formes de lois puissance (le cas du modèle d'Ogden [Ogden, 1972]). Les lecteurs intéressés par le sujet sont invités à consulter [Gil-Negrete et Alonso, 2013].
Notons que la majorité des formes d'énergie de déformation existante dans la littérature n'ont pas les mêmes domaines de validité. Il faut donc vérifier que le domaine de validité de la loi de comportement considérée est compatible avec les conditions de sollicitation.

Le caractère entropique souvent rencontré dans les cas de sollicitation hyperélastique a été mis en évidence pour la première fois par John Gough en 1805 [Gough, 1805]. Gough décrit ses expériences réalisées sur un caoutchouc de la manière suivante :

- Première expérience :«*Hold one end of the slip, thus prepared, between the thumb and forefinger of each band, bring the middle of the piece into slight contact with the edges of the lips, taking care to keep it straight at the time, but not to stretch it much beyond its natural length : after taking these preparatory steps, extend the slip suddenly, and you will immediately perceive a sensation of warm in the part of the mouth which touches it, arising from an augmentation of temperature in the caoutchouc ; for this resin evidently grows warmer the further it is extended, and the edges of the lips possess a high degree of sensibility, which enables them to discover these changes with greater facility...*».
- Deuxièmes expérience :«*If one end of a slip of caoutchouc be fastened to a rod of metal or wood, and a weight be fixed to the other extremity, in order to keep it in a vertical position, the thong will be found to become shorter with heat and longer with cold...*».

Gough n'a fourni à l'époque aucune explication concernant le fait que le matériau se contracte avec l'augmentation de la température ou de façon duale, que le matériau s'échauffe lorsqu'on l'étire. Cela prendra 50 ans avant qu'une présentation de l'élasticité entropique dans un cadre thermodynamique ne soit formulée.

Dans ce qui suit, on se propose de donner les principaux éléments de la théorie thermodynamique traduisant l'effet entropique de l'élasticité caoutchoutique. L'objectif de la présentation est de montrer comment la littérature accède à une relation entre la contrainte, la température et la déformation en partant d'une description des mécanismes de déformation à l'échelle d'une chaîne macromoléculaire flexible.
Soit donc une chaîne macromoléculaire soumise à une force uniaxiale f qui produit une extension. Notons alors l son allongement. La force exercée sur cette chaîne rencontre une

"résistance d'origine entropique" appelée force de rétraction, qui favorise le retour à la forme initiale de l'équilibre. Dans le cas où la transformation quasi-statique suit un processus réversible, le bilan d'énergie (ou le premier principe de la thermodynamique) se traduit par une variation de l'énergie interne qui s'écrit :

$$d\mathbb{E} = T\,dS + d\mathscr{W}, \tag{2.42}$$

avec $\mathscr{W}$ représente le travail fourni. En prenant en compte des variations d'énergie libre $d\psi = d\mathbb{E} - TdS - SdT$, on a, dans des conditions isothermes ($dT = 0$) :

$$d\psi = d\mathbb{E} - TdS. \tag{2.43}$$

Cela permet donc d'écrire que :

$$d\psi = d\mathscr{W}. \tag{2.44}$$

De cette équation et sous les hypothèses introduites précédemment (phénomène réversible et isotherme), il vient que le travail fourni est égal à la variation d'énergie libre de Helmholtz. Pour un allongement uniaxial, le travail fourni est défini par :

$$d\mathscr{W} = fdl. \tag{2.45}$$

Cela conduit à écrire que :

$$f = \left(\frac{\partial\psi}{\partial l}\right)_T = \left(\frac{\partial\mathbb{E}}{\partial l}\right)_T - T\left(\frac{\partial S}{\partial l}\right)_T. \tag{2.46}$$

Dans cette équation, les termes de droite montrent deux contributions, l'une vient des variations d'énergie interne et l'autre est associée aux variations d'origine entropique. Le terme d'énergie interne est prépondérant dans le cas de faibles allongements, alors que le terme d'entropie est prépondérant à basse température et/ou en grands allongements. Pour expliciter clairement l'effet provenant de l'énergie interne et de l'entropie, reprenons l'expression donnant la variation d'énergie libre de Helmholtz :

$$d\psi = d\mathbb{E} - TdS - SdT. \tag{2.47}$$

Cette variation d'énergie libre s'écrit en tenant compte de Eq. (2.43) :

$$d\psi = fdl - SdT. \tag{2.48}$$

$d\psi$ étant une différentielle totale exacte (si l'on a une variation de température T, le volume V reste constant), on déduit de cette équation que :

$$f = \left(\frac{\partial\psi}{\partial l}\right)_T \text{ et } S = -\left(\frac{\partial\psi}{\partial T}\right)_l. \tag{2.49}$$

En permutant l'ordre des dérivations, il vient :

$$\frac{\partial}{\partial l}\left(\frac{\partial\psi}{\partial T}\right)_l = \frac{\partial}{\partial T}\left(\frac{\partial\psi}{\partial l}\right)_T. \tag{2.50}$$

On déduit à partir de Eq. (2.49) que

$$\left(\frac{\partial S}{\partial l}\right)_T = -\left(\frac{\partial f}{\partial T}\right)_l . \tag{2.51}$$

Cette relation simple est connue sous le nom de relation de Maxwell en traction. Elle montre que si expérimentalement la température augmente avec la force, l'allongement de la chaîne est accompagné d'une diminution d'entropie. Ce mécanisme concorde avec les observations de Gough mentionnées ci-dessus.
Par conséquent en combinant ce dernier résultat avec Eq. (2.46), il vient que :

$$f = \left(\frac{\partial \mathbb{E}}{\partial l}\right)_T + T\left(\frac{\partial f}{\partial T}\right)_l \tag{2.52}$$

Cette équation représente d'une autre façon la contribution d'origine énergétique et la contribution d'origine entropique. Plusieurs expériences ont mis en évidence ces deux contributions en mesurant la force nécessaire pour maintenir un allongement prédéfini (voir par exemple [Caborgan, 2011]).
De façon sommaire, il faut noter que l'effet entropique est d'autant plus élevé que la déformation caractérisée par l'allongement l est importante. Pour les faibles allongements, il y a inversion thermoélastique et l'effet entropique n'est pas prépondérant. Les chaînes d'un polymère à l'état vitreux (avant la transition vitreuse T_g) sont figées et la capacité de déformation du polymère requiert le franchissement de très grandes barrières énergétiques. L'énergie libre dans ce cas est dominée par les effets d'énergie interne du fait de cette rigidité très élevée avant T_g. En revanche, au-delà de la température de transition vitreuse, les chaînes macromoléculaires se meuvent et tentent d'adopter les conformations moins complexes pour retrouver l'état de plus forte entropie. L'ordre des chaînes macromoléculaires est subitement modifié sous l'action de forces de rappel qui essayent de ramener les molécules à leurs positions initiales. D'où la prédominance des effets entropiques pendant lesquelles l'énergie interne des chaînes macromoléculaires reste pratiquement constante.
Plusieurs tentatives pour modéliser cette inversion thermoélastique existent dans la littérature. Ce cadre de modélisation est appelé «élasticité entropique modifiée» et appartient au domaine de l'hyperélasticité non linéaire (voir par exemple [Chadwick et Creasy, 1984, Ogden, 1987]). En guise d'illustration et en anticipant sur les résultats à venir, la Figure 2.4 montre dans le cas du PA66 humide (RH80), les effets thermiques de l'inversion thermoélastique. À basse élongation (Figure 2.4 (a)), c'est l'effet thermoélastique standard qui prédomine, la température oscille en opposition de phase avec la contrainte. Au niveau d'élongation plus élevé (Figure 2.4 (b)), c'est l'effet entropique qui se manifeste. La température oscille cette fois en phase avec le chargement. Nous reviendrons naturellement sur ce résultat dans le chapitre 5 dans lequel une description heuristique simple de l'inversion thermoélastique sera proposée. Cependant, la modélisation proposée se contentera uniquement de décrire les effets de couplages thermomécaniques. Une modélisation thermomécanique complète devrait naturellement prendre en compte les effets dissipatifs produits lors des processus des déformations. Ce travail est prématuré et dépasse le cadre de ce présent travail de thèse.

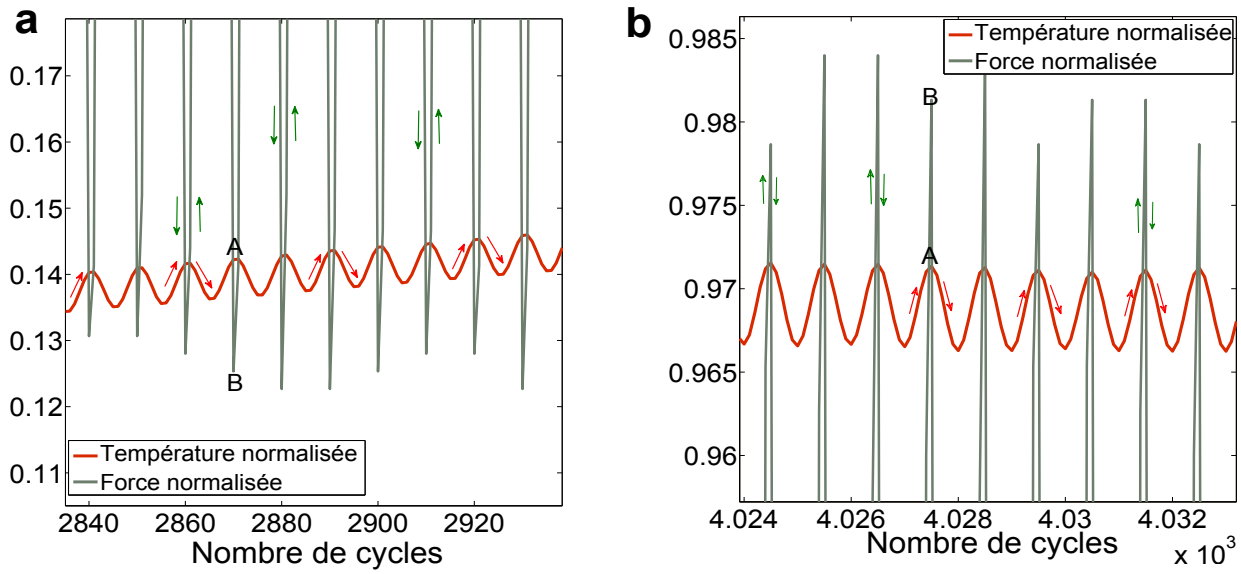

Figure 2.4 – *Exemple de force et température normalisées en fonction du nombre des cycles montrant le mécanisme d'inversion thermoélastique dans le cas d'un polyamide 6.6 conditionné à 80% en humidité relative : (a) thermoélasticité standard et (b) élasticité caoutchoutique.*

2.3 Conclusion sur le chapitre

Dans ce chapitre, nous avons exposé le cadre thermodynamique qui permet de définir et d'estimer les sources de chaleur induites par la déformation du matériau à partir des mesures de champs de température. Ce cadre nous a donc conduit à écrire une équation locale de diffusion de la chaleur sur laquelle s'appuie l'estimation des sources. Nous avons par la suite présenté la forme générale que prend le bilan d'énergie lors d'un cycle charge-décharge puis lors d'essais de fatigue cyclique. Un résultat qu'il nous semble important de rappeler ici est que le contenu énergétique d'une boucle d'hystérésis mécanique peut être associé, non seulement à une dissipation d'énergie, mais aussi aux mécanismes de couplage thermomécanique (en situation non isotherme et non adiabatique), ou encore, à des variations d'énergie interne induites par les modifications microstructurales. Dans ce dernier cas, la boucle d'hystérésis considérée ne correspond alors plus à un cycle thermodynamique. Inversement, l'hypothèse selon laquelle l'énergie associée à une boucle d'hystérésis serait entièrement dissipée implique que le cycle de chargement mécanique correspond pour le matériau à un cycle thermodynamique. Nous avons enfin introduit les notions d'élasticité entropique et d'inversion thermoélastique souvent rencontrées dans le cas de matériaux présentant des comportements hyperélastiques.

3

Mesures combinées de champs thermiques et cinématiques appliquées aux polymères thermoplastiques semi-cristallins

Sommaire

3.1 Thermographie infrarouge 48
3.1.1 Notions fondamentales sur le rayonnement thermique 48
3.1.2 Procédures et précautions métrologiques en TIR 53
3.2 Corrélation d'images en lumière blanche 60
3.2.1 Introduction 60
3.2.2 Mesure de déplacement plan par corrélation d'images numériques . 62
3.2.3 Dispositif d'acquisition cinématique 63
3.3 Dispositif expérimental 64
3.3.1 Dispositif d'acquisition 64
3.3.2 Recalage en temps et en espace 65
3.4 Bilan sur le chapitre 67

Ce chapitre aborde les principales caractéristiques du dispositif expérimental utilisé dans cette thèse. Ce dispositif comprend une machine de fatigue hydraulique couplée à deux dispositifs d'imagerie quantitative comprenant un système thermographique infrarouge et un système de corrélation d'images visibles de granularité. L'objectif principal est de définir le protocole expérimental qui permet la réalisation des mesures couplées de champs cinématiques et thermiques afin d'établir des bilans énergétiques complets. Nous allons donc commencer par présenter dans un premier temps le dispositif utilisé pour réaliser des acquisitions d'images infrarouges, ainsi que les difficultés rencontrées sur le plan métrologique pour parvenir à effectuer des mesures thermiques quantitativement fiables. Les performances de la caméra infrarouge en termes de résolution spatiale, temps d'intégration ainsi que la précision des mesures sont donc présentées. Ensuite, nous rappelons brièvement les principes et décrivons les moyens mis en oeuvre concernant le développement de techniques de corrélation d'images numériques de granularité (CING). En particulier, le principe de fonctionnement ainsi que le dispositif d'acquisition des images visibles sont présentés. Enfin, les outils développés au sein de l'équipe permettant l'enregistrement simultané d'images d'une même zone matérielle par les dispositifs infrarouge et visible sont brièvement décrits.

3.1 Thermographie infrarouge

Il existe plusieurs techniques de mesure de température sans contact : μ-PIV, thermographie à cristaux liquides, micro interférométrie, thermoréflectance ou encore thermographie infrarouge [Rosencwaig, 1982, Pajani, 1989, Papini et Gallet, 1994, Gaussorgues, 1999, Hohreiter *et al.*, 2002, Naylor, 2003, Piasecka et Poniewski, 2004]. Nous nous intéressons en particulier à cette dernière technique comme étant une technique d'imagerie quantitative permettant l'observation et l'analyse des champs 2D de température. Cette technique est, depuis quelques années, largement employée dans des domaines pour lesquels la caractérisation non destructive des matériaux solides est essentielle. Le principe de fonctionnement de la thermographie s'appuie principalement sur la radiométrie et se fonde sur des mesures de rayonnement.
Nous commencerons donc ce chapitre en rappelant les notions fondamentales associées aux mécanismes de rayonnement électromagnétique nécessaires à l'étude d'une chaîne de mesure radiométrique. Nous définirons en particulier quelques notions physiques en thermographie infrarouge tels que le corps noir, corps réel, émissivité, facteurs de réflexion, d'absorption et de transmission. Puis nous montrerons comment mesurer les champs de température à l'aide d'une caméra infrarouge ainsi que les précautions à prendre pour avoir des mesures qualitativement fiables.

3.1.1 Notions fondamentales sur le rayonnement thermique

3.1.1.1 Généralités sur la thermographie infrarouge

La technique de thermographie infrarouge est basée principalement sur la mesure du rayonnement infrarouge émis par des objets sollicités mécaniquement, électriquement, et/ou

thermiquement. Elle est considérée comme étant la technique la plus immédiate et accessible pour obtenir des images de champs de température. Les applications de cette technique pour la mécanique des solides sont nombreuses [Nayroles *et al.*, 1981, Brémond, 1982, Chrysochoos *et al.*, 1989, Pina *et al.*, 2004, Ranc *et al.*, 2008, Emery et Dulieu-Barton, 2010].
Les premiers détecteurs thermiques (les thermopiles), sont apparus vers 1830. Ces détecteurs étaient basés sur le principe du thermocouple et sur les effets conjugués de Peltier (1834), Seebeck et Thomson (1854). Ces types de détecteurs servent encore de nos jours à réaliser des mesures ponctuelles de températures et leur très grande diversité offre une échelle de température très large. Les bolomètres (détecteurs thermiques) tout comme les premiers détecteurs quantiques sont ensuite apparus vers 1880. En quelques années, de multiples technologies à base de détecteurs quantiques voient le jour. Entre 1930 à 1944, des détecteurs à Sulfure de Plomb (PbS) ont été développés pour une utilisation essentiellement militaire dans la bande infrarouge 1.2-3.2 μm. Entre 1940 à 1949, une extension dans la plage infrarouge moyenne 1.5-20 μm avec des détecteurs Antimoniure d'Indium (InSb)est désormais disponible. Mais ce n'est qu'en 1960 qu'une exploration de l'infrarouge lointain (15-20 μm à 1 mm) a vu le jour avec notamment des détecteurs à base de Mercure-Tellure-Cadmium (HgTeCd).
Les premières caméras infrarouges pour usage industriel et civil sont apparus dans les années 1970. Il s'agissait alors de caméras équipées d'un seul détecteur IR, refroidies à l'azote liquide, et d'un double système de balayage permettant de construire un thermosignal vidéo. Dans les années 1990, les caméras à détecteurs matriciels apparaissent sur le marché. Ces caméras ne nécessitent pas de système de balayage pour former des images, ce qui offre de sérieux avantages tels qu'une résolution spatiale élevée, un nombre bien plus grand d'images à la seconde, etc.
Pour mieux comprendre la chaîne d'acquisition radiométrique de ce type de caméra à détecteurs matriciels, il convient dans un premier temps de faire quelques rappels sur les notions de rayonnement électromagnétique.

3.1.1.2 Rayonnement thermique

Tout corps à une température donnée émet de l'énergie sous forme de radiations, appelée rayonnement thermique. Ce mécanisme est l'un des modes fondamentaux du transfert thermique. Les principales propriétés du rayonnement thermique sont les suivantes : *i)* Le transfert d'énergie s'effectue sans support matériel, *ii)* le flux de chaleur rayonnée n'est plus, comme en conduction, proportionnel au gradient de température et *iii)* l'émission des radiations dépend essentiellement de la longueur d'onde (les propriétés radiatives des matériaux dépendent de la longueur d'onde et de la température).
La nature du rayonnement thermique est liée aux ondes électromagnétiques. Le domaine concerné s'étend des ultraviolets à l'infrarouge. Il est caractérisé par une gamme de longueurs d'onde comprises entre 0.1 μm et 100 μm. Cette gamme comprend une petite partie de l'ultraviolet (0.1 à 0.4 μm), du spectre visible complet (0.4 à 0.75 μm) mais surtout du domaine de l'infrarouge (0.75 à 100 μm). La Figure 3.1 présente le domaine du rayonnement thermique dans le spectre électromagnétique, la place de l'infrarouge ainsi que la bande spectrale couverte par la thermographie infrarouge.
L'analyse spectrale du rayonnement thermique montre une majorité de courtes longueurs d'onde aux très hautes températures et une majorité de grandes longueurs d'onde pour

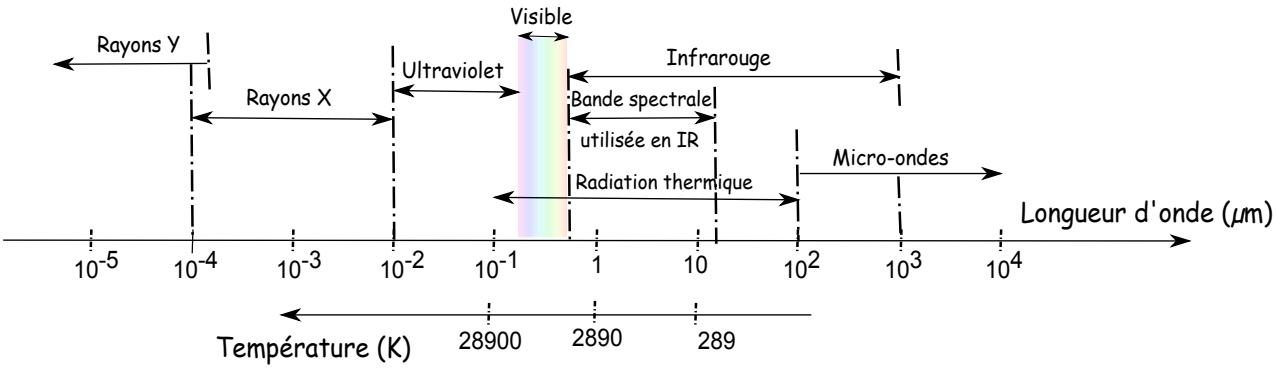

Figure 3.1 – *Représentation du spectre électromagnétique montrant une vue d'ensemble des ondes électromagnétiques (longueurs d'ondes en μm). Les ondes sont classées dans une nomenclature suivant leur longueur d'onde.*

des faibles températures. Aux basses températures, les longueurs d'onde du rayonnement thermique sont situées principalement dans la région infrarouge et on ne peut donc pas les observer à l'oeil nu. En revanche, pour des températures suffisamment élevées, le spectre du rayonnement semble s'éloigner vers l'ultraviolet. On constate donc une répartition continue de longueurs d'ondes comprises dans les régions spectrales de l'infrarouge, la lumière visible et de l'ultraviolet.
Quelques définitions fondamentales sont nécessaires pour mieux comprendre la définition de l'émission du rayonnement thermique par un corps. Comme nous l'avons signalé plus haut, ce rayonnement est d'origine électromagnétique.

3.1.1.3 Échanges thermiques par rayonnement et bilan énergétique

Les échanges thermiques par rayonnement font intervenir trois phénomènes distincts (cf. Figure 3.2) : *i)* une émission thermique caractérisée par une transformation d'énergie calorifique en rayonnement électromagnétique, *ii)* une transmission traduisant la propagation du rayonnement électromagnétique dans le vide et puis *iii)* une réflexion, une diffusion et une absorption qui traduisent l'interaction avec un ou plusieurs récepteurs opaques où le

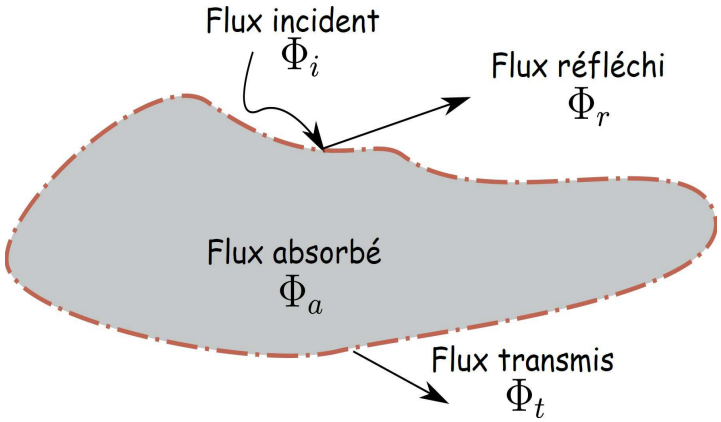

Figure 3.2 – *Interactions du rayonnement électromagnétique avec la matière : absorption, réflexion et transmission.*

rayonnement électromagnétique se convertit, par absorption, en énergie calorifique et/ou se

réfléchit en gardant son caractère d'ondes électromagnétiques. Chacun de ces phénomènes dépend de la longueur d'onde λ de la lumière incidente et de l'angle d'incidence ainsi que de la température du corps récepteur. Ils sont reliés par la loi de Kirchhoff suivante :

$$\Phi_i = \Phi_r + \Phi_t + \Phi_a \tag{3.1a}$$

$$\rho_\lambda + \tau_\lambda + \alpha_\lambda = 1 \tag{3.1b}$$

avec $\Phi_r = \rho_\lambda \Phi_i$ flux énergétique réfléchi, où ρ_λ est le facteur de réflexion. On a encore $\Phi_t = \tau_\lambda \Phi_i$, flux énergétique qui traverse le corps sans interaction, où τ_λ est le facteur de transmission. Enfin on a noté $\Phi_a = \alpha_\lambda \Phi_i$ flux absorbé (transformé sous forme d'énergie interne), où α_λ est le facteur d'absorption.

3.1.1.4 Corps noir

Par définition, un corps noir est un système idéal qui absorbe toutes les radiations qu'il reçoit quelles que soient leurs longueurs d'onde ou leurs incidences. D'un point de vue thermodynamique, ce système est considéré comme le meilleur émetteur de radiations. C'est un radiateur thermique parfait qui, à une température donnée, émet la puissance maximale du rayonnement. Son énergie émise est caractérisée par une distribution spectrale, définie suivant la loi de Planck. Cette loi décrit la distribution de densité d'énergie du rayonnement d'un corps noir en fonction de la fréquence et/ou de longueur d'onde pour une température thermodynamique donnée. Ainsi, la luminance spectrale d'un corps noir peut s'exprimer en fréquence $I(\nu, \theta_{cn})$, ou en longueur d'onde $I(\lambda, \theta_{cn})$ avec $\nu = c/\lambda$, selon la relation suivante (FIGURE 3.3) :

$$I(\nu, \theta_{cn}) = \frac{8\pi h \nu^3}{c^3} \left(e^{\frac{h\nu}{k_b \theta_{cn}}} - 1 \right)^{-1}, \quad \text{ou} \quad I(\lambda, \theta_{cn}) = \frac{8\pi h c}{\lambda^5} \left(e^{\frac{h\,c}{\lambda k_b \theta_{cn}}} - 1 \right)^{-1} \tag{3.2}$$

où h est la constante de Planck, c la vitesse de la lumière dans le vide, k_b la constante de Boltzmann et θ_{cn} la température du corps noir. Généralement, la loi de Planck n'est valable que pour un rayonnement qui se propage dans le vide ou dans des milieux dont l'indice de réfraction est voisin de l'unité (ce qui est raisonnablement le cas de l'air sec pour la fenêtre IR [1-10μm]).
On définit la luminance monochromatique énergétique produite quand les photons s'échappent du corps noir par l'ouverture destinée à la mesure $\mathcal{K}(\lambda, \theta_{cn}) = \frac{c}{4\pi} I(\lambda, \theta_{cn})$. Cette luminance s'exprime en W.m^{-2}.μm^{-1}.

3.1.1.5 Corps réel et facteur d'émissivité

Les objets communs ne sont généralement pas des corps noirs. Ce qui différencie les objets réels d'un corps noir est que ceux-ci émettront toujours un flux inférieur au corps noir placé dans les mêmes conditions, et que leur facteur d'absorption est différent de l'unité. Le flux thermique mesuré dépend à la fois de la température (selon la loi de Planck) mais aussi de l'émissivité du matériau à étudier. La détermination exacte de la température réelle d'un corps réel nécessite donc la connaissance précise de son émissivité. L'émissivité représente le rapport entre la luminance émise par la surface de l'objet testé et la luminance émise par

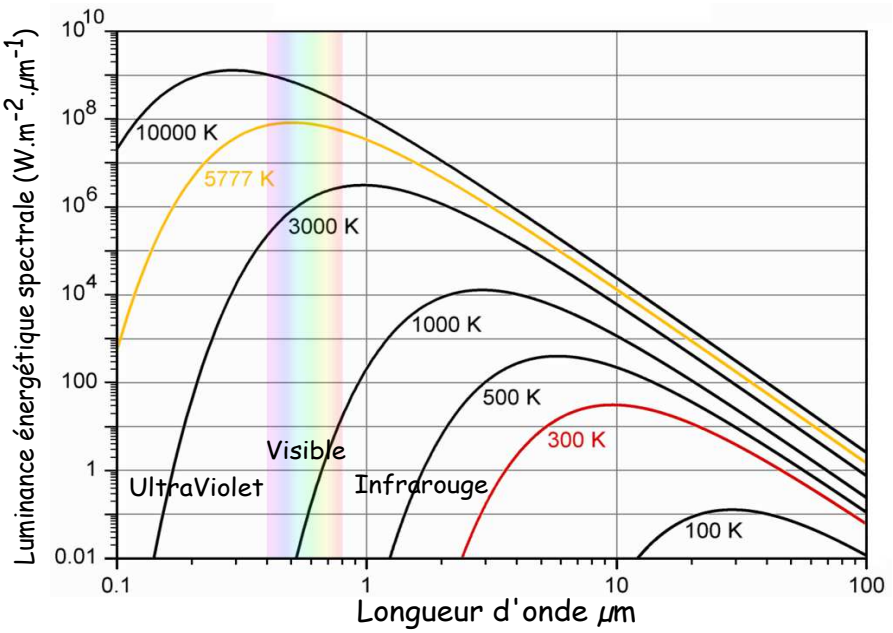

Figure 3.3 – *Luminances d'un corps noir en fonction de la longueur d'onde selon la loi de Planck, pour des isothermes de 100 à 10000 K.*

la surface d'un corps noir soumis aux mêmes conditions optiques et thermodynamiques. Il est à noter que cette émissivité reste une grandeur physique difficile à estimer théoriquement, car elle dépend de plusieurs facteurs liés au rayonnement lui-même et aux propriétés de surface du matériau.

- Le matériau et son état de surface. Le type de réflexion sur la surface joue un rôle très important sur la détermination exacte de l'émissivité. En effet, dans les mêmes conditions de température de surface, une surface rugueuse émet un rayonnement différent de celui d'une surface lisse et donc la structure matérielle présente une émissivité différente. Dans cette situation, les matériaux qui sont soumis aux chargements mécaniques vont manifester une variation d'émissivité, qui est justement, l'effet du changement de géométrie de la surface [Pajani, 1989].
- État physique. Il y a la sensibilité de l'émissivité à différentes variables physiques : la température, l'humidité, etc [Pajani, 1989].
- Propriétés optiques. L'angle d'observation influence l'émissivité. Si la luminance est uniforme quelle que soit la direction d'observation, on dit que le corps est lambertien. Généralement, en thermographie infrarouge, on ne considère que des angles d'observation de la scène thermique inférieurs à 30°, angles pour lesquels les corps restent raisonnablement lambertiens [Pajani, 1989].

Le principe de la mesure de température par radiométrie est relativement simple. La densité de puissance émise par rayonnement d'un corps dépend de sa température selon la loi de Stefan-Boltzmann :

$$\mathscr{Q} = \varepsilon \, \sigma_{sb} \, T^4 \tag{3.3}$$

où ε est l'émissivité du corps (un corps noir est défini par une émissivité égale à l'unité) et σ_{sb} la constante de Stefan-Boltzmann. Cette équation permet de relier le flux rayonné me-

suré par un capteur infrarouge à la température du corps observé. Ainsi il est possible, *a priori*, de retrouver la température d'un corps si l'on en connaît le rayonnement et son émissivité.
Après avoir rappelé quelques notions de base portant sur la physique du rayonnement infrarouge, nous allons dans ce qui suit présenter le dispositif de thermographie qui est la caméra infrarouge Titanium, du fabriquant Cedip (devenu Flir). Nous exposerons en particulier les différents paramètres de réglage ainsi que le principe de la mesure de température et les différents paramètres influençant la mesure. L'étalonnage grâce à un corps noir sera par la suite détaillé en parallèle avec le choix du revêtement comme critère de bonne émissivité.

3.1.2 Procédures et précautions métrologiques en TIR

3.1.2.1 Caméra Titanium

Les mesures thermiques sont réalisées à l'aide d'une caméra à plan focal appelée «Titanium» et commercialisée par CEDIP. Cette caméra infrarouge est composée d'une matrice de détecteurs de 512×640 pixels. Ces détecteurs sont codés sur une dynamique de 14 bits et maintenus à basse température par un système de refroidissement (compresseur à cycles Stirling). Ce système permet de maintenir la matrice des détecteurs à une température de travail de 80 K afin de minimiser leur propre bruit thermique et faciliter ainsi l'utilisation et la mise en place de la caméra. Le capteur de la caméra appartient à la famille InSB de sensibilité maximale aux photons localisés pour l'essentiel dans la gamme de longueur d'onde 3-5 μm (MW middle waves). Ce moyen de mesure de température dispose d'une fréquence d'acquisition maximale en plein fenêtrage de 380 Hz (jusqu'à 20 kHz en image réduite). Il est possible de régler le temps d'intégration (temps d'accumulation des charges électroniques) dans un intervalle allant de 3 μm à 20 ms afin d'optimiser la précision des mesures selon la gamme de températures observées. Un temps plus long permet de réduire le bruit temporel (majoritairement d'origine thermique) mais risque d'une part d'amener les pixels à la saturation (overflow) et d'autre part réduire la fréquence maximale d'acquisition.
Comme les détecteurs ne recueillent qu'une énergie photonique rayonnée dans un certain domaine de longueur d'ondes (énergie convertie en charge électrique par les détecteurs puis immédiatement en niveaux informatiques), le passage à des données en température nécessite l'étalonnage des détecteurs grâce à un corps noir porté à différentes températures connues. Il convient donc d'adopter une procédure d'étalonnage adéquate permettant de diminuer les incertitudes de mesure. La procédure d'étalonnage retenue est réalisée pixel à pixel [Honorat, 2006, Honorat *et al.*, 2005]. Ce type d'étalonnage a été proposé par l'équipe il y a une dizaine d'années. Les constructeurs proposent généralement des méthodes d'étalonnage moins lourdes de la matrice de détecteurs mais aussi moins précises. Nous reviendrons sur ces procédures dans la suite de ce rapport de thèse.
La caméra de mesure infrarouge est entièrement contrôlée par un ordinateur de commande équipé de logiciels CIRRUS et ALTAIR fourni par Cedip. Le premier logiciel permet de gérer l'interface de communication entre le dispositif informatique et la caméra (réglage de temps d'intégration, fréquence d'acquisition, procédure d'étalonnage avec ou sans NUC (Non Uniformity Correction)). Le second logiciel permet la visualisation des images vues par la caméra, leur enregistrement sous forme de films thermiques et éventuellement la mise à disposition de quelques outils pour le post traitement. Il donne, comme CIRRUS,

la possibilité de régler le temps d'intégration et la taille de la fenêtre d'acquisition. Plusieurs formats d'image sont disponibles 640×512 pixels, 320×256 pixels et 160×128 pixels. Les grands formats augmentent le temps de traitement mais donnent de bonnes précisions en terme de description des hétérogénéités spatiales dans des matériaux composites (détection des points chauds «hotspots»). Tandis que les petits formats réduisent le temps de traitement et permettent ainsi d'acquérir plus d'images par seconde. Le nombre des images enregistrées est généralement limité par les capacités de la mémoire RAM de l'ordinateur ainsi que celle du disque dur. Pour fixer les idées, dans nos essais, pour le nombre de cycles que l'on souhaitait atteindre, on a enregistré jusqu'à 102000 images par essai soit des fichiers de données de 20 Go (pour la partie IR uniquement).

3.1.2.2 Principe d'acquisition de champs de température

La fonction des détecteurs de la caméra est d'absorber et puis de convertir en signal électrique l'énergie du rayonnement incident. Ce signal électrique restitué par les détecteurs est lui-même convertit en signal numérique par le moyen d'un convertisseur (FIGURE 3.4 (a)). La réponse de chaque détecteur varie «linéairement» avec le flux de rayonnement mais est, le plus souvent, différente d'un détecteur à l'autre. Il convient donc de corriger cette hétérogénéité sur les réponses par l'application d'une correction de non-uniformité (NUC) des détecteurs (cf. FIGURE 3.4 (b)) et de remplacer les pixels défectueux par leurs voisins (BRP = «bad pixel replacement»). Le signal numérique restitué sous forme de niveaux informatiques est donc corrigé et envoyé à l'ordinateur par la carte d'acquisition puis enregistré dans la mémoire RAM. Le logiciel Altair permet ainsi d'étalonner en température et de visualiser les champs de température convertis.

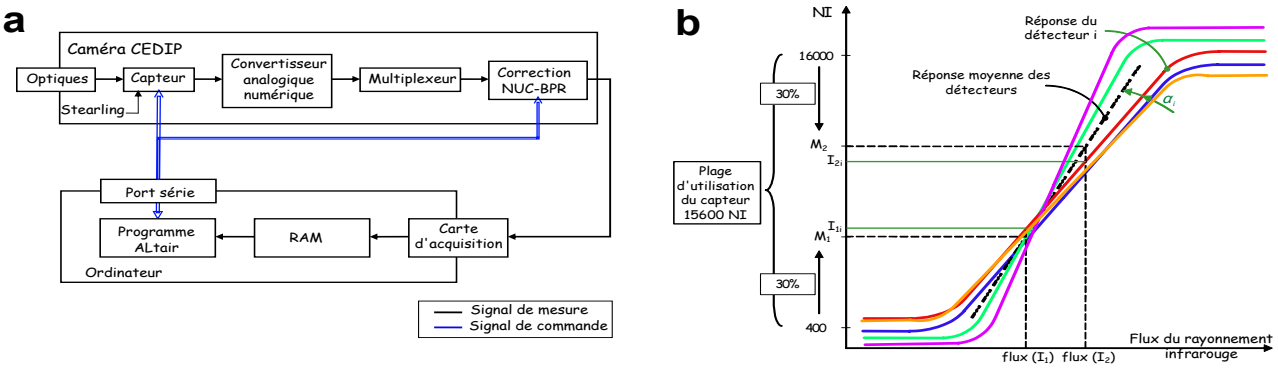

FIGURE 3.4 – *(a) Chaîne d'acquistion du champs de température, (b) Correction de la matrice du détecteur selon [Boulanger, 2004].*

3.1.2.3 Rayonnement réellement mesuré

La caméra infrarouge a pour fonction de transcrire en températures, les rayonnements infrarouges émis par la surface du matériau sollicité. Pour de bonnes mesures de température, l'unique information que doit recevoir le capteur de la caméra est le flux de photons émis par l'éprouvette toute seule. Néanmoins, ce capteur peut percevoir dans la pratique une luminance de différentes contributions émissives. Celle luminance est composée principalement de trois grandes parties : le rayonnement émis par l'échantillon sollicité, le rayonnement émis par l'environnement et réfléchi par la surface de cet échantillon ainsi qu'une

troisième partie influencée par l'interaction du rayonnement avec l'atmosphère présente entre l'échantillon et le détecteur de la caméra.
La luminance reçue par le détecteur peut donc être décomposée comme suit :

$$\mathcal{L} = \tau_{atm} \left[\varepsilon \mathcal{L}_o + (1-\varepsilon)\mathcal{L}_o\right] + (1-\tau_{atm})\, \mathcal{L}_{atm} \tag{3.4}$$

Dans la pratique, l'utilisation de cette équation, dite radiométrique, nécessite l'adoption de plusieurs hypothèses afin de maîtriser les conditions de mesure de manière à éviter ou à diminuer les rayonnements perturbateurs pour les mesures thermiques. La température de l'éprouvette est donc considérée constante sur chaque surface élémentaire de mesure. L'environnement de l'échantillon sollicité est assimilé à un émetteur parfait proche d'un corps noir dont la température T_e est uniforme. L'échantillon étudié doit se comporter comme un corps gris, c'est-à-dire que son émissivité reste constante dans la bande spectrale de fonctionnement. L'atmosphère dans laquelle se propage le rayonnement est uniforme et sa température T_a est constante. Le rayonnement mesuré par le détecteur est proportionnel au thermosignal délivré par la caméra.

3.1.2.4 Paramètres influençant la mesure de température

Le problème majeur posé en thermographie est l'analyse du rayonnement issu de la scène thermique. Dans la pratique, il n'est pas trivial de réaliser des mesures quantitatives de champs de température à cause de nombreux facteurs environnementaux et paramètres techniques qui peuvent perturber ces mesures (émissivité, transmission atmosphérique, étalonnage et dérive de la caméra, etc).
Le revêtement de l'éprouvette est un facteur majeur dans la mesure de température par radiométrie. Seules les hautes valeurs d'émissivité permettent de bonnes radiations de l'objet. L'augmentation de l'émissivité de la surface est donc primordiale. Un grand nombre de paramètres influençant l'émissivité du matériau et donc indirectement la mesure des champs de température ont été présentés et classés précédemment. Pour augmenter l'émissivité des éprouvettes, l'expérimentateur peut trouver un choix varié de revêtements disponibles dans [Poncelet, 2007]. Selon Poncelet, la différence de quelques pourcent entre une haute ($90\% \leq \varepsilon \leq 95\%$) et une très haute émissivité ($95\% \leq \varepsilon \leq 100\%$) est très importante sur la contribution des réflexions hors de la mesure. Passer par exemple de $\varepsilon = 94\%$ à $\varepsilon = 97\%$ divise par 2 l'intensité des réflexions parasites. Dans ce travail, on recouvre la surface de nos échantillons d'une couche de peinture noire à haute émissivité $\varepsilon = 0.97$. On s'affranchit ainsi de la plus grande partie des effets de réflexion. Ce revêtement supporte des niveaux de déformations importants (plus important que les niveaux de déformations à rupture des éprouvettes) et surtout reste homogène à notre échelle d'analyse.
Les conditions environnementales sont, elles-aussi, un des facteurs clefs pouvant perturber la mesure du rayonnement incident. L'atmosphère, située majoritairement entre l'échantillon en observation et le détecteur de la caméra infrarouge, n'est pas par nature un milieu transparent inerte. C'est un milieu semi-transparent (ou opaque, selon la longueur d'onde) qui reste à l'origine des perturbations extérieures et de la dégradation du signal reçu par la caméra. Lorsque la distance de l'objet-objectif de la caméra devient trop importante, la présence de l'atmosphère peut atténuer et perturber ainsi les mesures finales de température mesurée.
Les valeurs de la transmission atmosphérique varient selon la longueur d'onde. La transmission atmosphérique est importante dans les gammes de longueurs d'onde 2-5μm et 7-15μm

(cf. FIGURE 3.5 (a)). Ces gammes de longueurs d'onde sont appelées des fenêtres de transmission atmosphérique. Le facteur de transmission dans ces fenêtres diminue avec l'augmenta-

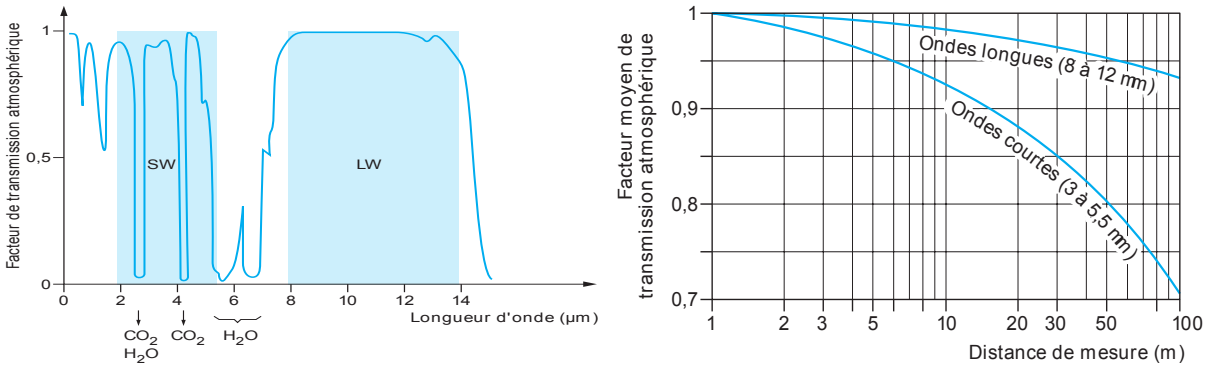

FIGURE 3.5 – *(a) Influence de la longueur d'onde sur la transmission atmosphérique (d'après Gaussorgues [Gaussorgues, 1984]) et le positionnement des caméras usuelles SW (Short Wave) et LW (Long Wave). (b) Facteur de transmission atmosphérique en fonction de la distance et de la fenêtre d'observation (d'après Carpentier [Carpentier, 2006]).*

tion de l'épaisseur d'atmosphère entre l'échantillon et le détecteur de la caméra infrarouge (cf. FIGURE 3.5 (b)). Cependant, il est communément considéré que dans des situations pour lesquelles la distance entre la surface de l'échantillon et le détecteur est courte (inférieure à 150mm), l'absorption atmosphérique est négligeable et donc le facteur de transmission pris égal à 1 [Pajani, 2011]. C'est la raison pour laquelle les fabricants de caméras développent deux sortes de caméras travaillant sur des longueurs d'onde de 2-5 μm et 7-15 μm.
Enfin la présence de l'humidité dans les matériaux d'études peut jouer aussi de plusieurs façons sur les mesures expérimentales. D'une part, elle peut entrainer des variations d'émissivité du matériau, et d'autre part, peut influencer les propriétés thermiques des matériaux. Afin d'éviter les éventuels rayonnements parasites dus à l'effet de l'environnement, les essais sont effectués en salle climatisée. On isole l'expérience des perturbations extérieures (le passage des personnes, ordinateurs, radiateurs, etc.) et on suppose ainsi que l'effet de l'environnement est constant durant une situation de mesure. Compte tenu de nos conditions d'essais et de la faible distance entre la caméra et l'échantillon d'étude (inférieure à 100 mm), le facteur de transmission de l'atmosphère est supposé égal à l'unité.

3.1.2.5 Étalonnage de la caméra infrarouge

3.1.2.5.1 Étalonnage constructeur

La caméra infrarouge fournit une mesure radiométrique (elle convertit chaque photon reçu dans une plage de longueur d'onde donnée en niveaux informatiques (NI)). On souhaite donc d'établir une loi d'étalonnage permettant d'associer à une température donnée du corps noir un niveau informatique. Cette loi d'étalonnage nécessite de construire une courbe de calibration. Cette étape expérimentale d'étalonnage reste donc une phase très délicate mais importante pour des mesures de température.
Les méthodes d'étalonnage proposées par les constructeurs de caméras infrarouges sont intégrées dans les logiciels de contrôle de ces caméras. Différentes méthodes d'étalonnage existent. Certaines méthodes intègrent un corps noir dans les caméras infrarouges, d'autres

utilisent plutôt un corps noir externe. Les différentes méthodes choisies par les constructeurs proposent une correspondance linéaire entre le thermosignal et le flux mesuré. En effet, l'étalonnage de la caméra est réalisé en deux grandes étapes. Dans un premier temps, il s'agit de corriger linéairement le flux mesuré $\Phi^{f}_{i,j,k}$:

$$\Phi^{fc}_{i,j,k} = \kappa_{i,j}\Phi^{f}_{i,j,k} + \beta_{i,j} \tag{3.5}$$

où $\Phi^{fc}_{i,j,k}$, $\kappa_{i,j}$ et $\beta_{i,j}$ sont, respectivement, le flux mesuré corrigé, le gain et l'offset de non-uniformité (NUC) en un pixel (i, j) donné au cours du temps. Cette correction a pour but de donner une réponse uniforme de la matrice de détecteurs face à une scène thermique homogène. Pour déterminer les coefficients $\kappa_{i,j}$ et $\beta_{i,j}$, 2 scènes thermiques uniformes haute et basse suffisent. L'expérimentateur doit donc s'imposer une gamme de température pour laquelle l'étalonnage est opérationnel.
Cette étape de conversion du flux corrigé $\Phi^{fc}_{i,j,k}$ en température $\theta^{f}_{i,j,k}$ permet d'écrire :

$$\theta^{f}_{i,j,k} = \mathscr{P}\left(\Phi^{fc}_{i,j,k}\right) \tag{3.6}$$

où $\mathscr{P}$ est un polynôme d'étalonnage qui est considéré indépendant du pixel (i, j) choisi.
Les pixels de la matrice de détecteur présentant des réponses «lointaines» de la moyenne sont considérés comme défectueux (Bad pixels). Une méthode est appliquée pour écarter les pixels défectueux de la matrice de détecteur. Dans la pratique, le constructeur applique trois méthodes de détection des bad pixels (méthode de gain, de l'offset et celle du bruit afin d'uniformiser la réponse de la matrice du détecteur en l'ajustant par rapport à la réponse moyenne). Le logiciel Altair dispose de ces fonctions qui permettent de remplacer le pixel défectueux par la valeur d'un pixel voisin non défectueux. Il va de soi que ce type de correction peut perturber grandement l'estimation des gradients de températures surtout quand les «bad pixels» sont regroupés, ce qui arrive fréquemment [Honorat, 2006].
Cette loi d'étalonnage constructeur est réalisée de manière automatique par le logiciel de contrôle de la caméra (Altair). L'étalonnage ainsi conçu par le constructeur est spécifique aux paramètres et aux conditions de mesure (une petite plage de températures bien précise, située assez loin des bornes de saturation). Or, ces méthodes, qui s'appuient sur l'homogénéisation de la réponse du détecteur, réduisent considérablement la dynamique utile des capteurs (en gros, on la divise par 2 !). Elles peuvent ne pas satisfaire le choix de la plage d'utilisation de la caméra et donc induire des erreurs de mesures si les échantillons sollicités produisent des auto-échauffements qui sortent de cette plage de température (saturation haute et basse des pixels). Pour toutes ces raisons, l'équipe ThM2 du LMGC a décidé de développer sa propre méthode d'étalonnage évitant les étapes de NUC et BPR [Honorat *et al.*, 2005].

3.1.2.5.2 Étalonnage pixel par pixel

Compte tenu de l'importance de cette étape sur le traitement des images thermiques, il a été décidé de court-circuiter les procédures NUC et BPR pour étalonner indépendamment chaque détecteur de la caméra. L'équipe ThM2 a donc choisi de travailler avec les données infrarouges enregistrées brutes de tout traitement, c'est à dire sous forme de niveaux informatiques (NI).
Il s'agit donc d'exposer la matrice des détecteurs de la caméra à un corps noir plan porté à

des températures stabilisées et uniformes choisies en fonction de la gamme de températures de travail. Dans la majorité des essais réalisés, on discrétise la plage de températures du corps noir de 15 °C à 60 °C avec un pas de 1 °C (ou moins si nécessaire) et l'on enregistre par la suite une série de blocs d'images donnant $\Phi^f(T_{CN})$, chaque bloc faisant environ N=150 images pour chacune des valeurs de T_{CN}. La distance entre le capteur de la caméra et le corps noir doit être la même que celle entre le capteur est l'échantillon. Bien évidemment, on ne change pas non plus le temps d'intégration ni même la taille de l'image entre l'étalonnage et les essais, l'étalonnage pouvant changer d'un format d'image à l'autre, le circuit de lecture des pixels n'étant pas le même. Par la suite, chacun des blocs d'image est moyenné temporellement pour obtenir une image débruitée. Le bruit d'une caméra IR étant plutôt de type blanc gaussien, l'étendue du bruit décroit en $\sqrt{N}$.
La réponse de chaque pixel est donnée donc par la loi d'étalonnage suivante :

$$T(i,j) = \sum_{p=0}^{p=\varsigma} a_p(i,j) NI(i,j)^p \tag{3.7}$$

où ς est le degré ces polynômes d'étalonnage, et où $NI(i,j)$ et $T(i,j)$ sont respectivement le niveau informatique et la température du pixel de coordonnée (i,j). Les coefficients de cette loi d'étalonnage sont déterminés à l'aide d'une approximation de type moindres carrés. Dans ce travail de thèse, le degré du polynôme est choisi égal à 3 (offset, pente et courbure). Ce degré est suffisant pour décrire correctement le comportement des détecteurs. Or, si on est successible de travailler dans une plage de températures proche de la saturation, il est très recommandé d'augmenter ce degré des polynômes d'étalonnage (généralement, on le prend égal à 5 ou 6).
Une fois la loi d'étalonnage établie, l'étape suivante consiste à tester la qualité de réponse de tous les détecteurs et d'écarter ainsi les détecteurs défectueux. Deux critères ont été choisis. Il s'agit dans un premier temps d'un critère grossier qui consiste à écarter les «very bad pixels» ou «pixels morts» dont la dynamique est extrêmement éloignée de la température consigne du corps noir. Cela se fait par le calcul de l'écart en valeur absolue entre la température consigne du corps noir T_{CN} et la température $T(i,j)$ calculée au pixel (i,j) (cf. Figure 3.6 (a)). Il convient donc de choisir le seuil δT_1 (dans ce travail, on prend un seuil de l'ordre d'un dixième de degré) suivant l'inégalité suivante :

$$\mid T(i,j) - T_{CN} \mid \geq \delta T_1 \tag{3.8}$$

Une fois les very bad pixels écartés, seuls les pixels restant sont considérés. Un second critère plus fin est considéré pour éliminer les pixels dont la dynamique reste encore éloignée du comportement moyen. Cela revient à calculer l'écart en valeur absolue entre la température moyennée dans le temps et la température moyenne spatio-temporelle T_M calculée sur les autres pixels. Ce critère permet de s'assurer que la réponse de tous les pixels du capteur est bien homogène. Un second seuil δT_2 est donc choisi pour homogénéiser les réponses des pixels (cf. Figure 3.6 (b)). Ce seuil est pris de l'ordre de quelques centièmes de degré, globalement entre 0.01 °C et 0.02 °C. Le second critère doit vérifier l'expression suivante :

$$\mid T(i,j) - T_M \mid \geq \delta T_2 \tag{3.9}$$

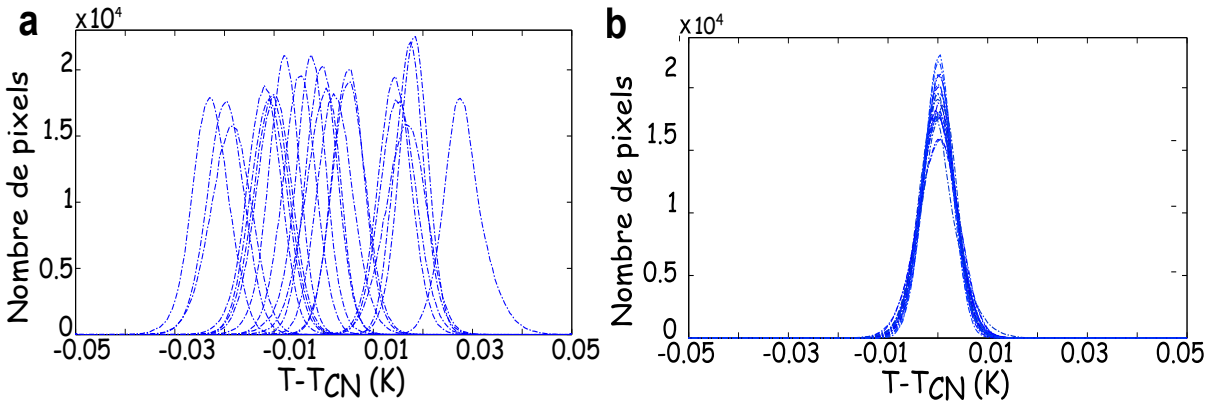

FIGURE 3.6 – *Distribution de la réponse des pixels observant une scène thermique uniforme : (a) premier critère avec un seuil égal à 0.1 °C, (b) second critère avec un seuil égal à 0.04 °C.*

Pour rassurer le lecteur, ces deux critères donnent, malgré tout, pour nos essais, un pourcentage très faible de bad pixels. Environ 95 sur 327680 pixels sont disqualifiés, soit 0.03% des pixels de la matrice. La FIGURE 3.7 illustre ce pourcentage par une cartographie de pixel

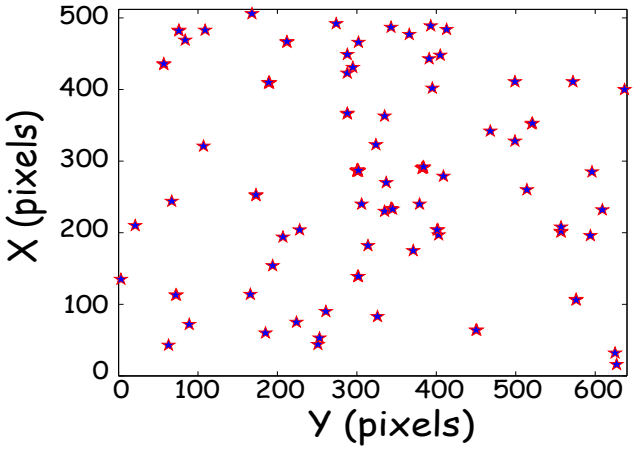

FIGURE 3.7 – *Cartographie des pixels disqualifiés (défectueux).*

défectueux. Une fois ces bad pixels identifiés, ils seront ignorés dans les calculs ultérieurs (passage des températures aux sources de chaleur).
Cette procédure d'étalonnage est à réaliser pour chaque mise sous tension de la caméra et pour chaque modification de paramètres d'acquisition (temps d'intégration, fréquence d'acquisition, etc). Afin d'éviter toute dérive thermique, ces étalonnages ainsi que les mesures durant les essais sont réalisés environ 4h après la mise en route de la caméra.

3.1.2.5.3 Dérive de la caméra

Une dérive thermique est observée pendant les premières heures qui suivent le démarrage de la caméra infrarouge. La température interne moyenne de la caméra augmente considérablement pendant les quatre premières heures du début de fonctionnement comme peut l'illustrer la FIGURE 3.8. Sur cette figure, Berthel montre que la température moyenne mesurée par la caméra dérive de plus de 0.7 °C avant de se stabiliser [Berthel, 2007]. Cela peut

induire une incertitude non négligeable sur le flux thermique reçu et par conséquent sur les mesures de température. Pour remédier à cette situation, il convient donc d'attendre l'équilibre thermique interne de la caméra.

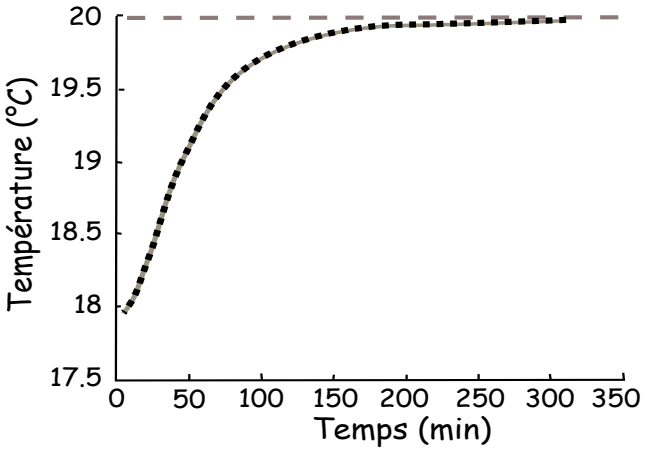

Figure 3.8 – *Température en fonction du temps montrant la dérive de la caméra IR [Berthel, 2007].*

3.2 Corrélation d'images en lumière blanche

Parallèlement à la mesure de champs de température vue précédemment, on cherche à suivre le mouvement des points matériels lors de la transformation. L'idée est de combiner les mesures thermiques et cinématiques afin de suivre la température de volumes matériels élémentaires au cours de leur déplacement et de leur déformation tout au long de l'essai [Chrysochoos *et al.*, 2000].

3.2.1 Introduction

Cette technique de mesure optique a été développée dans les années 80 [Lucas et Kanade, 1981, Sutton *et al.*, 1983, Sutton *et al.*, 1986] et a depuis été largement améliorée et appliquée [Scambos *et al.*, 1992, Bay *et al.*, 1999, Doumalin et Bornert, 2000, Doumalin, 2000, Schreier *et al.*, 2000, Wattrisse *et al.*, 2001b, Chasiotis et Knauss, 2002, Hild *et al.*, 2002, Schmidt *et al.*, 2003, Neu et Walton, 2008]. Si les techniques ont bien évolué durant cette période, les principes fondamentaux restent inchangés et sont décrits dans [Patel, 2005, Grédiac et Hild, 2011]. Le champ de déplacement surfacique $\boldsymbol{u}$ est obtenu par intercorrélation d'une image de référence $\mathscr{I}_i$ avec une image déformée $\mathscr{I}_f$ et le champ de déformation $\boldsymbol{\varepsilon}$ est calculé par la suite [Sutton *et al.*, 2009] en dérivant les champs de déplacement (cf. chapitre 4). Le matériel nécessaire pour l'utilisation de cette technique sont : une caméra CCD (ou CMOS), un PC et une source en lumière blanche (source blanche froide si on couple avec des acquisitions IR). Par contraste aux capteurs locaux tels que l'extensomètre ou encore la jauge de déformation, la technique de la DIC présente deux grands avantages. Elle permet d'une part d'obtenir des mesures sans contact et d'autre part de générer des cartographies locales de déplacement et de déformation, ce qui peut être utile pour des analyses locales cherchant à évaluer le caractère hétérogène ou anisotrope de la transformation (comme les polymères composites

renforcés de fibres de verre courtes que nous étudions ici).

Généralement, une texture ou un motif aléatoire à la surface des échantillons est utilisé. Cet aspect aléatoire est appliqué dans notre cas grâce à un dépôt de peinture blanche projetée à la surface de l'échantillon étudié.
Des images de la surface de l'éprouvette sont donc enregistrées au cours d'un essai mécanique (ici fatigue oligocyclique) à l'aide d'une caméra visible CCD. Les champs de déplacement entre les deux états (initial et déformé) sont déterminés par corrélation (voir Figure 3.9). Dans un premier temps, une zone d'étude ZE est définie sur l'image de l'éprou-

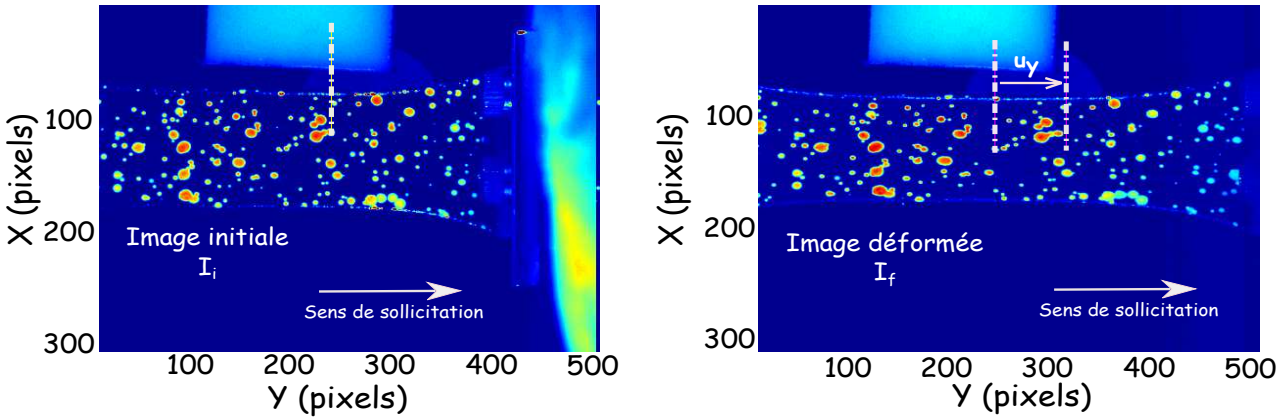

Figure 3.9 – *Illustration du déplacement entre l'image initiale et déformée. Les figures montrent le déplacement des points matériels (mouchetis) vers la droite.*

vette (celle-ci ne doit pas dépasser les bords de l'éprouvette). Cette ZE est par la suite discrétisée en une multitude de zones de corrélation souvent carrées ZC_i et ZC_j (des sous-fenêtres de corrélation de quelques pixels autour des noeuds du maillage sur lesquels est déterminée localement la transformation entre les deux images). Une zone de corrélation doit être suffisamment grande de manière à ce que l'on dispose d'assez d'information pour identifier les paramètres de la transformation des images. Dans ce travail, la taille des zones de corrélation sont prises égales à quatre fois la taille d'un point matériel (typiquement une tâche de mouchetis). Ensuite, le déplacement de chaque zone est calculé par corrélation. La Figure 3.10 illustre ce dernier point. Le calcul de corrélation est décrit dans les paragraphes suivants.
L'intercorrélation consiste à retrouver dans l'image déformée la signature optique locale (variations de contraste) d'une petite surface matérielle de l'image initiale (voir Figure 3.10). Ces signatures optiques diffèrent entre elles d'un déplacement, de la zone matérielle, et de la déformation de cette zone. L'intercorrélation consiste donc à retrouver dans l'image déformée une signature optique aussi proche que possible de la signature de départ. Le déplacement est calculé en recherchant la position qui minimise l'écart entre des zones de recherches ZR dans lesquelles on souhaite rechercher la ZC dans les images initiale et déformée. Quelques développements mathématiques sont nécessaires pour comprendre d'où provient cette technique permettant de mesurer des champs cinématiques 2D.

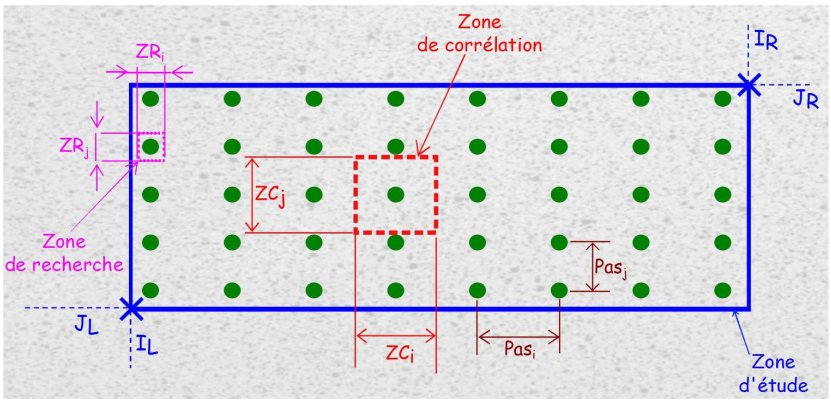

FIGURE 3.10 – *Illustration des différents paramètres de mesure par corrélation d'image (maillage, zone de recherche, zone de corrélation, zone d'étude, etc).*

3.2.2 Mesure de déplacement plan par corrélation d'images numériques

Le but de la méthode de corrélation est de superposer les zones d'étude ZE d'une image déformée par rapport à une image de référence. Le déplacement d'une ZE est donc évalué via les différences en intensité du signal bidimensionnel entre les deux images, numérisé par la caméra CCD. Pour estimer cette différence ou ce décalage entre les deux signaux, une des approches classiques utilisant la fonction de corrélation est appliquée. Le développement de cette approche s'inspire ici principalement de celui détaillé dans la thèse de Wattrisse [Wattrisse, 1999].

Pour cela, on définit dans un premier temps les deux composantes $u(x, y)$ et $v(x, y)$ du vecteur déplacement plan $\boldsymbol{\mathscr{D}}$ d'un point matériel $\boldsymbol{\mathscr{M}}$ de coordonnées (x, y) de la zone d'étude considérée. Ce vecteur de déplacement $\boldsymbol{\mathscr{D}}$ est considéré constant localement. On note par $\mathscr{I}_f(\boldsymbol{\mathscr{M}})$ les signaux qui représentent les perturbations d'une copie décalée $\mathscr{I}_i(\boldsymbol{\mathscr{M}} - \boldsymbol{\mathscr{D}})$ d'un signal de référence $\mathscr{I}_i(\boldsymbol{\mathscr{M}})$:

$$\mathscr{I}_f(\boldsymbol{\mathscr{M}}) = \mathscr{I}_i(\boldsymbol{\mathscr{M}} - \boldsymbol{\mathscr{D}}) + \mathscr{B}(\boldsymbol{\mathscr{M}}), \tag{3.10}$$

ici $\mathscr{B}(\boldsymbol{\mathscr{M}})$ représente le bruit de fond (bruit des photons émis et/ou bruit de minimisation). Pour évaluer le vecteur déplacement plan $\boldsymbol{\mathscr{D}}$, une minimisation d'une fonctionnelle φ est nécessaire. Cette fonctionnelle représente la norme de la différence entre $\mathscr{I}_i(\boldsymbol{\mathscr{M}} - \boldsymbol{\mathscr{D}}^*)$ et $\mathscr{I}_f(\boldsymbol{m})$ avec $\boldsymbol{\mathscr{D}}^*$ un déplacement imposé :

$$\min_{\boldsymbol{\mathscr{D}}^*}(\varphi(\boldsymbol{\mathscr{D}}^*)) = \min_{\boldsymbol{\mathscr{D}}^*} \|\mathscr{I}_f(\boldsymbol{\mathscr{M}}) - \mathscr{I}_i(\boldsymbol{\mathscr{M}} - \boldsymbol{\mathscr{D}}^*)\|^2 \tag{3.11}$$

Si l'on choisit la norme quadratique habituelle $\|\mathscr{I}_f\|^2 = \int\int_{-\infty}^{+\infty} \mid \mathscr{I}_f(\boldsymbol{\mathscr{M}}) \mid^2 dxdy$, le problème précédent de minimisation est équivalent à maximiser la quantité :

$$\mathscr{H}(\boldsymbol{\mathscr{D}}^*) = \int\int_{-\infty}^{+\infty} \mathscr{I}_f(\boldsymbol{\mathscr{M}})\mathscr{I}_i(\boldsymbol{\mathscr{M}} - \boldsymbol{\mathscr{D}}^*)d\boldsymbol{\mathscr{M}} = \int\int_{-\infty}^{+\infty} \mathscr{I}_f(x, y)\mathscr{I}_i(x - u^*, y - v^*)dxdy \tag{3.12}$$

Généralement, on choisit de diviser le produit de maximisation précédent par un facteur de normalisation (le critère de corrélation croisé normé). Le déplacement $\boldsymbol{d}$ est donc calculer

par la relation suivante :

$$\mathscr{D} = \text{argmax}_{u^*,v^*} \frac{\int\int_{-\infty}^{+\infty} \mathscr{I}_f(x,y)\mathscr{I}_i(x-u^*,y-v^*)dxdy}{\sqrt{\int\int_{-\infty}^{+\infty} \left(\mathscr{I}_f(x,y)\right)^2 dxdy}.\sqrt{\int\int_{-\infty}^{+\infty} \left(\mathscr{I}_i(x-u^*,y-v^*)\right)^2 dxdy}} \tag{3.13}$$

Comme les données fournies par la caméra visible sont discrètes, le critère de corrélation écrit juste avant est donc modifié de manière à tenir compte de l'aspect discret des images numérisées. Il convient donc d'écrire :

$$\boldsymbol{\varphi}(m,n) = \frac{\sum_{(i,j)\in ZC} \mathscr{I}_f(i,j)\mathscr{I}_i(i-m,j-n)}{\sqrt{\sum_{(i,j)\in ZC} \left(\mathscr{I}_f(i,j)\right)^2 dxdy}.\sqrt{\sum_{(i,j)\in ZC} \left(\mathscr{I}_i(i-m,j-n)\right)^2}} \tag{3.14}$$

Des méthodes d'interpolations polynomiales quadratiques peuvent ensuite être appliquées au voisinage du maximum discret afin d'avoir un déplacement inférieure à l'échelle d'un pixel. D'autres méthodes d'optimisation sont donc nécessaires pour calculer les valeurs de l'image finale. En particulier, un lissage spatio-temporel est utilisé pour atténuer le bruit des mesures sur les déplacements.

3.2.3 Dispositif d'acquisition cinématique

La caméra choisie pour enregistrer les images visibles à la surface de l'éprouvette en sollicitation est une Phantom V12. Cette caméra est composée d'une matrice de détecteurs de 1280×800 pixels codés sur 12 bits pour une taille de pixel de 20 μm. Ce moyen de mesure des déplacements dispose d'une fréquence d'acquisition maximale de plusieurs kHz en plein fenêtre voire 1MHz pour des petits formats d'images (dans le cadre de ce travail, la fréquence d'acquisition sera fixée à 100Hz pour des essais réalisés à une fréquence de sollicitation de 10Hz et à 10Hz pour des fréquences de sollicitations de 1Hz). La mémoire de stockage interne de la caméra est de 32 Go. Le montage de cette caméra est très délicat et requiert des précautions très importantes (par ex. l'axe optique doit être perpendiculaire à la surface de l'échantillon afin d'éviter tous déplacements parasites lors du mouvement de l'éprouvette dans le champ de la caméra). Les algorithmes de corrélation d'images nécessitent toujours de travailler avec des images numérisées dont le contraste soit suffisant pour bien pouvoir distinguer les variations locales d'intensité lumineuse. Généralement, avant de commencer l'essai, il est impératif de bien régler l'éclairage (dans ce travail, on utilise une source en lumière blanche) et le temps d'intégration ainsi que la fréquence d'acquisition de manière à pouvoir d'une part de maximiser la distribution des niveaux de gris sur l'ensemble de l'image et d'autre part de limiter les saturations des pixels.
Une fois les images numérisées, elles sont enregistrées par la suite dans le disque dur de l'ordinateur pilotant la caméra visible. Les mesures cinématiques bidimensionnelles (déplacements, déformations, vitesses de déformations, accélérations, etc) sont obtenues grâce au logiciel *Kelkins* développé au LMGC. Ces mesures peuvent être couplées aux mesures thermiques dès que l'on cherche à établir des bilans énergétiques.
Parmi les avantages de la corrélation d'images numériques, est le fait que ses principes peuvent être étendus à la stéréocorrélation pour accéder à la forme tridimensionnelle des

déplacements de surface observée (trois composantes x, y et z). Cette méthode de stéréo-corrélation est basée sur le fait que la position réelle d'un point physique et obtenue à partir des positions des projections de ce point dans deux plans images non parallèles de caractéristiques connues. Pour plus de détail sur le sujet, le lecteur intéressé est invité à consulter la thèse de Wen Shuang [Shuang, 2012]. D'autres chercheurs adoptent les principes de la corrélation d'images numériques pour étudier la cinématique dans le volume des matériaux à l'aide par exemple d'une mesure en tomographie. Cependant, tous ces avantages de la CIN restent limités du fait de l'influence importante du bruit et du temps de calcul. Le choix des paramètres de corrélation ainsi que les méthodes de lissage spatio-temporel sont développés en détails dans [Wattrisse *et al.*, 2001a, Wattrisse *et al.*, 2001b].

3.3 Dispositif expérimental

3.3.1 Dispositif d'acquisition

Le dispositif expérimental, illustré par la Figure 3.11, est constitué d'un machine hydraulique de marque MTS 810 et des deux caméras infrarouge et visible déjà définies précédemment.

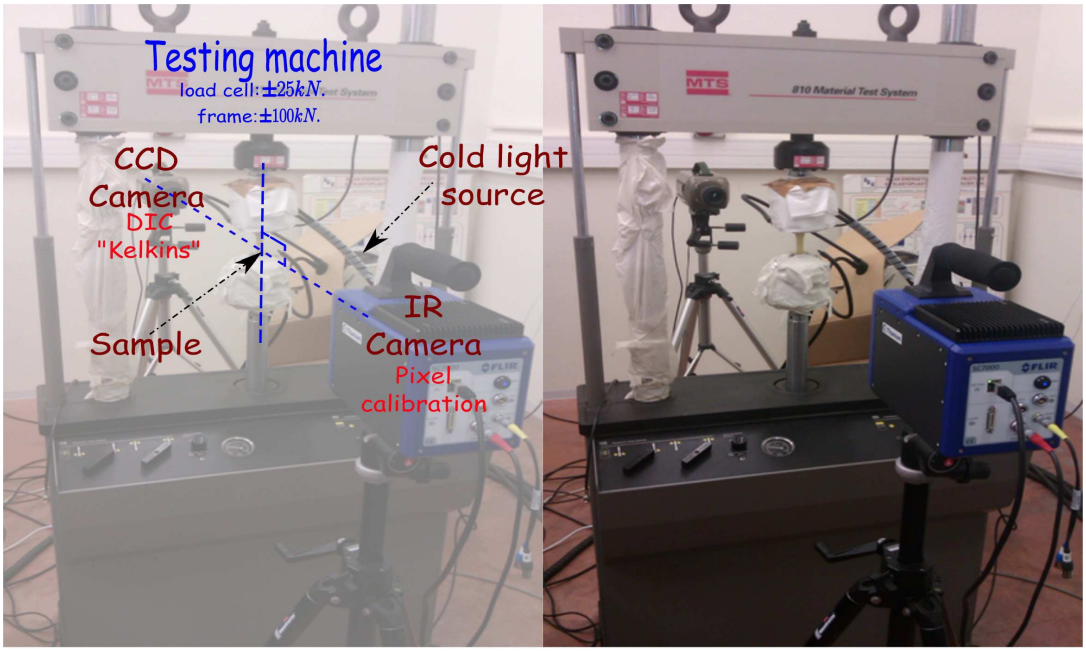

Figure 3.11 – *Dispositif expérimental utilisé pour réaliser la caractérisation thermomécanique des polymères d'étude soumis à des essais de fatigue uniaxiale de traction-traction.*

Concernant la machine hydraulique, celle-ci est constituée d'un bâti de capacité de 100kN équipée d'une cellule de force de ±25 kN. Cette machine permet d'appliquer des courses maximales du vérin de l'ordre de 150 mm. Elle peut donc servir pour des essais de grandes déformations. Le pilotage de la machine est assuré par le logiciel «MultiPurpose Testware». La machine peut donc être pilotée en force ou en déplacement et elle a été utilisée dans ce

travail de thèse pour réaliser des essais de fatigue oligocyclique de traction-traction uniaxiale. Les échantillons testés sont maintenus par des mors hydrauliques dont le choix de leur pression reste important. Une pression très élevées peut conduire à des concentrations de contrainte tandis qu'une pression faible peut favoriser le glissement entre les têtes de l'échantillon et les mors pendant l'essai. Les données mécaniques relatives aux essais (force, déplacement du vérin ainsi que le temps de l'essai) sont acquises et enregistrées dans le disque dur de l'ordinateur de contrôle. Les caméras visible et infrarouge sont donc placées face à face de manière à avoir leur axe optique perpendiculaire à la surface postérieure de l'échantillon. L'idée est donc de mesurer de manière simultanée les champs de température et de déplacement sur une zone d'intérêt. Comme les deux caméras ne mesurent que les champs plans, nous supposons donc que les distributions à la surface de l'échantillon restent représentatives de ce qui se passe en moyenne suivant l'épaisseur de l'échantillon de faible épaisseur.
Pour combiner les champs cinématiques aux champs thermiques, une procédure supplémentaire a été développée pour permettre la synchronisation temporelle de la prise des images ainsi que le recalage spatial.

3.3.2 Recalage en temps et en espace

3.3.2.1 Recalage en temps

La synchronisation temporelle des différents signaux (thermiques, cinématiques et mécaniques) est essentielle pour la construction des bilans énergétiques. Un boitier électronique Synchrocam a été conçu au laboratoire pour déclencher en même temps toutes les acquisitions [Chrysochoos *et al.*, 2009]. Ce boitier permet de transmettre des impulsions (des ordres d'acquisition) permettant de déclencher les acquisitions des images visibles et thermiques de manière simultanée. Le principe du dispositif synchrocam est le suivant : le dispositif envoie trois fronts montants. Le premier est dédié à la carte d'acquisition de la caméra thermique, le second pour celle de la caméra visible et le dernier est consacré aux acquisitions des données mécaniques fourni par la machine d'essai. Un générateur de fréquences intégré dans le programme Labview fournit donc la base de temps commune pour les acquisitions. Grâce à l'entrée «trigger» des caméras, les acquisitions débutent de manière simultanée et les signaux analogiques issus de la machine d'essai sont numérisés pour chaque acquisition d'image. Cependant, les ordres des acquisitions imposées en termes de fréquence d'acquisition et d'impulsions peuvent parfois ne pas être respectés par les caméras, et en particulier par la caméra infrarouge. Ce genre d'anomalie peut arriver au début de chaque essai (premières images ne sont pas acquises) ou encore lors de l'acquisition (pertes des images) [Shuang, 2012]. Une procédure de recalage dans le temps est donc essentielle pour la correspondance temporelle entre les différentes caméras (Figure 3.12).

3.3.2.2 Recalage en espace

Pour superposer les images thermiques et cinématiques qui n'ont pas été enregistrées avec les mêmes résolutions spatiales, on introduit une technique souvent utilisée au LMGC qui consiste à établir une correspondance spatiale des images à l'aide de trois points communs. Cette correspondance prend en compte les translations et les rotations dans le plan ainsi que les facteurs d'échelle horizontaux et verticaux. Toutes ces transformations sont déterminées

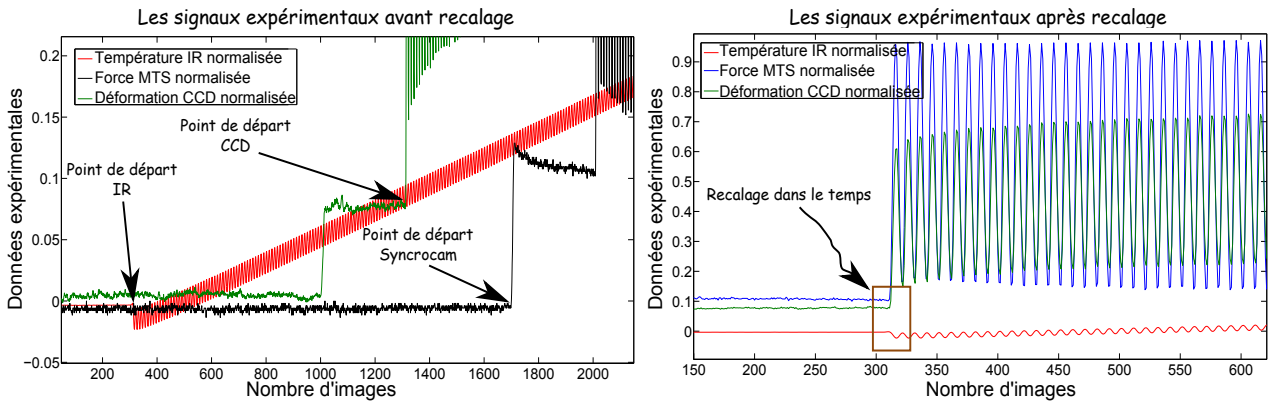

FIGURE 3.12 – *Évolutions temporelles des variations de température, de la déformation, et de la force de la machine hydraulique normalisés, au début de l'essai. La déformation longitudinale et les variations de la température sont moyennées sur la zone centrale de $6\times4\,mm^2$ pour une fréquence de sollicitation de 10 Hz et des fréquences d'acquisition de 100 Hz. Les courbes illustrent la correspondance temporelle entre les différents signaux.*

à l'aide d'une mire (FIGURE 3.13) montée dans les mors de la machine d'essai. Cette étape consiste à réaliser trois marques sur la mire facilement identifiables sur les images thermiques et cinématiques. Celles-ci vont permettre d'obtenir (la ou les) transformation(s) qui permet(tent) le passage du repère de l'image IR à celui de l'image CCD. La détermination de cette transformation se fait en résolvant au sens de moindre carrée le système suivant :

$$\begin{pmatrix} x_{CCD} \\ y_{CCD} \end{pmatrix} = \underbrace{\begin{pmatrix} \gamma_x & \eta_x \\ \gamma_y & \eta_y \end{pmatrix}}_{\mathscr{R}} \begin{pmatrix} x_{IR} \\ y_{IR} \end{pmatrix} + \underbrace{\begin{pmatrix} \lambda_x \\ \lambda_y \end{pmatrix}}_{\mathscr{D}} \tag{3.15}$$

où x_{CCD} et y_{CCD} sont les coordonnées CCD et x_{IR}, y_{IR} sont les coordonnées IR. $\mathscr{R}$ représente une matrice de rotation tandis que $\mathscr{D}$ est un vecteur de déplacement.

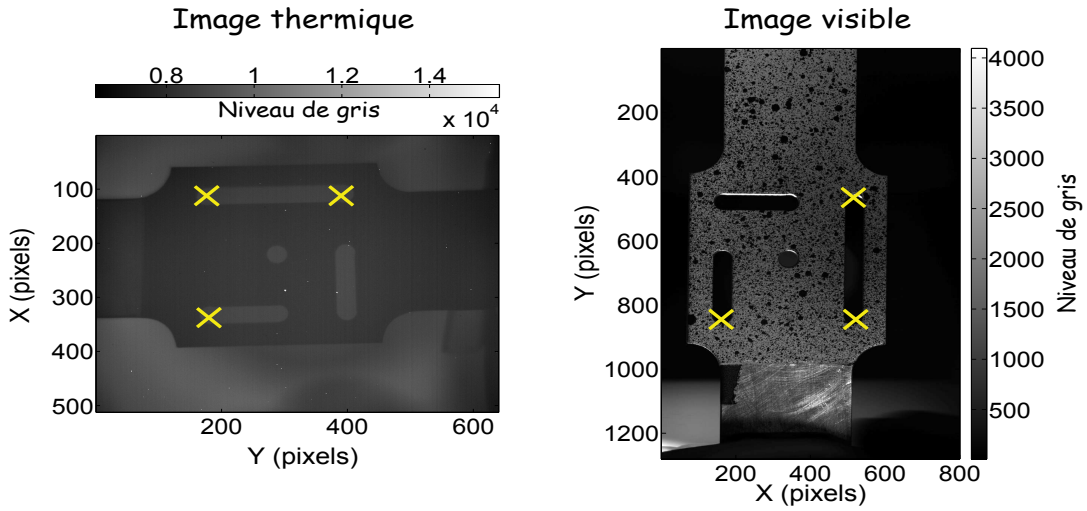

FIGURE 3.13 – *Mires IR et CCD montrant les trois points sélectionnés pour le recalage spatial.*

3.4 Bilan sur le chapitre

Ce chapitre avait comme objectif de définir le protocole expérimental qui permet la réalisation des mesures couplées de champs cinématiques et thermiques. Un travail métrologique fait sur les mesures thermiques a été exposé afin de parvenir à effectuer des mesures quantitativement fiables. Les notions importantes en thermographie infrarouge quantitative ont donc été brièvement rappelées. Les performances de la caméra infrarouge en termes de résolution spatiale, temps d'intégration et la précision des mesures ont été aussi présentées. Il ressort de ce travail métrologique qu'une procédure d'étalonnage pixel à pixel de la caméra infrarouge reste nécessaire et que celui-ci ne peut se faire qu'après une certaine durée de mise en service de la caméra. Ensuite, nous avons rappelé les notions de base et les moyens mis en oeuvre concernant le développement de techniques de corrélation d'images numériques de granularité nécessaires pour la construction de bilans d'énergie (ou de puissance) complets. En particulier, nous avons présenté le principe de fonctionnement ainsi que le dispositif d'acquisition des images visibles. Enfin, un outil de synchronisation a été utilisé dans ce travail de thèse. Sa fonction était d'enregistrer de manière simultanée les images d'une même zone matérielle capturées par les dispositifs infrarouge et visible. Le passage des températures aux sources de chaleur, tout comme celui des déplacements aux déformations et/ou vitesses de déformation, relèvent de ce que nous appelons le traitement des données expérimentales (ou d'images). Ces aspects sont décrits dans le chapitre suivant.

4

Traitement des données expérimentales et estimations des énergies volumiques mises en jeu lors des essais cycliques

Sommaire

4.1 Mesures cinématiques et estimation du taux d'énergie de déformation . . 70
4.1.1 Brefs rappels de cinématique en transformations finies 70
4.1.2 Utilisation de la corrélation d'images numériques 73
4.1.3 Estimation du taux d'énergie de déformation 78
4.2 Modèles simplifiés de diffusion de la chaleur 86
4.2.1 Diffusion «2D» 87
4.2.2 Diffusion «1D» 90
4.2.3 Diffusion «0D» 92
4.3 Mesures combinées et bilan de puissances 93
4.3.1 Analyse locale 93
4.3.2 Analyse globale 96
4.4 Conclusion sur le chapitre 98

Les techniques d'imagerie (TIR et CIN) mises en œuvre dans ce travail donnent accès à des mesures cinématiques (champs de déplacement plan) et thermiques (champs de température de surface). De ces données de base, un objectif, désormais classique, est de déduire des mesures de champs de déformation ou vitesse de déformation, et des températures, des champs de sources de chaleur, en espérant pouvoir distinguer les sources de nature dissipative des sources induites par les mécanismes de couplage thermomécanique. Les traitements d'image associés reposent donc principalement sur des opérations de filtrage des données et de dérivation numérique. Ces opérations restent toutefois délicates pour au moins 2 raisons : les champs de mesures «ne» sont «que» bidimensionnels et le bruit de mesure est très fortement amplifié lors des opérations de dérivation. Le recours à des techniques de filtrage ou lissage des signaux discrets reste donc impératif pour obtenir des estimations fiables des grandeurs dérivées. La démarche adoptée dans les traitements d'images infrarouges et visibles est donc détaillée dans ce chapitre.
Tout d'abord, un très bref rappel des concepts basiques de cinématique des milieux continus en grandes transformations sera présenté. L'objectif sera ici principalement de rappeler les définitions des principales grandeurs cinématiques utilisées par la suite et d'en fixer ainsi les notations.
Nous présenterons ensuite une méthode permettant d'estimer les champs de contraintes planes dans le cadre d'essais quasi-statiques. Cette méthode repose sur l'intégration des équations d'équilibre et permet par le biais des mesures cinématiques de remonter au tenseur des contraintes planes puis au taux d'énergie de déformation, nécessaire à l'établissement des bilans complets d'énergies.
La fin du chapitre se focalise sur l'estimation des sources de chaleur. Des modèles de diffusion simplifiés, issus de l'équation de diffusion de la chaleur globale formulée dans le chapitre précédent et prenant en compte de manière simplifiée les fuites thermiques dans les 3 directions de l'espace, seront donc présentés. C'est sur ces modèles de diffusion et en particulier celui en 2 dimensions que se base l'essentiel du traitement des images IR.

4.1 Mesures cinématiques et estimation du taux d'énergie de déformation

4.1.1 Brefs rappels de cinématique en transformations finies

À un instant donné, les positions de points matériels constituant un corps solide représentent une configuration de ce corps. Les mouvements de ce corps dans l'espace et dans le temps représentent l'évolution de cette configuration. La position d'un point matériel $\mathcal{M}_o$ du corps solide à un instant initial t_o est donnée par son vecteur de coordonnées de Lagrange $\overrightarrow{X} = \{X_i\}_{(i=1,2,3)}$ dans un repère galiléen de référence $\mathcal{R}$. Le(s) mouvement(s) peut (peuvent) donc être décrit(s) grâce au vecteur de coordonnées eulériennes $\overrightarrow{x} = \{x_j\}_{(j=1,2,3)}$ dépendant de la position initiale $\{X_i\}_{(i=1,2,3)}$ par la relation suivante :

$$x_j = x_j\left(X_i, t_o, t\right), \tag{4.1}$$

où l'ensemble de coordonnées eulériennes x_j est relatif à un instant t tandis que l'ensemble des coordonnées lagrangiennes X_i est relatif à l'instant t_o. Les deux ensembles de coordonnées du point matériel peuvent décrire de manière indépendante le mouvement de ce point

matériel. Nous retiendrons la description lagrangienne qui est mieux adaptée à la cinétique du corps solide, du moins tant que la configuration de référence reste « peu » éloignée de la configuration actuelle. La description eulérienne, quant à elle, convient mieux aux écoulements de fluides, pour lesquels une configuration de référence n'a, le plus souvent, guère de sens.

4.1.1.1 Tenseur gradient de transformation

Soit $\overrightarrow{u}$ le vecteur de déplacement entre deux configurations initiale et déformée, et soient $\overrightarrow{X} = \{X_i\}_{(i=1,2,3)}$ et $\overrightarrow{x} = \{x_j\}_{(j=1,2,3)}$ les coordonnées d'un point matériel $\mathcal{M}_o$ définies respectivement à l'instant t_o et à l'instant t. On définit le vecteur déplacement $\overrightarrow{u}$ par la relation suivante (voir FIGURE 4.1) :

$$\overrightarrow{u}\left(\overrightarrow{X}\right) = \overrightarrow{x}\left(\overrightarrow{X}\right) - \overrightarrow{X} = \boldsymbol{\mathcal{F}}\left(\overrightarrow{X}\right) - \overrightarrow{X}, \tag{4.2}$$

où $\boldsymbol{\mathcal{F}}$ est une transformation bijective, différentiable et continue par rapport aux variables d'espace et du temps.

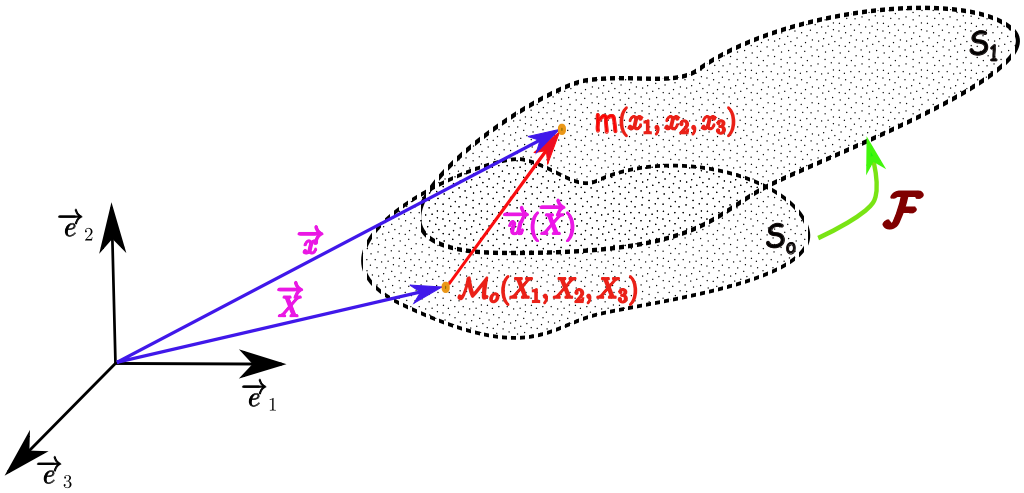

FIGURE 4.1 – *Transformation d'un solide déformable. Schéma montrant les coordonnées de Lagrange, ceux d'Euler ainsi que le vecteur déplacement.*

On note par $\underline{\boldsymbol{\mathcal{F}}}$ le tenseur gradient (une application linéaire tangente qui caractérise le mouvement relatif des points matériels) de $\boldsymbol{\mathcal{F}}(\overrightarrow{X})$ qui s'exprime de la façon suivante :

$$\underline{\boldsymbol{\mathcal{F}}} = \frac{\partial \boldsymbol{\mathcal{F}}(\overrightarrow{X})}{\partial \overrightarrow{X}} = \frac{\partial \overrightarrow{x}}{\partial \overrightarrow{X}}, \tag{4.3}$$

et $\nabla_{\overrightarrow{X}} \overrightarrow{u}$ l'opérateur gradient de $\overrightarrow{u}$ par rapport à la configuration initiale, défini par :

$$\nabla_{\overrightarrow{X}} \overrightarrow{u} = \frac{\partial \overrightarrow{u}(\overrightarrow{X})}{\partial \overrightarrow{X}}, \tag{4.4}$$

on peut écrire :

$$\underline{\boldsymbol{\mathcal{F}}}\, d\overrightarrow{X} = \nabla_{\overrightarrow{X}} \overrightarrow{u}\, d\overrightarrow{X} + d\overrightarrow{X}. \tag{4.5}$$

En notant par **I** le tenseur identité, on a donc :

$$\underline{\boldsymbol{\mathcal{F}}} = \nabla_{\overrightarrow{X}} \overrightarrow{u} + \mathbf{I}. \tag{4.6}$$

On définit le changement de volume entre une configuration et une autre par $\mathbf{J} = \det \underline{\boldsymbol{\mathcal{F}}}$, le jacobien de la transformation $\boldsymbol{\mathcal{F}}$. Ce déterminant est toujours positif en vertu du principe de non-interpénétration de la matière. Si le matériau est supposé incompressible, son volume est constant, donc $\mathbf{J} = 1$.
Dans le cadre particulier (mais important en pratique) des petites perturbations (HPP), le déplacement pourra être supposé petit et on assimilera la configuration initiale à la configuration déformée.

4.1.1.2 Déformation et vitesse de déformation

4.1.1.2.1 Mesure de déformation

En partant de deux vecteurs $\overrightarrow{X}_1$ et $\overrightarrow{X}_2$ dans la configuration de référence se transformant respectivement en $\overrightarrow{x}_1$ et $\overrightarrow{x}_2$ dans la configuration actuelle, différentes quantités peuvent être définies. On définit par $\overrightarrow{x}_1.\overrightarrow{x}_2$ un produit scalaire exprimé dans la configuration de référence en fonction de $\overrightarrow{X}_1$ et $\overrightarrow{X}_2$. On note donc :

$$\overrightarrow{x}_1.\overrightarrow{x}_2 = \overrightarrow{X}_1 \underline{\boldsymbol{\mathcal{F}}}^T \underline{\boldsymbol{\mathcal{F}}}\, \overrightarrow{X}_2 = \overrightarrow{X}_1 \underline{\boldsymbol{\mathcal{C}}}\, \overrightarrow{X}_2. \tag{4.7}$$

Le tenseur $\underline{\boldsymbol{\mathcal{C}}} = \underline{\boldsymbol{\mathcal{F}}}^T \underline{\boldsymbol{\mathcal{F}}}$ est symétrique défini positif. Ce tenseur lagrangien représente le tenseur de dilatation de Cauchy-Green droit. Il permet de décrire les déformations par rapport à la configuration de référence.
De façon analogue, le produit scalaire $\overrightarrow{X}_1.\overrightarrow{X}_2$ peut être défini par :

$$\overrightarrow{X}_1.\overrightarrow{X}_2 = \overrightarrow{x}_1 \left(\underline{\boldsymbol{\mathcal{F}}}^T \underline{\boldsymbol{\mathcal{F}}}\right)^{-1} \overrightarrow{x}_2 = \overrightarrow{x}_1 \underline{\boldsymbol{\mathcal{B}}}\, \overrightarrow{x}_2. \tag{4.8}$$

On identifie dans cette équation le tenseur $\underline{\boldsymbol{\mathcal{B}}} = \underline{\boldsymbol{\mathcal{F}}} \underline{\boldsymbol{\mathcal{F}}}^T$, symétrique et défini positif, qui n'est autre que le tenseur de Cauchy-Green gauche. Ce tenseur permet de décrire les déformations par rapport à la configuration déformée. À partir de ces deux tenseurs, deux tenseurs classiques de la déformation sont définis :

$$\underline{\boldsymbol{\mathcal{E}}} = \frac{1}{2}\left(\underline{\boldsymbol{\mathcal{C}}} - \mathbf{I}\right) \text{ et } \underline{\boldsymbol{\mathcal{A}}} = \frac{1}{2}\left(\mathbf{I} - \underline{\boldsymbol{\mathcal{B}}}^{-1}\right), \tag{4.9}$$

où $\underline{\boldsymbol{\mathcal{E}}} = \frac{1}{2}\left(\nabla_{\overrightarrow{X}} \overrightarrow{u} + \nabla^T_{\overrightarrow{X}} \overrightarrow{u} + \nabla_{\overrightarrow{X}} \overrightarrow{u}.\nabla^T_{\overrightarrow{X}} \overrightarrow{u}\right)$ représente le tenseur des déformations de Green Lagrange et $\underline{\boldsymbol{\mathcal{A}}}$ celui d'Euler-Almansi. Chaque tenseur de déformation ainsi défini est aussi symétrique défini positif.
Nous pouvons définir une double famille de mesure des déformations introduites par Hill en 1959, en posant :

$$e_\alpha = \frac{1}{\alpha}\left(\boldsymbol{\mathcal{U}}^\alpha - \mathbf{I}\right), \text{ pour } \alpha \neq 0 \text{ avec } e_o = \log \boldsymbol{\mathcal{U}}, \tag{4.10}$$

$$\overline{e}_\alpha = \frac{1}{\alpha}\left(\boldsymbol{\mathcal{V}}^\alpha - \mathbf{I}\right), \text{ pour } \alpha \neq 0 \text{ avec } \overline{e}_o = \log \boldsymbol{\mathcal{V}} \tag{4.11}$$

Les tenseurs $\boldsymbol{\mathcal{U}}$ et $\boldsymbol{\mathcal{V}}$ sont respectivement les tenseurs de dilatations dans les configurations lagrangienne et eulérienne issus des 2 possibles décompositions polaires de $\underline{\boldsymbol{\mathcal{F}}}$. Les deux mesures e_2 et $\bar{e}_2$ ne sont autre que les tenseurs de Green-Lagrange $\underline{\boldsymbol{\mathcal{E}}}$ et d'Euler-Almansi $\underline{\boldsymbol{\mathcal{A}}}$. Toutes ces mesures de déformations tendent vers celle des petites déformations lorsque le tenseur gradient de transformation tend vers l'unité.

4.1.1.2.2 Mesure de vitesse de déformation

Le vecteur de vitesse d'un point matériel situé en $\overrightarrow{X}$ dans la configuration de référence est donné par :

$$\overrightarrow{v}(\overrightarrow{X},t) = \frac{\partial \overrightarrow{x}}{\partial t};\ \ \overrightarrow{x} = \overrightarrow{x}(\overrightarrow{X},t). \tag{4.12}$$

Le tenseur $\underline{\dot{\boldsymbol{\mathcal{F}}}}$ s'exprime alors en fonction de $\overrightarrow{v}$ par

$$\underline{\dot{\boldsymbol{\mathcal{F}}}} = \frac{\partial}{\partial t}\left(\frac{\partial \overrightarrow{x}}{\partial \overrightarrow{X}}\right) = \frac{\partial \overrightarrow{v}}{\partial \overrightarrow{X}}. \tag{4.13}$$

On introduit le tenseur non symétrique $\underline{\boldsymbol{\mathcal{L}}}$, appelé tenseur gradient des vitesses de déformations, défini par :

$$\underline{\boldsymbol{\mathcal{L}}} = \underline{\dot{\boldsymbol{\mathcal{F}}}}\,\underline{\boldsymbol{\mathcal{F}}}^{-1} = \frac{\partial \overrightarrow{v}}{\partial \overrightarrow{X}}\frac{\partial \overrightarrow{X}}{\partial \overrightarrow{x}} = \frac{\partial \overrightarrow{v}}{\partial \overrightarrow{x}} = \nabla_{\overrightarrow{x}}\overrightarrow{v}. \tag{4.14}$$

Ce tenseur de gradient des vitesses de déformations se décompose en un tenseur symétrique eulérien $\underline{\boldsymbol{\mathcal{D}}}$ dit tenseur de vitesse de déformation, et un tenseur antisymétrique $\underline{\boldsymbol{\mathcal{W}}}$ dit tenseur de vitesse de rotation :

$$\underline{\boldsymbol{\mathcal{D}}} = \frac{1}{2}\left(\underline{\boldsymbol{\mathcal{L}}} + \underline{\boldsymbol{\mathcal{L}}}^T\right) = \frac{1}{2}\left(\nabla_{\overrightarrow{x}}\overrightarrow{v} + \nabla^T_{\overrightarrow{x}}\overrightarrow{v}\right);\ \ \underline{\boldsymbol{\mathcal{W}}} = \frac{1}{2}\left(\underline{\boldsymbol{\mathcal{L}}} - \underline{\boldsymbol{\mathcal{L}}}^T\right) = \frac{1}{2}\left(\nabla_{\overrightarrow{x}}\overrightarrow{v} - \nabla^T_{\overrightarrow{x}}\overrightarrow{v}\right). \tag{4.15}$$

Les tenseurs de déformation de Green-Lagrange $\underline{\boldsymbol{\mathcal{E}}}$ et de vitesse de déformation $\underline{\boldsymbol{\mathcal{D}}}$ dans le cas de petites perturbations peuvent donc être réduits aux tenseurs de déformation et de vitesse de déformation linéarisés :

$$\boldsymbol{\varepsilon} = \frac{1}{2}\left(\nabla_{\overrightarrow{X}}\overrightarrow{u} + \nabla^T_{\overrightarrow{X}}\overrightarrow{u}\right);\ \ \dot{\boldsymbol{\varepsilon}} = \frac{1}{2}\left(\nabla_{\overrightarrow{X}}\overrightarrow{v} + \nabla^T_{\overrightarrow{X}}\overrightarrow{v}\right). \tag{4.16}$$

Soit en écriture indicielle :

$$\varepsilon_{ij} = \frac{1}{2}\left(\frac{\partial u_i}{\partial X_j} + \frac{\partial u_j}{\partial X_i}\right);\ \ \dot{\varepsilon}_{ij} = \frac{1}{2}\left(\frac{\partial v_i}{\partial X_j} + \frac{\partial v_j}{\partial X_i}\right). \tag{4.17}$$

4.1.2 Utilisation de la corrélation d'images numériques

4.1.2.1 Traitement des images cinématiques

Le passage des champs de déplacement aux champs de déformation et/ou champs de vitesse de déformation requiert la dérivation numérique dans l'espace et/ou dans le temps des champs de déplacement. Toutefois, cette procédure est très délicate du faite de la présence intrinsèque du bruit dans les mesures expérimentales. L'obtention des vitesses de

déformation nécessite deux dérivations, une dans l'espace et l'autre dans le temps. Un traitement numérique basé sur une méthode utilisant un lissage spatio-temporel a donc été proposé pour estimer ses dérivées. Dans ce qui suit, on décrit brièvement la démarche adoptée.
Le principe de la méthode est basé sur l'utilisation d'un pavé de lissage qui contient un nombre suffisant de points dans l'espace et dans le temps (N_x, N_y, N_t) qu'on souhaite lisser pour déterminer les champs cinématiques. Le même type de «pavé de lissage» a été, par le passé, utilisé dans [Boulanger, 2004] et [Berthel, 2007] et il est schématisé dans la Figure 4.2. Ce pavé doit contenir un nombre assez important de points pour pouvoir réduire les effets du bruit de mesure sans pour autant fausser l'estimation locale des dérivées. La méthode de lissage est classique et consiste à approcher *localement* au sens des moindres carrés le champs des déplacements, par exemple la mesure de la composante $u_y^{exp}(i,j,k)$, par la fonction $u_y^{app}(x,y,t)$ définie dans le cas de nos essais par l'expression suivante :

$$u_y^{app}(x,y,t) = \chi_1(x,y) + \chi_2(x,y)t + \chi_3(x,y)\, sin(2\pi\, f_s\, t) + \chi_4(x,y)\, cos(2\pi\, f_s\, t), \tag{4.18}$$

où $\{\chi_m\}_{m=1,2,3,4}$ sont des polynômes de degré au moins égal à 2 en x et y et f_s la fréquence de sollicitation. Dans cette expression, et comme nos essais sont de type traction-traction à contrainte moyenne non nulle, les fonctions trigonométriques servent à décrire la partie périodique correspondant à la partie cyclique du chargement, tandis que la partie linéaire (en temps) permet de prendre en compte la dérive temporelle du signal moyen par cycle du déplacement en supposant sur la zone d'approximation une évolution linéaire. Comme

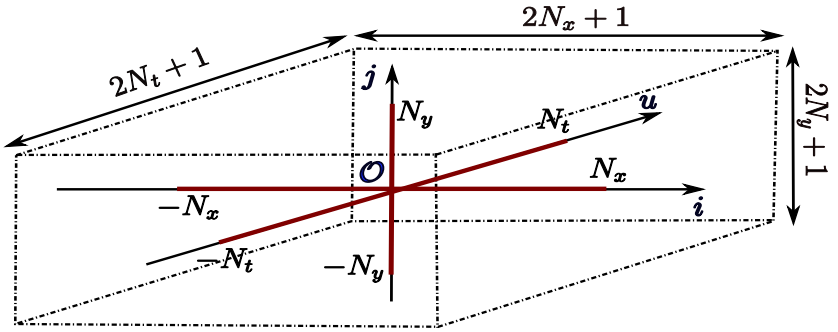

Figure 4.2 – *Paramètres géométriques du pavé de lissage spatio-temporel selon [Berthel, 2007].*

les données cinématiques sont discrètes, nous définissons un repère local discret (x_i, y_j, t_k) centré sur le point à lisser de sorte que :

$$x_i = i\,\Delta x, \quad i = \{-N_x, \ldots, N_x\}, \tag{4.19}$$
$$y_j = j\,\Delta y, \quad j = \{-N_y, \ldots, N_y\}, \tag{4.20}$$
$$t_k = k\,\Delta t, \quad k = \{-N_t, \ldots, N_t\}, \tag{4.21}$$

où Δx, Δy et Δt sont les pas du maillage dans l'espace et dans le temps, respectivement.
Dans le repère local discret, l'expression utilisée pour approcher, par exemple la composante suivant y du champ de déplacement, s'écrit de la façon suivante :

$$u_y^{app}(i,j,k) = \chi_1(i,j) + \chi_2(i,j)\, k\,\Delta t + \chi_3(i,j)\, sin(2\pi f_s\, k\,\Delta t) + \chi_4(i,j)\, cos(2\pi f_s\, k\,\Delta t), \tag{4.22}$$

Une expression du même type est naturellement utilisée pour les déplacements transversaux $u_x^{app}(i,j,k)$.

Les coefficients des polynômes $\chi_{m\,(m=1,2,3,4)}^{i,j}$ sont ensuite déterminés par le biais d'une minimisation au sens des moindres carrés s'écrivant de la manière suivante :

$$\frac{\partial \mathscr{B}^2}{\partial \chi_m^{i,j}} = \frac{\partial}{\partial \chi_m^{i,j}} \left[\sum_{i=-N_x}^{N_x} \sum_{j=-N_y}^{N_y} \sum_{k=-N_t}^{N_t} \left(u_y^{app}(i,j,k) - u_y^{exp}(i,j,k) \right)^2 \right] = 0, \quad m = 1,2,3,4. \tag{4.23}$$

La forme matricielle de cette minimisation est de la forme :

$$\boldsymbol{\mathcal{M}} \overrightarrow{\mathcal{P}} = \overrightarrow{\mathcal{B}}, \tag{4.24}$$

avec $\boldsymbol{\mathcal{M}}$ est la matrice "de lissage" qui dépend principalement du volume du pavé de lissage (le nombre de points pris dans l'espace et dans le temps) ainsi que des autres paramètres caractérisant l'essai tels que la fréquence de sollicitation, la fréquence d'acquisition ainsi que la résolution spatiale. Cette matrice est définie symétrique et est bien conditionnée. Comme le problème est linéaire, une résolution par pivot de gauss peut suffire pour avoir la forme de la composante longitudinale du champ de déplacement sur chaque zone du pavé de lissage.

4.1.2.2 Exemple de mesure de champs 2D de déplacement

L'exemple retenu ici montre les champs de déplacement avant et après lissage d'un échantillon de polyamide 6.6 non renforcé. Ce dernier est soumis à un essai de traction-traction uniaxiale, à une fréquence de chargement de 0.2 Hz et un rapport de charge R_σ=0.1. L'instant considéré a été choisi arbitrairement et est représenté sur la Figure 4.3. La Figure 4.4 montre le lissage des deux composantes longitudinale et transverse des champs bidimensionnels de déplacement. Le Tableau 4.1 montre les écarts types et valeurs moyennes associés aux champs de déplacement. Les paramètres de lissage qui sont utilisés pour traiter cet essai sont $N_x = 7$, $N_y = 15$ et $N_t = 8$. La résolution spatiale sur le champ de déplacement est ici égale à 0,06 mm/pixel. On constate une répartition spatiale quasi-uniforme du résidu présentant une moyenne proche de 3.10^{-3} mm et un écart type de l'ordre de 0.1 mm.

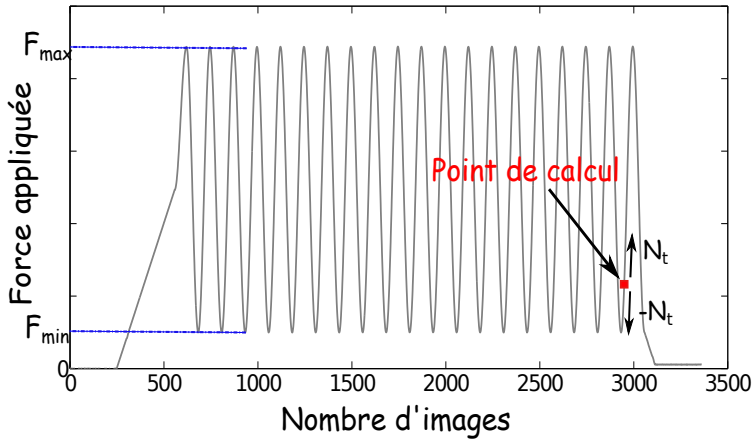

Figure 4.3 – *Signal de force montrant l'endroit où le lissage est réalisé pour déterminer les champs 2D de déplacement indiqués dans la* Figure 4.4.

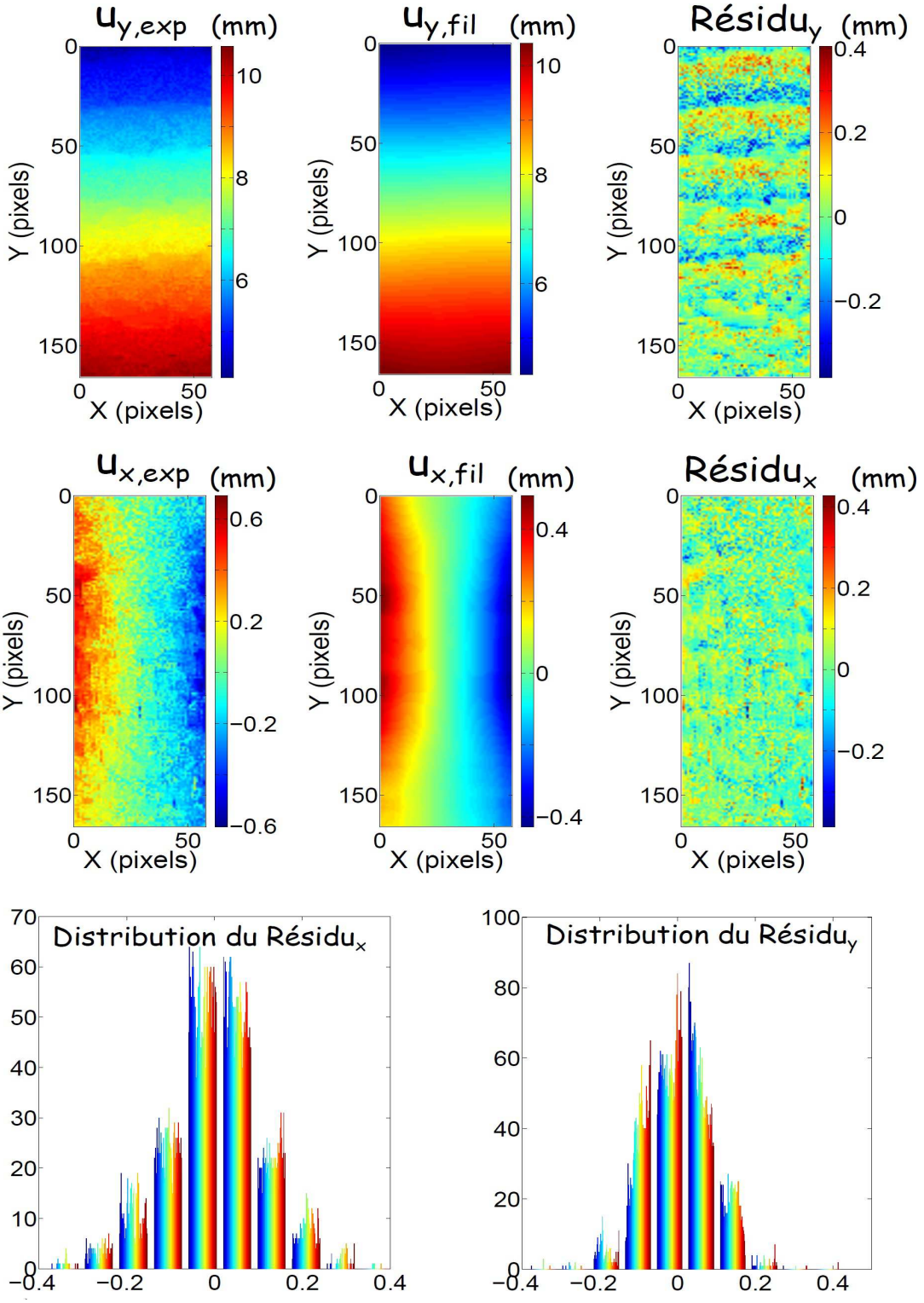

FIGURE 4.4 – *Exemple de lissage des composantes longitudinales et transverses du champ de déplacement et la distribution des résidus dans le cas d'un polyamide 6.6 non renforcé (paramètres de lissage : résolution spatiale : 0.1851 mm/pixel, $N_x = 7$, $N_y = 15$ et $N_t = 8$). La répartition spatiale quasi-uniforme du résidu en x et y montre la bonne qualité de lissage appliqué.*

Tableau 4.1 – *Écarts types et valeurs moyennes spatiales associés aux champs de déplacement indiqués à la* Figure 4.4.

	u_x (mm)		u_y (mm)	
	bruité	filtré	bruité	filtré
Écart type	0.223	0.204	1.79	1.78
moyenne	0.018	0.016	7.51	7.51

4.1.2.3 Champs de déformation et vitesse de déformation associés

Une fois le lissage appliqué sur les champs de déplacement, des champs de déformation et de vitesse de déformation sont par la suite déterminés en utilisant les coefficients des polynômes d'approximation sur chaque pavé de lissage [Wattrisse *et al.*, 2001b]. La Figure 4.5 montre les champs de déformation et de vitesse de déformation associés aux champs de déplacement précédents. Le Tableau 4.2 montre les écarts types et valeurs moyennes associés aux cartographies cinématiques indiquées à la Figure 4.5. En observant les profils des champs 2D, on remarque une répartition spatiale présentant certaines hétérogénéités. Les zones de localisation concernant la composante longitudinale sont réparties plutôt transversalement à la direction de chargement que ce soit au niveau du champ de déformation que de vitesse de déformation. Pour les deux autres composantes, les hétérogénéités sont nettement moins faciles à décrire, le rapport signal sur bruit étant bien moins bon. Cependant, en regardant les valeurs statistiques associées aux champs 2D (valeurs indiquées dans Tableau 4.2), on peut considérer dans un premier temps que les localisations spatiales restent faibles (avec un rapport écart type/moyenne de l'ordre de 8% pour la composante longitudinale), les valeurs locales (mésoscopiques) restant proches des valeurs moyennes globales sur la zone d'observation (échelle macroscopique). Ces observations à l'échelle mésoscopique doivent maintenant être rapprochées des estimations de contrainte afin de pouvoir calculer une distribution du taux d'énergie de déformation. Cette étape reste essentielle pour l'établissement d'un bilan de puissance complet à l'échelle mésoscopique. La méthode permettant l'estimation des champs de contrainte est détaillée dans la section suivante.

Tableau 4.2 – *Écarts types et valeurs moyennes spatiales associés aux champs de déformation et vitesse de déformation indiqués à la* Figure 4.5.

ε_{yy}		ε_{xy}		ε_{xx}	
Écart type $\times 10^{-3}$	moyenne $\times 10^{-3}$	Écart type $\times 10^{-3}$	moyenne $\times 10^{-3}$	Écart type $\times 10^{-3}$	moyenne $\times 10^{-3}$
0.8	9.2	0.4	0.1	1.2	-4.1
$\dot{\varepsilon}_{yy}\,(s^{-1})$		$\dot{\varepsilon}_{xy}\,(s^{-1})$		$\dot{\varepsilon}_{xx}\,(s^{-1})$	
Écart type $\times 10^{-3}$	moyenne $\times 10^{-3}$	Écart type $\times 10^{-3}$	moyenne $\times 10^{-3}$	Écart type $\times 10^{-3}$	moyenne $\times 10^{-3}$
3	9.4	0.8	0.2	1.6	-4.1

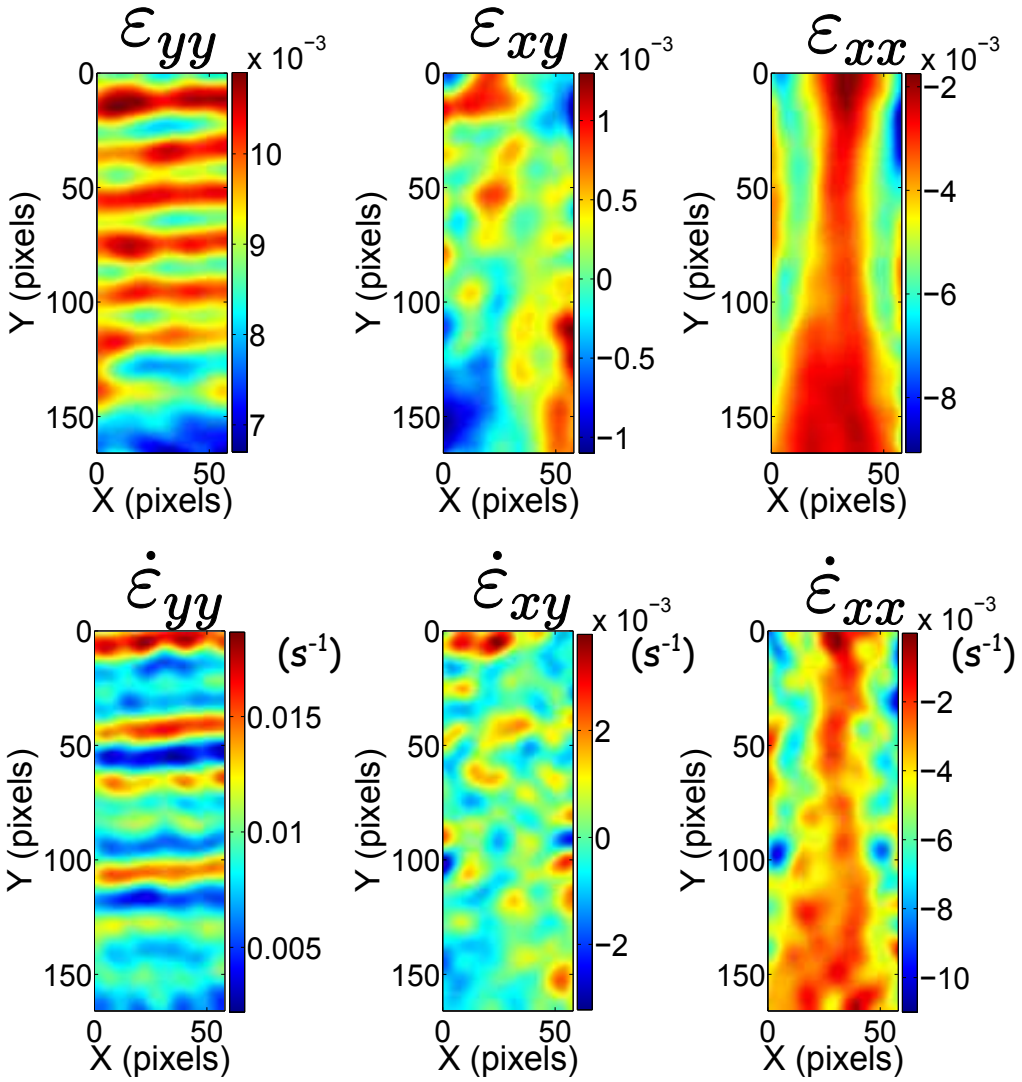

Figure 4.5 – *(a) Exemple de champs de déformation et de vitesse de déformation (composantes longitudinale, de cisaillement et transverse).*

4.1.3 Estimation du taux d'énergie de déformation

4.1.3.1 Estimation des champs de contraintes

L'estimation des champs de contrainte est une autre étape importante pour le calcul de l'énergie de déformation. Cette estimation peut être effectuée en intégrant les équations d'équilibre sous l'hypothèse de contraintes planes. Elle e été développée au sein de l'équipe ThM2 [Wattrisse *et al.*, 2001a, Wattrisse *et al.*, 2001b, Chrysochoos *et al.*, 2009, Chrysochoos *et al.*, 2010] pour estimer la puissance des efforts intérieurs lors de chargements monotones quasi-statiques en traction ou compression simple (pas d'efforts cisaillement imposé à l'éprouvette) sur des structures planes et minces chargées dans leur plan (contraintes planes). En s'appuyant sur les équations d'équilibre et en négligeant les quantités d'accélé-

ration et le poids propre, il vient que :

$$div\,\boldsymbol{\sigma} = 0 \Rightarrow \left\{ \begin{array}{rcl} \dfrac{\partial \sigma_{xx}(x,y,t)}{\partial x} + \dfrac{\partial \sigma_{xy}(x,y,t)}{\partial y} & = & 0 \\ \dfrac{\partial \sigma_{xy}(x,y,t)}{\partial x} + \dfrac{\partial \sigma_{yy}(x,y,t)}{\partial y} & = & 0 \end{array} \right. \tag{4.25}$$

Les termes σ_{xx}, σ_{xy} et σ_{yy} sont respectivement, les composantes transverse, de cisaillement et longitudinale du tenseur de contrainte de Cauchy. En définissant par $f(t)$ l'effort uniaxial appliqué à une éprouvette d'étude et S_o la section initiale de cette éprouvette, et en supposant de plus que la contrainte longitudinale dans l'axe de sollicitation reste uniforme dans chaque section droite [1] et qu'il n'y a pas de variation de volume, il vient que :

$$\sigma_{yy}(y,t) = \frac{f(t)}{S_o} \exp\left(\varepsilon_{yy}(y,t)\right), \tag{4.26}$$

avec ε_{yy} représente la déformation logarithmique longitudinale. On tient compte ici du fait que le champ de déplacement u_y ne dépend que peu de x (cf. FIGURE 4.4). Cette hypothèse est particulièrement forte et conditionne le calcul des autres composantes du tenseur des contraintes planes. Elle sera d'autant plus discutable que les procédés de mise en oeuvre conduisent à un matériau hétérogène et anisotrope.
Concernant les autres composantes transverse et de cisaillement du tenseur de contrainte, celles-ci peuvent être obtenues en intégrant les deux équations du système (4.25) par rapport à x et en introduisant les deux conditions suivantes :

- Il n'y a pas de force globale de cisaillement sur chaque section droite (traction simple).
- Il n'y a pas de chargement normal aux faces latérales de l'éprouvette de largeur $l(y,t)$:

$$\sigma_{xx}\left(\pm\frac{l(y,t)}{2}, y, t\right) = 0. \tag{4.27}$$

Il vient que :

$$\sigma_{xy}\left(x,y,t\right) = -\sigma_{yy}\left(y,t\right)\frac{\partial \varepsilon_{yy}\left(y,t\right)}{\partial\, y}\, x, \tag{4.28a}$$

$$\sigma_{xx}\left(x,y,t\right) = \frac{\partial}{\partial\, y}\left(\frac{\sigma_{yy}\left(y,t\right)}{2}\frac{\partial \varepsilon_{yy}\left(y,t\right)}{\partial\, y}\right)\left(\frac{l^2\left(y,t\right)}{4} - x^2\right). \tag{4.28b}$$

L'estimation des composantes du tenseur de contrainte nécessite la mesure expérimentale de la déformation ε_{yy} via la caméra CCD, de la surface de la section droite initiale S_o ainsi que de la force $f(t)$ fournie ici par la cellule de force de la machine hydraulique. La combinaison de toutes ces mesures expérimentales impose la synchronisation temporelle des images de granularité avec l'enregistrement des signaux de la machine d'essai. Notons également que l'estimation de la troisième composante du tenseur de contrainte (composante transverse) repose sur le calcul d'une dérivée troisième de la composante longitudinale du

1. Cette hypothèse est raisonnable pour des essais en traction simple sur des matériaux supposés homogènes et isotropes dans la zone utile d'éprouvette parallélépipédique. Elle est bien plus discutable dans le cas des matériaux composites (hétérogènes) dès que la direction des fibres n'est plus soit dans le sens soit orthogonale à l'axe de chargement.

champ de déplacement, cette opération mathématique est délicate et amplifie le bruit de mesure. Si le lissage temporel est moins gênant puisque les dérivées temporelles n'interviennent pas dans cette estimation de la composante transverse du tenseur de contrainte, un meilleur lissage spatial reste donc important voire impératif.

4.1.3.2 Exemple de champs 2D de contrainte

Le calcul des contraintes a été réalisé en considérant les champs de déformation présentés à la FIGURE 4.5. La FIGURE 4.6 montre les différentes composantes (longitudinale, de cisaillement et transverse) des champs bidimensionnels de contrainte. Le TABLEAU 4.3 regroupe les écarts types et valeurs moyennes (macroscopiques) associés aux champs de contrainte. On peut observer que le champs de contrainte longitudinale reste quasiment homogène avec une moyenne de 13.21 MPa et un écart type de 0.01 MPa, soit 0.07% de la valeur moyenne. On observe également que les composantes transverse et de cisaillement restent faibles ce qui est compatible avec l'hypothèse d'un chargement en traction simple. Cela signifie que, dans l'exemple choisi ici, la zone utile est bien soumise à un champ de contrainte de traction globalement homogène. La dernière étape consiste maintenant à calculer les taux d'énergie de déformation intervenant dans le bilan mésoscopique de puissance. Cette étape est détaillée dans la section suivante.

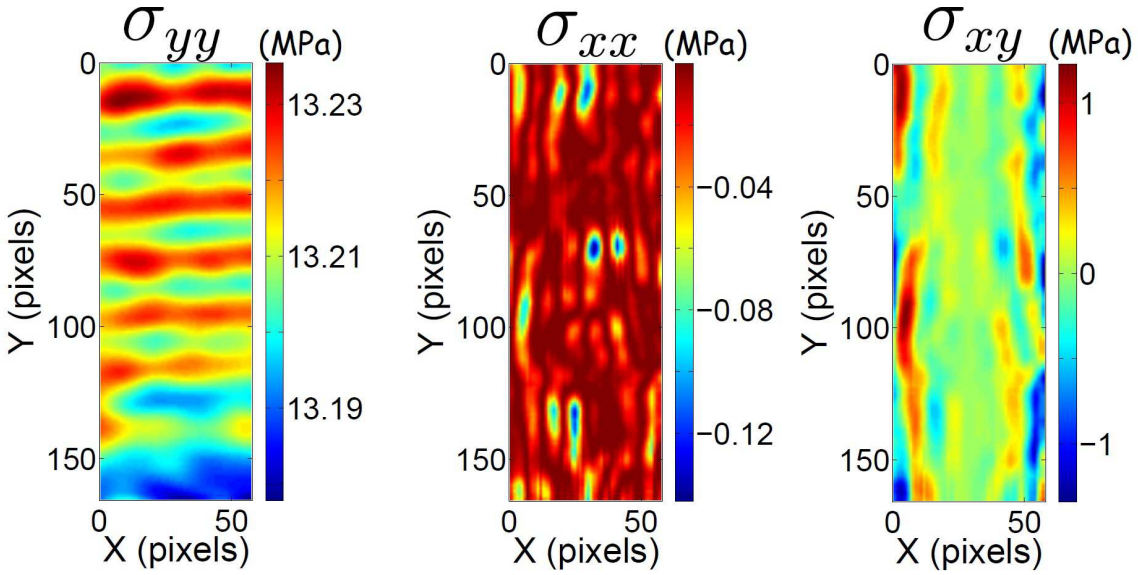

FIGURE 4.6 – *Exemple de composantes longitudinale σ_{yy}, transverse σ_{xx} et de cisaillement σ_{xy} des champs de contrainte d'un polyamide 6.6 non renforcé.*

TABLEAU 4.3 – *Écarts types et valeurs moyennes spatiales associés aux champs de contrainte indiqués à la* FIGURE 4.6.

σ_{yy} (MPa)		σ_{xx} (MPa)		σ_{xy} (MPa)	
Écart type	moyenne	Écart type	moyenne	Écart type	moyenne
0.01	13.21	0.02	-0.01	0.32	0.01

Remarques :

1. Grâce à la donnée des champs cinématiques et sthéniques, nous sommes maintenant capables d'étudier les boucles d'hystérésis que ce soit de façon locale (un point du champ de mesures) ou globale (moyenne des champs). A titre d'exemple, on trace à la FIGURE 4.7 trois boucles d'hystérésis d'un échantillon polyamide non renforcé sollicité sous chargement cyclique de traction-traction uniaxiale : boucle moyenne, boucle de la zone A qui correspond à la zone de "faible" déformation et celle de zone B correspondant à la zone de "forte" déformation. On remarque une légère dispersion dans les réponses indiquées avec une taille, forme et position de boucles légèrement différentes d'une situation à l'autre. La boucle "moyenne" se situe naturellement entre ces deux "extrêmes".

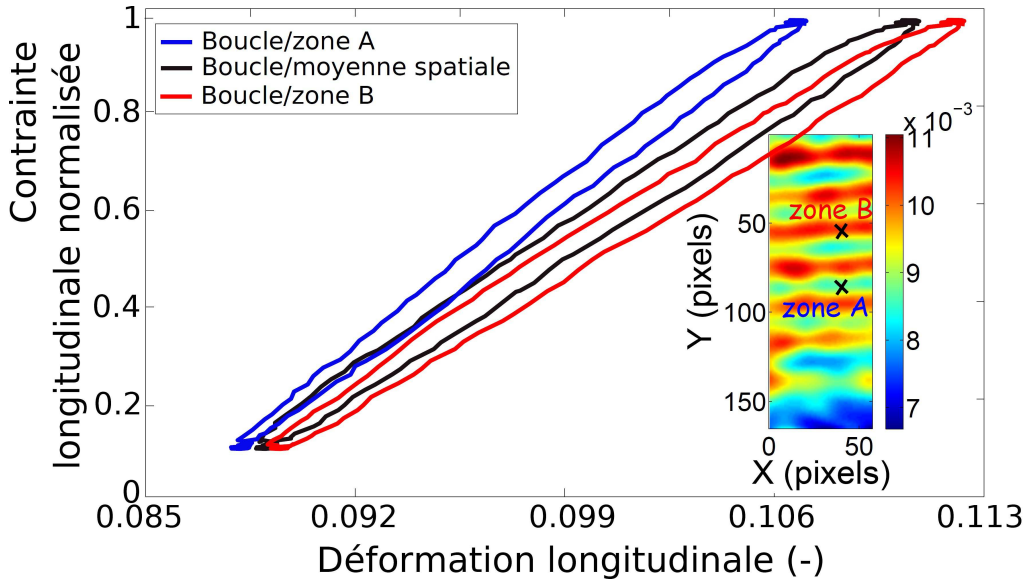

FIGURE 4.7 – *Exemple de boucles d'hystérésis correspondant à la moyenne spatiale, zone A et B, issues d'essais cycliques de traction-traction uniaxiale appliqués sur un échantillon de polyamide 6.6 .*

2. En moyennant spatialement les champs de déformations et contraintes longitudinales, on peut déterminer la réponse mécanique hystérétique d'un échantillon (courbe noire de la FIGURE 4.7). Bien évidemment, on peut aussi construire cette courbe plus classiquement (et plus rapidement !) en prenant un extensomètre (optique) de la taille de la partie utile observée. Ce type de réponse renseigne évidemment sur le comportement (moyen) du matériau. Dans le cadre de cette première étude sur l'analyse du comportement énergétique en fatigue olygocyclique du PA6.6, il pourra être intéressant d'exploiter ce type de courbe, plus rapide à obtenir, et souvent suffisante pour mettre en évidence les grandes tendances du comportement (liées aux effets du temps, aux effets de l'humidité, à l'orientation des fibres, etc.).
   A titre d'exemple on montre ci-après la réponse d'échantillons secs de polyamide 6.6 sollicités en traction-traction uniaxiale à deux fréquences de chargement (FIGURE 4.8 (a) pour 1 Hz et FIGURE 4.8 (b) pour 10 Hz). Les résultats montrent l'effet de fréquence de sollicitation sur la forme des boucles d'hystérésis. La "faible" fréquence favorise

le rochet alors que la "haute" fréquence montre un niveau de déformation cyclique cumulée très faible.

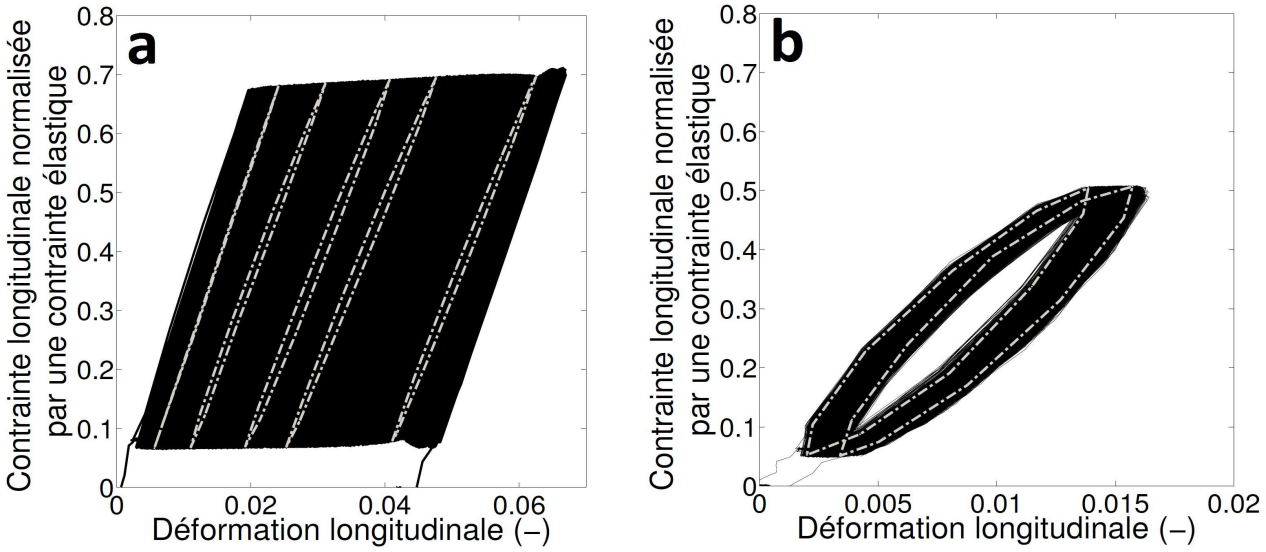

Figure 4.8 – *Exemple de boucles d'hystérésis issues d'essais cycliques de traction-traction uniaxiale appliqués sur des échantillons de polyamide 6.6 sec à deux vitesses de chargement (1 Hz pour la figure de gauche) et (10 Hz pour la figure de droite). Le rapport de charge est égal à 0.1. Les deux figures montrent l'effet de vitesse de chargement sur la taille et le rochet des boucles.*

4.1.3.3 Estimation du taux d'énergie de déformation

Deux méthodes sont donc définies par la suite permettant la détermination du taux d'énergie de déformation défini précédemment (§. chapitre 2). Lors d'un chargement quasi-statique, ce taux d'énergie représente, au signe près, la puissance des efforts intérieurs développée par le matériau pour se déformer.

4.1.3.3.1 Analyse mésoscopique des taux d'énergie de déformation

Dans le cas de contraintes planes, le taux d'énergie de déformation volumique est donné par :

$$\mathcal{W}'_{def} = \sigma_{xx} D_{xx} + 2\sigma_{xy} D_{xy} + \sigma_{yy} D_{yy} \tag{4.29}$$

avec D_{yy}, D_{xy} et D_{xx} sont respectivement les composantes longitudinale, de cisaillement et transverse du tenseur eulérien des vitesses de déformation. Pour une sollicitation uniaxiale suivant l'axe Oy, on constate, dans la majorité des cas, que les produits $\sigma_{xx} D_{xx}$ et $2\sigma_{xy} D_{xy}$ restent énergétiquement faibles devant le produit principal $\sigma_{yy} D_{yy}$ (cf. Figure 4.9, cas de petites déformations), ce qui montre que l'état local ne s'éloigne pas trop d'un état de traction simple. Cependant dès que des strictions localisées ou de fortes zones de localisation apparaissent, les termes en xx et xy doivent être pris en compte (cf. [Chrysochoos *et al.*, 2009]). Sauf mention explicite du contraire, nous nous contenterons d'écrire que :

$$\mathcal{W}'_{def} \approx \sigma_{yy}\, D_{yy} \tag{4.30}$$

Pour une sollicitation cyclique uniaxiale, l'énergie de déformation par cycle et par unité de

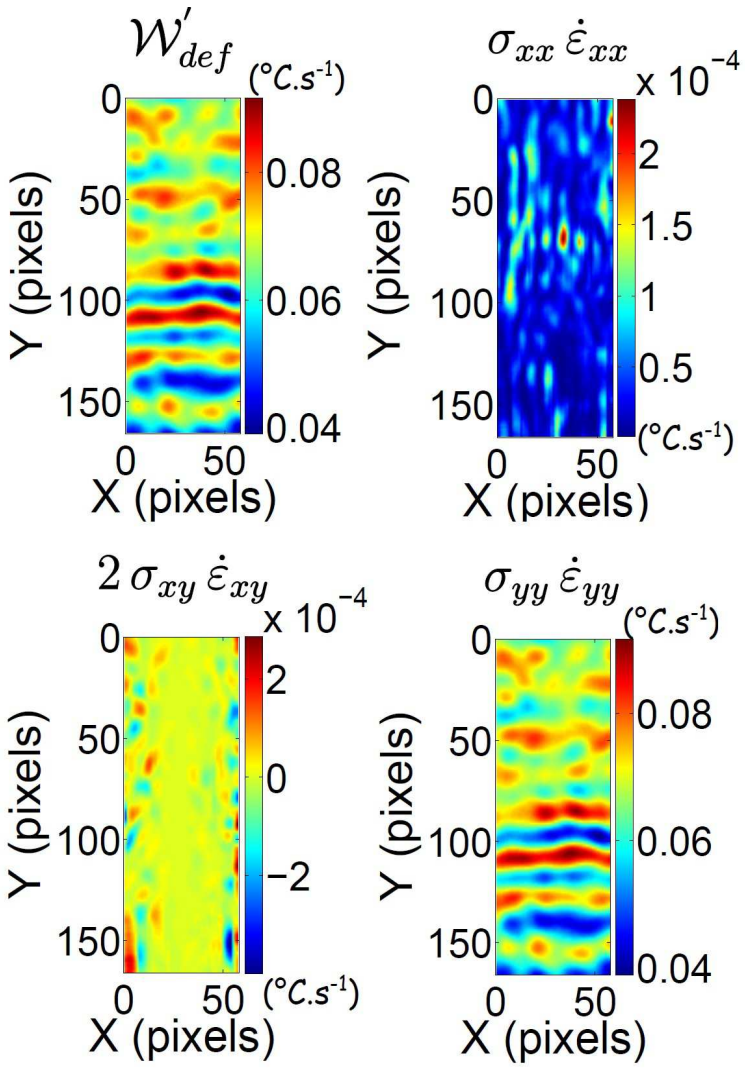

Figure 4.9 – *Exemple de champs 2D du taux d'énergie de déformation ainsi que ceux de ses composantes issus des champs 2D de contrainte et vitesse de déformation montrant que les deux produits transverse et de cisaillement restent énergétiquement négligeables devant le produit longitudinal. Les écarts types et valeurs moyennes sont donnés dans le* Tableau 4.4.

Tableau 4.4 – *Écarts types et valeurs moyennes spatiales associés aux champs 2D du taux d'énergie de déformation et ses composantes, indiqués à la* Figure 4.9.

$\mathcal{W}'_{def}$ (°C.s^{-1})		$\sigma_{xx}\,\dot{\varepsilon}_{xx}$ (°C.s^{-1})		$2\sigma_{xy}\,\dot{\varepsilon}_{xy}$ (°C.s^{-1})		$\sigma_{yy}\,\dot{\varepsilon}_{yy}$ (°C.s^{-1})	
Écart type $\times 10^{-2}$	moyenne $\times 10^{-2}$	Écart type $\times 10^{-2}$	moyenne $\times 10^{-2}$	Écart type $\times 10^{-2}$	moyenne $\times 10^{-2}$	Écart type $\times 10^{-2}$	moyenne $\times 10^{-2}$
2.1	6.6	0	0.06	0.01	0	2.1	6.6

volume peut donc être déterminée en intégrant la puissance mécanique sur une période de sollicitation. Dans le cadre des petites perturbations, il vient que :

$$\tilde{\mathcal{W}}_{def} = \mathcal{A}_h = \int_{(\varsigma-1)/f_s}^{\varsigma/f_s} \sigma_{yy}\,\dot{\varepsilon}_{yy}\,d\tau \tag{4.31}$$

avec ς représente le cycle considéré et $\mathcal{A}_h$ l'aire d'hystérésis du diagramme contrainte *vs* déformation.
Le calcul du taux d'énergie de déformation nécessite en conséquence un temps de calcul important (procédure de lissage et calcul des champs de déformation, de vitesse de déformation, des contraintes, (cf. FIGURE 4.10). Il peut donc être important d'adopter une méthode de calcul plus globale afin de réduire ce temps de calcul. L'information concernant l'énergie de déformation dans l'approche « globale » peut suffire pour la réalisation rapide des bilans énergétiques. Cette approche globale est définie dans le paragraphe suivant.

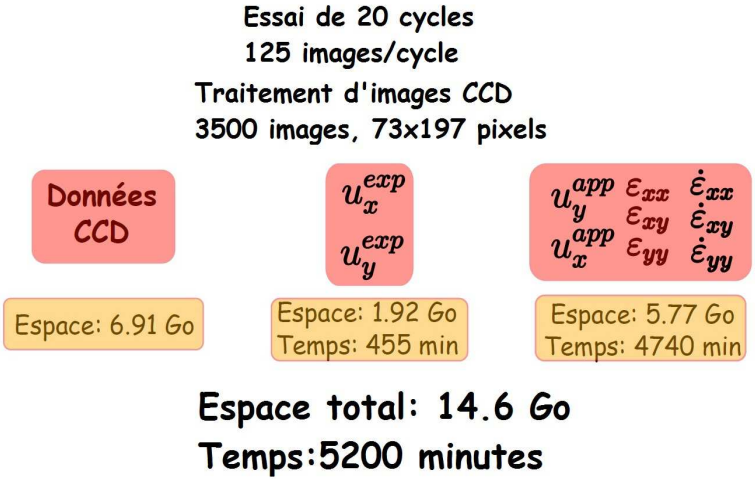

FIGURE 4.10 – *Exemple de temps de calcul et espace de stockage nécessaires pour réaliser un essai de 20 cycles. Pour fixer les idées, un ordre de grandeur du temps de calcul d'un champ cinématique est d'environ une minute 30 secondes pour un espace de stockage de 4 Mo, et pour les conditions de lissage choisis ici.*

4.1.3.3.2 Analyse macroscopique des taux d'énergie de déformation

Cette méthode peut être utilisée lorsqu'on cherche à avoir une première vision rapide de l'évolution de la forme du bilan de puissance moyen sur un cycle lors d'essais de fatigue comprenant plusieurs milliers de cycles. Elle permet de déterminer le taux moyen d'énergie de déformation sur un cycle via la donnée de la force et de l'allongement de l'éprouvette durant ce cycle. En effet, pour une sollicitation uniaxiale, cela se traduit par :

$$\tilde{\mathcal{W}}'_{def} = f_s \mathcal{R} \frac{\int_{cycle} f \, dl_e}{\mathcal{V}_{ZU}} \tag{4.32}$$

avec f, l_e et $\mathcal{V}_{ZU}$ sont respectivement la force appliquée, l'allongement de l'éprouvette ainsi que le volume de la zone utile. Cette relation est une conséquence directe du théorème de l'énergie cinétique dès que l'on considère le chargement quasi-statique. Dans un tel cas la puissance globale des efforts intérieurs est au signe près égale à la puissance des efforts extérieurs. Dans cette formule, le terme $\mathcal{R}$ représente un ratio géométrique. Ce ratio est introduit pour relier la réponse mécanique globale à celle locale en se basant sur l'hypothèse que le processus de déformation est homogène dans toute l'éprouvette. Ce ratio peut être

calculé en utilisant la relation suivante :

$$\mathcal{R} = \frac{\int_{-L_o/2}^{L_o/2} l^{-1}(y)\, dy}{\int_{-L/2}^{L/2} l^{-1}(y)\, dy} \tag{4.33}$$

L_o représente la longueur de la zone utile tandis que L représente la longueur globale de l'éprouvette.

4.1.3.3.3 Comparaison des approches méso et macro

Nous avons vérifié, sur un essai de traction-traction uniaxiale appliqué sur un échantillon de polyamide 6.6 non renforcé, que lorsqu'on moyenne la densité d'énergie de déformation locale et qu'on la compare à l'énergie globale pondérée par le ratio $\mathcal{R}$, les deux approches donnent des résultats bien comparables (voir FIGURE 4.11). Les courbes montrent l'évolution au cours des cycles des taux moyens par cycle d'énergie de déformation calculés, soit globalement, soit en faisant la moyenne par champs des estimations locales. On constate que jusqu'au cycle 3500, les résultats obtenus par les deux approches restent quasi-identiques. Ensuite, ceux-ci s'écartent progressivement jusqu'à la fin du test correspondant à la rupture de l'échantillon.
C'est la raison pour laquelle, il nous a semblé intéressant d'insérer, dans ce même graphique, 3 champs 2D du taux d'énergie de déformation moyen par cycle capturés à 3 instants différents de l'essai. Une première conclusion est que les champs apparaissent plutôt hétérogènes dès les deux premiers champs capturés à 150 et 1120 cycles, avec toutefois un rapport écart type/ valeur moyenne qui reste faible de l'ordre de 2.5 et 3%, respectivement. On constate de plus que les zones présentant de "fortes/faibles" puissances de déformation semblent évoluer lentement au cours des cycles. La croissance du rapport écart type/ valeur moyenne a été interprétée comme un développement progressif des zones où les mécanismes de déformation se développent préférentiellement. La pertinence de cette conjecture semble se renforcer en analysant le troisième champ de puissance moyenne de déformation par cycle où les zones de localisation se sont affirmées avec cette fois-ci un rapport écart type/ valeur moyenne d'environ 30%. A ce stade, la partie utile de l'échantillon répond de façon clairement hétérogène.
Dans la suite, pour les raisons de temps invoquées précédemment, nous nous limiterons à ces valeurs moyennes en gardant à l'esprit le caractère hétérogène des mécanismes de déformation au sein de la partie utile des échantillons étudiés.

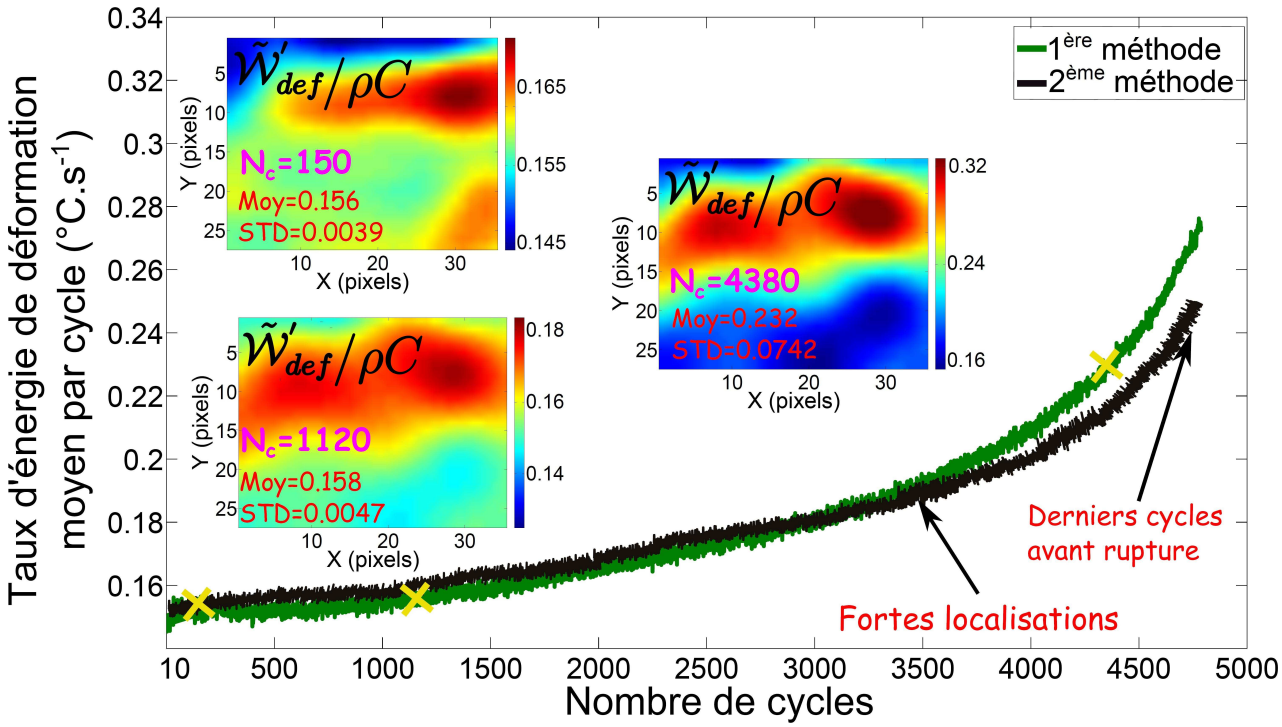

Figure 4.11 – *Évolution temporelle du taux d'énergie de déformation moyen par cycle estimé par les deux approches définies ci-dessus.*

4.2 Modèles simplifiés de diffusion de la chaleur

L'équation de diffusion de la chaleur offre un lien entre sources de chaleur et champs de température. Or, la caméra infrarouge ne permet d'enregistrer que des champs de variations de température à la surface de l'éprouvette $\theta_{ir,sur}$. L'évaluation des sources, à partir des données thermiques, réclame donc une certaine adaptation de l'équation de diffusion. L'idée principale suivie par l'équipe a été, dans le cas d'échantillons plans et minces chargés dans leur plan, d'intégrer l'équation de diffusion dans une direction voire 2 directions afin d'obtenir soit des champs 2D de sources soit des profils longitudinaux [Chrysochoos *et al.*, 2008, Doudard *et al.*, 2010]. Une troisième voie a été suivie conduisant à l'écriture d'une équation de diffusion simplement différentielle, valable dans des conditions où les champs de sources sont uniformes (essais homogènes), tant que les fuites de chaleur restent linéaires en variation de température [Chrysochoos, 1995, Chrysochoos et Louche, 2000]. Dans ce dernier cas, la méthode s'appuie sur la solution spectrale du problème de diffusion 3D qui est alors presque exclusivement portée par sa première composante.
La forme géométrique des éprouvettes d'essai joue donc un rôle important dans la prise en compte des mécanismes de diffusion. Il en va naturellement de même des interactions de l'éprouvette avec le milieu extérieur (conditions aux limites thermiques). Le caractère linéaire des fuites de chaleur à la frontière joue aussi un rôle important dans la démarche suivie pour mettre en place des équations de diffusion opérationnelles, c'est à dire permettant de passer de données surfaciques en température à des sources volumiques moyennes de chaleur.

4.2.1 Diffusion «2D»

Nous avons donc considéré dans cette étude des éprouvettes d'essais parallélépipédiques, planes, d'épaisseur e suffisamment faible par rapport aux autres dimensions caractéristiques. Une première hypothèse consiste à considérer que les champs des variations de température de surface $\overline{\theta}(t,x,y)$ donnés par la caméra infrarouge sont représentatifs des champs de variations de la température $\theta(t,x,y,z)$ moyennes dans l'épaisseur de l'éprouvette. Cela se traduit par :

$$\theta_{ir,sur}(t,x,y) = \overline{\theta}(t,x,y) = \frac{1}{e}\int_{-e/2}^{e/2} \theta(t,x,y,z)\, dz. \tag{4.34}$$

La validité de cette hypothèse a été vérifiée par des simulations éléments finis dans [Louche, 1999] pour des distributions des sources très hétérogènes lors d'essais monotones et parallèlement par [Berthel *et al.*, 2008] pour des essais de fatigue à très grands nombres de cycle. Elle conduit, en intégrant l'équation 3D de diffusion de la chaleur dans l'épaisseur, à :

$$\rho C \frac{\partial \overline{\theta}}{\partial t} - k\left(\frac{\partial^2 \overline{\theta}}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 \overline{\theta}}{\partial y^2}\right) - \frac{k}{e}\left[\frac{\partial \theta}{\partial z}\right]_{-e/2}^{e/2} = \overline{s}_{ch}. \tag{4.35}$$

Le terme $\frac{k}{e}\left[\frac{\partial \theta}{\partial z}\right]_{-e/2}^{e/2}$ caractérise la densité surfacique de flux de chaleur par conduction sortant par les faces avant ($z = e/2$) et arrière ($z = -e/2$) de l'éprouvette. Ce terme peut être calculé en modélisant au voisinage de l'équilibre les échanges thermiques par conduction, convection ou encore rayonnement par des lois linéaires de type convection symétriques sur les faces avant et arrière de l'éprouvette :

$$k\frac{\partial \theta}{\partial z}(t,x,y,\pm e/2) = \pm h\,\theta(t,x,y,\pm e/2), \tag{4.36}$$

avec h le coefficient global d'échange thermique entre l'éprouvette et l'air ambiant.
Compte tenu de ces hypothèses, l'expression bidimensionnelle de l'équation de diffusion de la chaleur peut s'écrire de la façon suivante :

$$\rho C\left(\frac{\partial \overline{\theta}}{\partial t} + \frac{\overline{\theta}}{\tau_{th}^{2D}}\right) - k\left(\frac{\partial^2 \overline{\theta}}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 \overline{\theta}}{\partial y^2}\right) = \overline{s}_{ch}, \tag{4.37}$$

où $\overline{s}_{ch}$ est la distribution moyenne suivant l'épaisseur des sources de chaleur et τ_{th}^{2D} une constante de temps caractéristique des fuites par les faces avant et arrière de la zone utile de l'éprouvette. Celle-ci dépend à la fois du matériau, de sa géométrie ainsi que du coefficient d'échange h :

$$\tau_{th}^{2D} = \frac{\rho\, C\, e}{2h} \tag{4.38}$$

Eq. (4.37) permet donc, via la connaissance des champs de température surfaciques, de passer aux distributions des sources moyennées dans l'épaisseur de l'éprouvette. Notons que l'estimation des sources nécessite le calcul du laplacien de la température dans l'équation bidimensionnelle. Ce calcul reste très délicat du fait de la nature discrète et bruitée des données thermiques fournies par la caméra infrarouge.

4.2.1.1 Méthode de lissage et calcul des sources

La détermination des sources de chaleur à partir des données en température nécessite donc, comme pour le calcul des déformations ou des vitesses de déformations, l'estimation de dérivées en temps et en espace. Comme pour les champs cinématiques et afin d'éviter les effets désastreux du bruit de mesure, une méthode de lissage spatio-temporel a donc été utilisée pour dériver les mesures expérimentales bruitées θ^{exp}. À l'instar de ce qui a été vu précédemment, la méthode consiste à approcher localement dans l'espace et dans le temps le champ thermique bruité par la fonction suivante :

$$\theta^{app}(x,y,t) = \underbrace{\chi_1(x,y) + \chi_2(x,y)t}_{\text{partie linéaire}} + \underbrace{\chi_3(x,y)\,sin(2\pi\,f_s\,t) + \chi_4(x,y)\,cos(2\pi\,f_s\,t)}_{\text{partie périodique}}, \tag{4.39}$$

Dans cette expression, les fonctions trigonométriques sont introduites pour décrire la partie sinusoïdale correspondant à une partie des effets thermoélastiques, tandis que la partie linéaire (termes linéaires en temps) permet de prendre en compte les effets transitoires des effets thermoélastiques, mais aussi et surtout les effets dissipatifs.
Le protocole est identique à celui suivi pour les champs cinématiques :

- On cherche donc à approximer localement au sens des moindres carrés les champs expérimentaux de température θ^{exp} par la fonction θ^{app}.
- On utilise également le même pavé de lissage adopté dans l'analyse cinématique. Celui-ci contient un nombre suffisant de points dans l'espace et dans le temps (N_x,N_y et N_t) autour du point qu'on souhaite étudier. Ce pavé doit contenir un nombre suffisant de points pour pouvoir atténuer le bruit de mesure sans pour autant modifier les gradients locaux du signal thermique.

Un repère local discret (x_i, y_j, t_k) centré sur le point à lisser est donc défini pour prendre en compte l'aspect discret des mesures thermiques :

$$x_i = i\,\Delta x, \;\; i = \{-N_x, \ldots, N_x\} \tag{4.40}$$
$$y_j = j\,\Delta y, \;\; j = \{-N_y, \ldots, N_y\} \tag{4.41}$$
$$t_k = k\,\Delta t, \;\; k = \{-N_t, \ldots, N_t\}, \tag{4.42}$$

avec Δx, Δy et Δt sont les pas du maillage dans l'espace et dans le temps, respectivement. Dans ce repère, la fonction à utiliser pour approximer localement les données thermiques bruitées ainsi que ses polynômes s'écrit de la façon suivante :

$$\theta^{app}(i,j,k) = \chi_1(i,j) + \chi_2(i,j)\,k\,\Delta t + \chi_3(i,j)\,sin(2\pi f_s\,k\,\Delta t) + \chi_4(i,j)\,cos(2\pi f_s\,k\,\Delta t), \tag{4.43}$$

Les coefficients des polynômes $\{\chi_m^{i,j}\}$ sont ensuite déterminés par le biais d'une minimisation au sens des moindres carrés s'écrivant de la manière suivante :

$$\frac{\partial \mathscr{B}^2}{\partial \chi_m^{i,j}} = \frac{\partial}{\partial \chi_m^{i,j}} \left[\sum_{i=-N_x}^{N_x} \sum_{j=-N_y}^{N_y} \sum_{k=-N_t}^{N_t} \left(\theta^{app}(i,j,k) - \theta^{exp}(i,j,k)\right)^2 \right] = 0, \;\; m = 1,2,3,4 \tag{4.44}$$

ou encore :

$$\sum_{i=-N_x}^{N_x} \sum_{j=-N_y}^{N_y} \sum_{k=-N_t}^{N_t} \theta^{app}(i,j,k)\left(\theta^{app}(i,j,k) - \theta^{exp}(i,j,k)\right) = 0, \;\; m = 1,2,3,4 \tag{4.45}$$

Comme précédemment, la forme matricielle de cette minimisation est de la forme :

$$\boldsymbol{\mathcal{M}}\,\overrightarrow{\mathcal{P}} = \overrightarrow{\mathcal{B}}, \tag{4.46}$$

Or, pour avoir une meilleure estimation des sources de chaleur, il convient d'augmenter la taille des pavés de lissage locaux afin d'atténuer au maximum l'influence du bruit. Évidemment plus la taille du domaine d'approximation est grande, plus les gradients de source estimée seront faibles. L'influence du degré des polynômes est aussi importante. Un degré élevé permet d'avoir des informations locales précises mais reste sensible au bruit de mesure. Une augmentation de ce degré des polynômes couplé à une augmentation de la taille des pavés locaux conduit à une augmentation importante du temps de calcul. Un compromis entre les différentes situations énoncées juste avant demeure donc nécessaire. Pour limiter le temps de calcul, il est parfois utile de choisir des fonctions d'approximations découplant les effets de l'espace et du temps.

4.2.1.2 Illustration de la technique de traitement d'images IR

A l'instar de ce qui a été fait pour le traitement des données cinématiques, nous considérons ci-après un exemple de traitement d'images infrarouges extraites d'un essai réalisé sur un composite. L'idée cette fois est de montrer les potentialités des traitements d'images en situation anisotrope. Les illustrations ont pour but de montrer pour des niveaux d'approximation croissants (i.e. du mésoscopique au macroscopique), les variations de température, les dissipations moyennes par cycle et les étendues de sources thermoélastiques.
La Figure 4.12 représente un exemple de distributions spatiales de variations de température, de dissipation intrinsèque moyenne par cycle et des étendues de sources de couplages thermoélastiques, le cycle étant choisi en début d'essai de fatigue de traction-traction d'un polyamide 6.6 humide renforcé de fibres de verre orientées à 45°. Il convient de noter que la répartition spatiale de ces champs calorimétriques est non homogène et que les hétérogénéités spatiales semblent être, ici, guidées par l'orientation des fibres de verre (ici 45°). Nous reviendrons sur cette analyse calorimétrique dans le chapitre 5 dans lequel nous présenterons plus en détail les champs de mesures obtenus.
Notons que le calcul des sources nécessite en conséquence un temps de calcul important (procédure de lissage, calcul des opérateurs différentiels, (cf. Figure 4.13). Il peut donc être important d'adopter une méthode de calcul plus globale afin de réduire ce temps de calcul. L'information concernant l'énergie dissipée dans l'approche « globale » peut suffire pour la réalisation rapide des bilans énergétiques. Cette approche globale est définie dans le paragraphe 4.2.3.

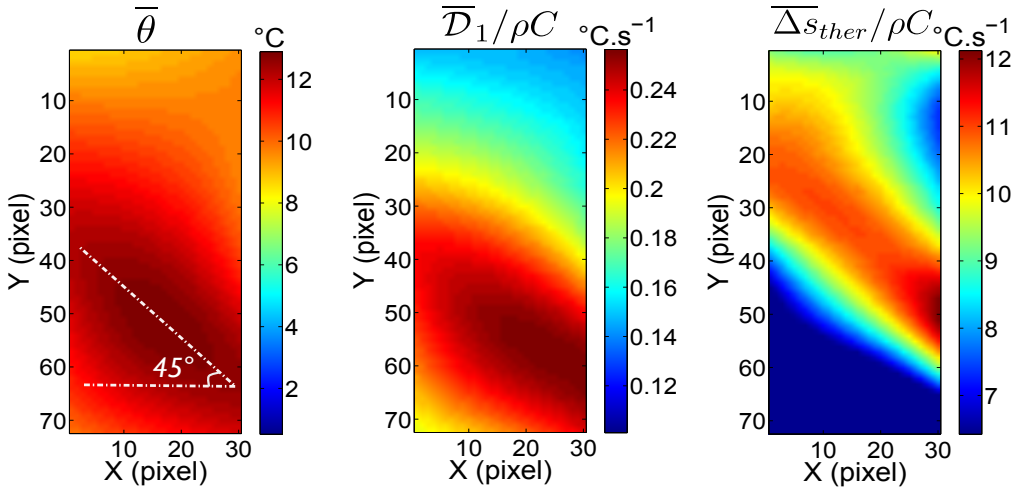

FIGURE 4.12 – *(a) Exemples de champs de variations de température $\overline{\theta}$, de dissipation intrinsèque moyenne par cycle $\overline{\mathcal{D}}_1$ et d'étendue de source thermoélastique $\overline{\Delta s}_{ther}$ pris pendant les premiers cycles en fatigue d'un polyamide 6.6 humide renforcé de fibres de verre orientées à 45°. La résolution spatiale est de 0.357 mm/pixel*

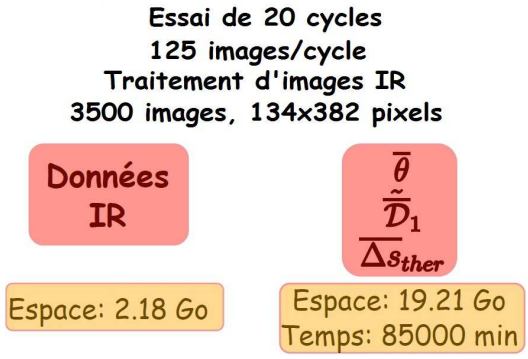

FIGURE 4.13 – *Exemple de temps de calcul et espace de stockage nécessaires pour réaliser un essai de 20 cycles. Pour fixer les idées, un ordre de grandeur du temps de calcul d'un champ calorimétrique est d'environ 24 minutes pour un espace de stockage de 5.5 Mo, et pour les conditions de lissage choisis ici.*

4.2.2 Diffusion «1D»

Dans le cas particulier où les sources de chaleur peuvent être considérées raisonnablement homogènes (raisonnable au sens où la valeur moyenne reste représentative de la distribution surfacique) dans chaque section droite de l'éprouvette, le problème bidimensionnel peut être ramené à un cas unidimensionnel, permettant d'un côté de travailler sur une génératrice (un axe de chargement) mais aussi de réduire le temps de calcul (cf. FIGURE 4.14). Dans ce cas-ci, les fuites aux bords de l'éprouvette sont supposées symétriques et linéaires en température. En notant par $\overline{\overline{\theta}}(t,x) = S^{-1}\int_{-l/2}^{l/2}\int_{-e/2}^{e/2}\theta(t,x,y,z)\,dzdy$ le profil moyenné de la température sur la section S de l'éprouvette, l'équation de diffusion unidimensionnelle s'écrit :

$$\rho C\left(\frac{\partial\overline{\overline{\theta}}}{\partial t}+\frac{\overline{\overline{\theta}}}{\tau_{th}^{1D}}\right)-k\frac{\partial^2\overline{\overline{\theta}}}{\partial x^2}=\overline{\overline{s}}_{ch} \tag{4.47}$$

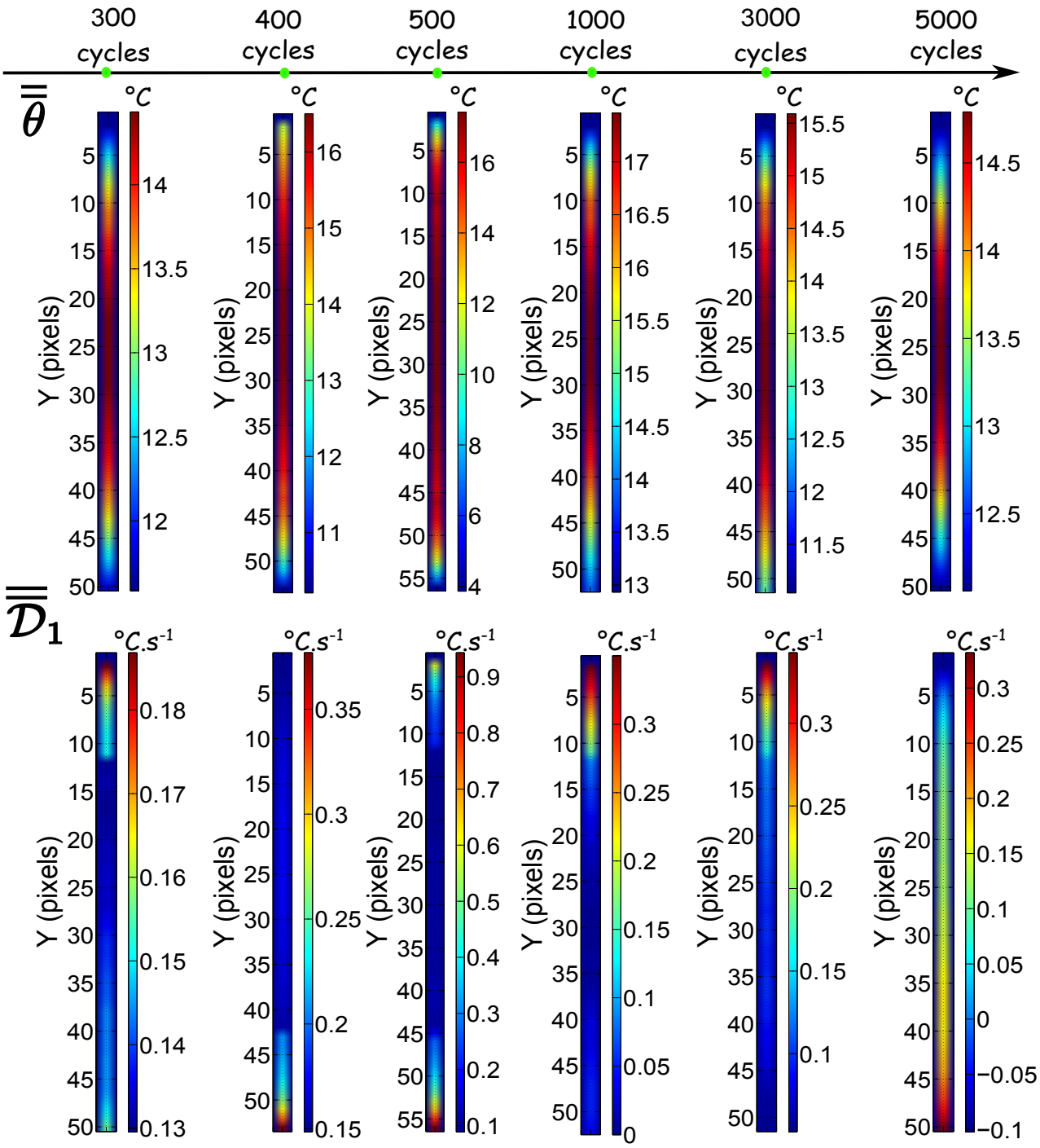

Figure 4.14 – *(a) Exemple de champs de variations de température $\overline{\overline{\theta}}$ et de dissipation intrinsèque moyenne $\overline{\overline{\mathcal{D}}}_1$ pris pendant différents cycles en fatigue d'un polyamide 6.6 humide renforcé de fibres de verre orientées à 45°. La résolution spatiale est égale à 0.357 mm/pixel*

où $\overline{\overline{s}}_{ch}$ est la distribution axiale de l'ensemble des sources de chaleur et $\tau_{th}^{1D} = \frac{\rho C\, el}{2h(e+l)}$ une constante de temps définissant les fuites thermiques par convection dans le plan de la section droite de l'éprouvette.

4.2.3 Diffusion «0D»

Comme il a été signalé plus haut, une version différentielle de l'équation de la chaleur est possible si on prend comme hypothèse une répartition uniforme des sources de chaleur dans tout le volume. Il va de soi que cette hypothèse est particulièrement forte. Elle reste cependant du même niveau que celles sur lesquelles s'appuie le traitement des essais mécaniques dits homogènes.
On peut montrer dans ce cas particulier important [Chrysochoos, 1995] que l'équation de diffusion se ramène à une équation différentielle ordinaire, tant que les fuites restent faibles et linéaires en température :

$$\rho C \left(\frac{d\theta}{dt} + \frac{\theta}{\tau_{th}^{0D}} \right) = s_{ch} \tag{4.48}$$

où θ est la variation de la température moyennée dans la zone utile de l'échantillon, et τ_{th}^{0D} est une constante de temps équivalente de fuites thermiques. La constante de temps τ_{th}^{0D} dépend alors de la géométrie, du coefficient d'échange global entre l'éprouvette et l'air ambiant et des premières pulsations propres suivant les 3 directions de la solution spectrale du problème de diffusion.
La Figure 4.15 (a) montre l'évolution de température θ dans un essai de fatigue d'un composite polyamide 6.6 renforcé de fibres de verre. Dans cette figure, l'effet de la dissipation intrinsèque indique un échauffement de l'ordre de 2.6°C tandis que l'effet thermoélastique montre des oscillations de variations de température de l'ordre de 0.35°C. Cela montre donc que les variations de température les plus importantes sont principalement induites par les effets dissipatifs. Cependant, d'un point de vue calorimétrique, ce sont les effets thermoélastiques qui prédominent devant les effets dissipatifs. Ces résultats seront détaillés dans le chapitre 5.
Notons également que dans la Figure 4.15 (b), on peut distinguer deux périodes dans la vie en fatigue d'un composite polyamide 6.6 renforcé de fibres de verre. Ces périodes sont caractérisés par leurs propres effets thermiques : la première période présente une élévation progressive de la température moyenne de l'échantillon due à une augmentation de la déformation anélastique (effet de rochet). La deuxième période correspond à une forte augmentation de température due à la déformation viscoélastique et aux effets d'endommagement localisés, conduisant de manière brutale à la rupture macroscopique.
Une fois les sources de chaleur déterminées, il convient donc de les coupler aux mesures cinématiques afin de pouvoir établir des bilans énergétiques. Ces analyses énergétiques, appliquées au comportement du PA6.6 et du PA6.6 renforcé de fibres de verre feront l'objet du prochain chapitre.

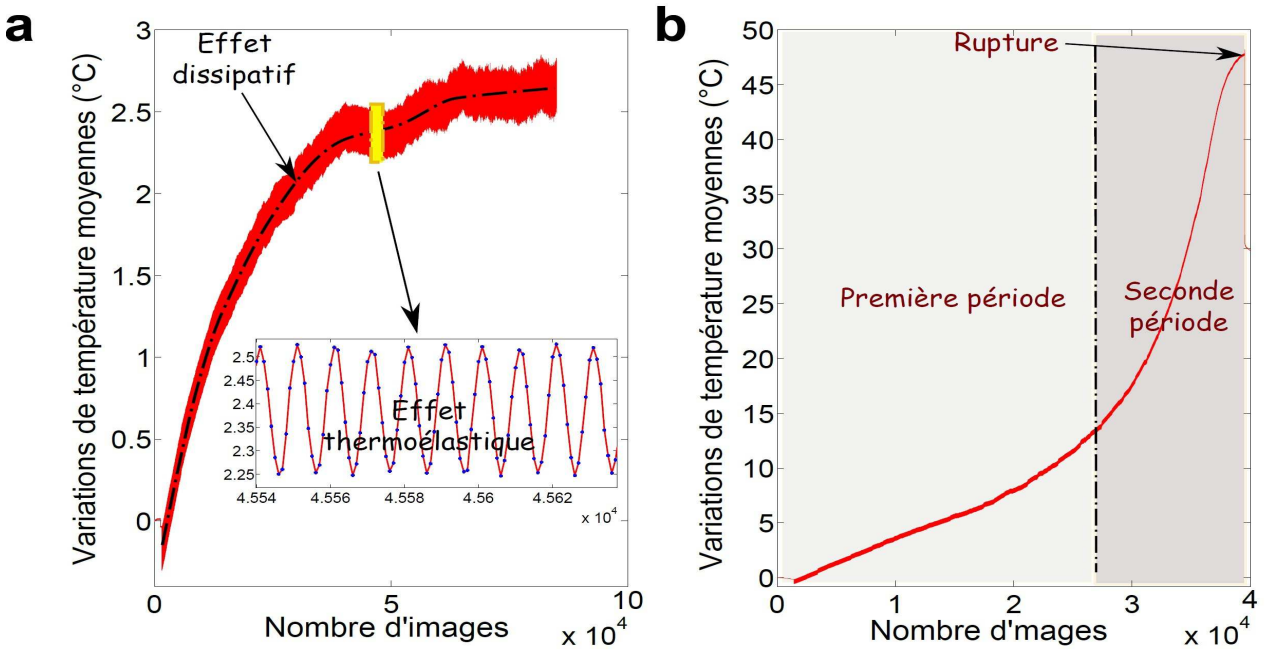

FIGURE 4.15 – *(a) Exemple d'évolution des variations de température θ lors d'un essai de fatigue (traction-traction uniaxiale à une fréquence de sollicitation de 10Hz et un rapport de charge de 0.1) d'un polyamide 6.6 non renforcé de fibres de verre. (b) Exemple d'évolution des variations de température lors d'un essai de fatigue sur un polyamide 6.6 sec non renforcé de fibres de verre allant jusqu'à rupture.*

4.3 Mesures combinées et bilan de puissances

4.3.1 Analyse locale

Nous avons déjà vu avec les mesures cinématiques et thermiques la richesse mais aussi le coût des analyses locales. Nous avons signalé que le caractère hétérogène de la réponse des échantillons testés pouvait être détecté très tôt durant le chargement. Il est intéressant à ce niveau de comparer ces zones de localisation en regardant les distributions de grandeurs énergétiques accessibles soit, via les mesures de champs cinématiques, soit, via les mesures de champs de température. Dans ce qui suit, on se propose de comparer la distribution des champs d'étendue de sources thermoélastiques (estimée via les données thermiques) avec celle des champs d'étendue de trace des contraintes (cf. FIGURE 4.16), théoriquement proportionnelle à la source thermoélastique dans le cadre de la thermoélasticité linéaire isotrope. Puis nous comparerons la distribution des taux moyens sur un cycle des énergies de déformation (issue des données cinématiques) à celle de la dissipation moyenne sur ce même cycle (déduite des données thermiques). La puissance dissipée ne représentant qu'une partie de l'énergie de déformation, il y a de fortes chances qu'une corrélation, entre les distributions de ces deux grandeurs, soit détectable.
La propriété que prévoit la théorie thermoélastique est illustré dans la FIGURE 4.17, où nous avons représenté la distribution spatiale de l'étendue de la source thermoélastique d'une éprouvette de polyamide 6.6 non renforcé soumise à un essai de traction-traction uniaxiale caractérisé par un rapport de charge de $R_\sigma = 0.1$, une fréquence de chargement de 0.2 Hz et un nombre d'images par cycle de 125 images. Le champ d'amplitude thermoélastique repré-

senté à la FIGURE 4.17 a une valeur moyenne de 0.96 °C.s^{-1} et un écart type de 0.017 °C.s^{-1}, et peut être comparé avec celui de la trace des étendues de contrainte. Les observations montrent une proportionnalité entre le champ de trace de contrainte et celui d'amplitude de source thermoélastique. Sur la FIGURE 4.17 une zone d'intensité très légèrement plus forte peut être observée dans l'extrémité haute des 2 champs. Nous pouvons conclure que le champ d'amplitude thermoélastique tel qu'il est estimé par la méthode de traitement développée est en concordance avec la théorie thermoélastique linéaire isotrope. Reste à confronter maintenant les dissipations locales moyennées par cycle aux taux moyens d'énergie de déformation .

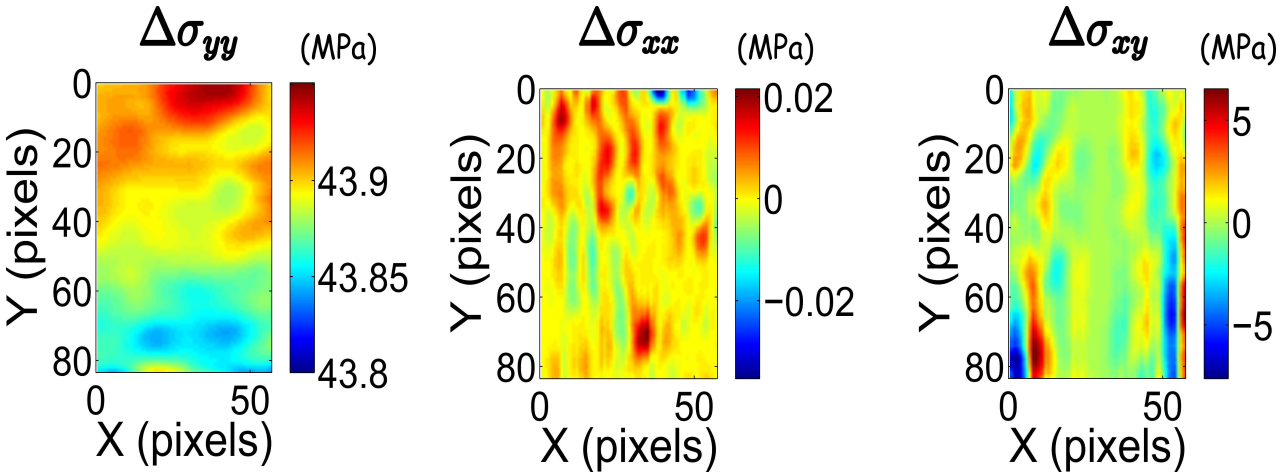

FIGURE 4.16 – *Exemple d'étendues de contraintes longitudinale, de cisaillement et transverse calculées au cours du dernier cycle d'un essai de traction-traction uniaxiale caractérisé par une fréquence de chargement de 0.2 Hz et un rapport de charge de 0.1.*

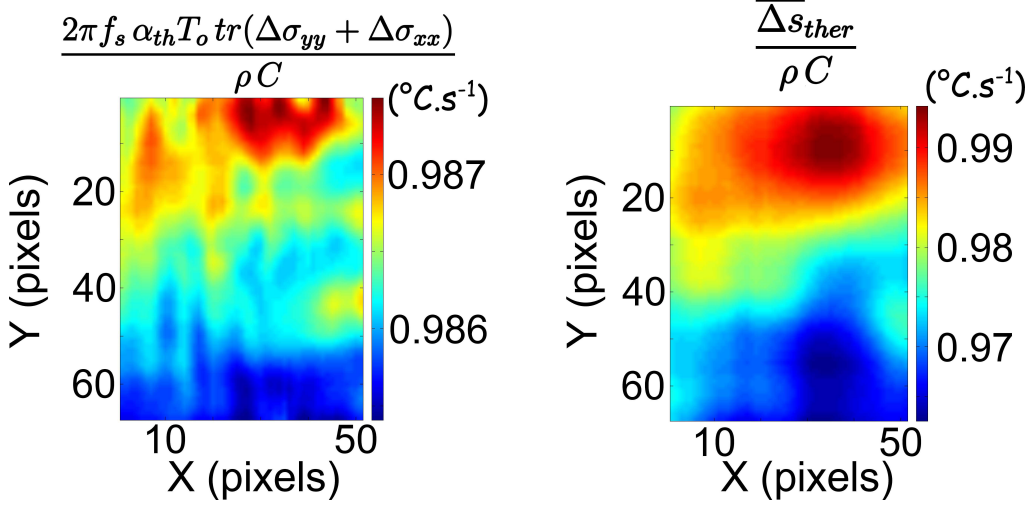

FIGURE 4.17 – *Exemple montrant la proportionnalité de la source thermoélastique à la trace des amplitudes de variation de contrainte. Cette méthode a été largement utilisée dans la littérature pour estimer la distribution des champs de contrainte (TSA : Thermal Stress Analysis, [Emery et Dulieu-Barton, 2010].*

Nous présentons dans la FIGURE 4.18 les trois champs 2D du taux d'énergie de déformation, dissipée et bloquée moyens sur le dernier cycle de l'essai pris précédemment comme exemple illustratif (cf. FIGURE 4.3) ; ainsi nous avons tracé la proportion $\tilde{\beta}_{diff}$ (coefficient dit de Taylor et Quinney "différentiel"). Ici, le taux d'énergie de déformation est estimé via les champs locaux de contrainte et de vitesse de déformation, tandis que la dissipation intrinsèque moyenne par cycle est calculée à partir du modèle 2D de diffusion. Le taux d'énergie bloquée au cours du cycle est ainsi obtenu comme étant la différence entre les taux d'énergie de déformation et d'énergie dissipée à la fin du cycle complet de chargement. Nous observons 2 zones de "localisation" identiques dans les 2 champs 2D du taux d'énergie de déformation et de dissipation. Ce type de résultat, déjà obtenu dans d'autres études en fatigue [Chrysochoos *et al.*, 2008], mais sur des matériaux métalliques, est rassurant car de façon indépendante et complémentaire, ils montrent que c'est dans les zones qui "travaillent le plus" (i.e. où la perte d'énergie de déformation sur un cycle est la plus grande), que la dissipation (i.e. transformation de puissance mécanique en chaleur) moyenne sur ce cycle est la plus grande aussi. Les résultats montrés ici indiquent par ailleurs un rapport entre le taux $\tilde{\beta}_{diff}$ d'énergie dissipée et celui de déformation qui varie de 50% à 90%. Ces chiffres illustrent, d'une autre façon, le niveau d'hétérogénéité constatée au sein de la zone matérielle analysée. Dans les analyses globales qui suivront au prochain chapitre, il conviendra donc de se rappeler de ce que peut représenter, comme ici, un coefficient de Taylor et Quinney moyen de 80%. Ce résultat moyen concorde toutefois fort bien avec la tendance générale que nous retrouverons au chapitre suivant selon laquelle pour les faibles fréquences de chargement, le matériau "favorise" plus la dissipation que le stockage d'énergie.

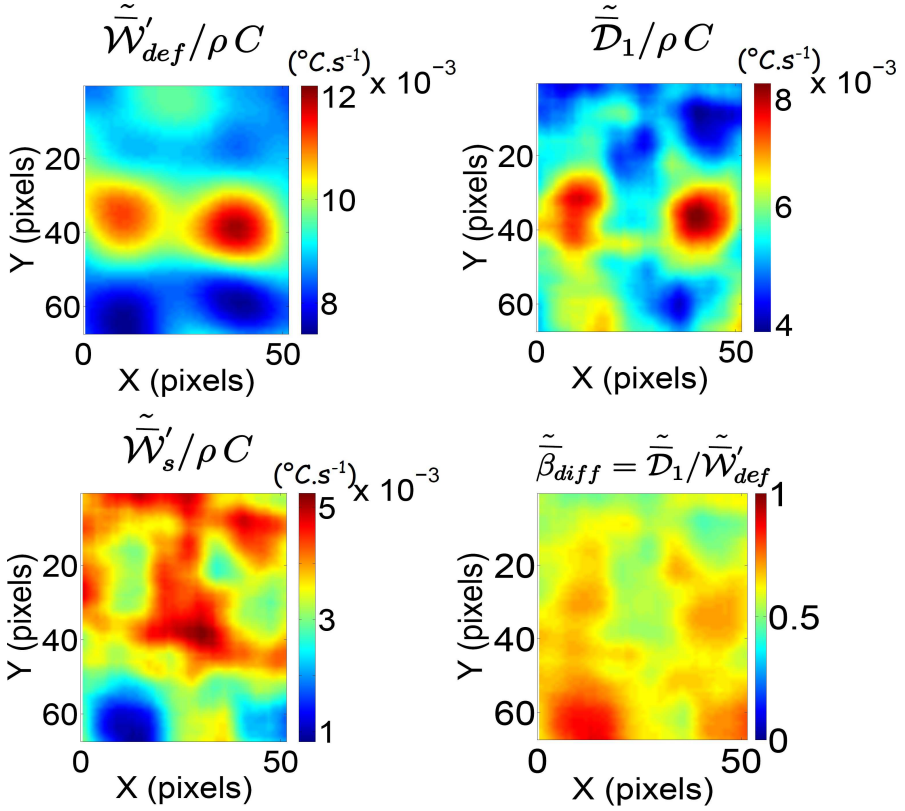

Figure 4.18 – *Exemple de champs 2D des taux d'énergie estimés via les méthodes développées dans ce chapitre.*

4.3.2 Analyse globale

Cette section est principalement consacrée à la procédure suivie pour construire des bilans énergétiques globaux. En anticipant sur les résultats à venir, on montre juste après un exemple de calcul 0D des taux des énergies mis en jeu lors d'un essai de fatigue. Comme la campagne expérimentale a été vaste et longue en terme d'essais réalisés, les résultats principaux seront détaillés et discutés dans le chapitre 5. Les différentes énergies mises en jeu ont donc été déterminées à partir des mesures de température et de déformation. Les contraintes ont été estimées à partir des équations d'équilibre et des mesures cinématiques. Le taux d'énergie de déformation moyen par cycle a été calculé à l'aide de l'équation (4.31) alors que la dissipation intrinsèque moyennée sur le cycle a été estimée via l'équation de diffusion «0D» par la relation suivante :

$$\tilde{\mathcal{D}}_1 = \rho\, C\, f_s \int_{(\varsigma-1)/f_s}^{\varsigma/f_s} \left(\frac{d\theta}{dt} + \frac{\theta}{\tau_{th}^{0D}} \right) d\tau \tag{4.49}$$

Les figures ci-dessous présentent des résultats de bilans d'énergie correspondant aux essais réalisés sur des échantillons secs de polyamide 6.6 sollicités à deux niveaux de fréquences de sollicitation (1 et 10Hz). On trace les différents taux d'énergie de la manière suivante :

- La courbe noir représente le taux d'énergie de déformation moyen sur un cycle mécanique $\tilde{\mathcal{W}}'_{def}$,
- la courbe verte correspond au taux d'énergie bloquée $\tilde{\mathcal{W}}'_s$,

- alors que la courbe rouge est celle associée à la dissipation intrinsèque moyenne sur un cycle complet $\tilde{\mathcal{D}}_1$.

Toutes les puissances sont divisées par ρC et donc exprimées en °C.s^{-1}.
Les résultats, indiqués à titre d'exemple, montrent l'effet de fréquence de sollicitation sur la forme du bilan de puissance. Les hautes fréquences (FIGURE 4.19 (a)) favorisent le stockage plutôt que la dissipation d'énergie alors que les faibles fréquences (FIGURE 4.19 (b)) montrent un niveau de dissipation élevé. Ces résultats pourront être utiles à l'identification des modèles de comportement en fatigue actuellement en cours d'élaboration au sein du projet DURAFIP.

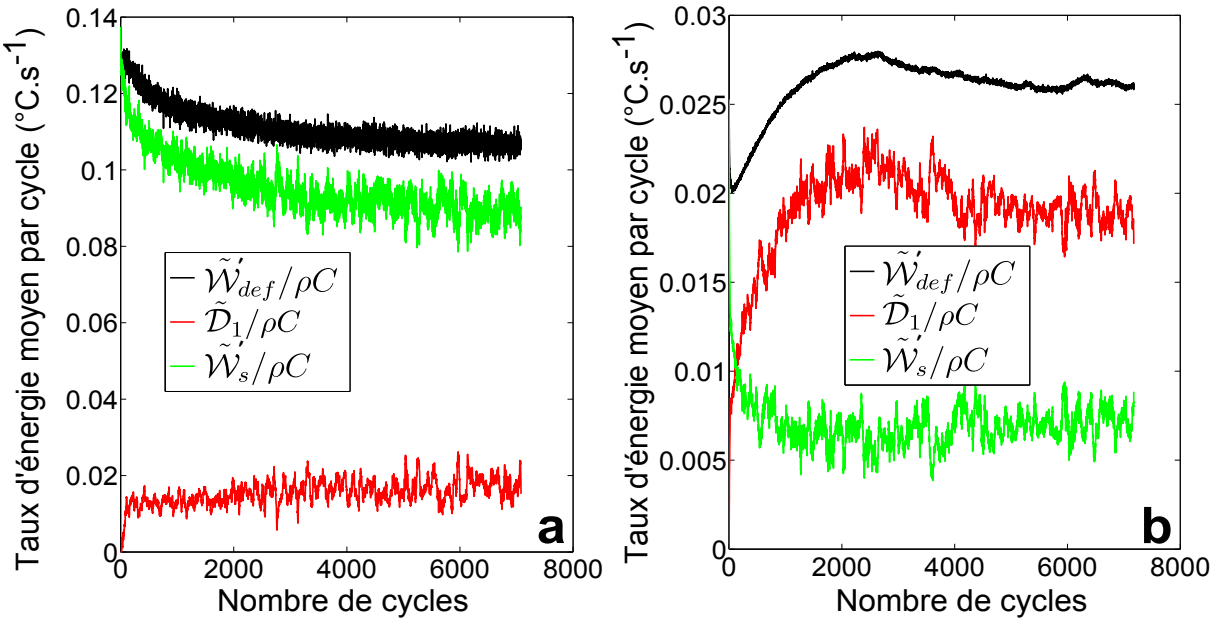

FIGURE 4.19 – *Exemple de bilans indiquant les différentes puissances mises en jeu pour un polyamide 6.6 sollicité en traction-traction à une fréquence de sollicitation de (a) 10 Hz et (b) 1 Hz.*

Rappels : La détermination des termes sources de chaleur et de l'énergie mécanique se révèle indispensable pour l'estimation de l'énergie stockée (au moins temporairement) par le matériau. Ces premiers résultats énergétiques sont encourageants et offrent des garde-fous importants pour éprouver la validité des modèles de comportement et les critères de fatigue. Notons encore que les sources thermoélastiques n'apparaissent pas dans ce bilan de puissances moyennes par cycle, pour la raison simple que l'énergie thermoélastique sur un cycle reste très faible. Rappelons une fois encore que ceci ne veut pas dire que les puissances thermoélastiques (instantanées) sont négligeables. Bien au contraire l'expérience montre qu'elles sont très supérieures aux dissipations moyennes par cycle. La FIGURE 4.12 par exemple a montré que l'étendue de la source thermoélastique sur un cycle est de l'ordre de 50 fois la dissipation moyenne sur le cycle.

4.4 Conclusion sur le chapitre

Ce chapitre avait pour but de présenter les méthodes d'imagerie quantitative suivies permettant d'obtenir des champs de mesures cinématiques (e.g. déformation ou vitesse de déformation), et des champs de température dont on déduit les champs de sources de chaleur. Notre objectif a été d'établir des bilans de puissance moyenne par cycle à une échelle mésoscopique (résolution des champs de mesure) puis à une échelle macroscopique (moyenne sur la partie utile de l'échantillon). Les mesures thermiques et cinématiques étant intrinsèquement bruitées, des techniques de lissage ont permis d'obtenir une estimation fiable des grandeurs dérivées. Le traitement d'images repose sur une méthode de lissage spatio-temporel qui approxime localement, dans l'espace et dans le temps, les champs thermiques et cinématiques bruités par une fonction d'approximation. Nous avons par la suite présenté une méthode permettant d'estimer les champs de contraintes planes dans le cadre d'essais quasi-statiques. La méthode adoptée est fondée sur l'intégration des équations d'équilibre et permet par le biais de mesures cinématiques de remonter au tenseur des contraintes planes puis au taux d'énergie de déformation. Au travers d'un exemple d'application, nous avons montré que les champs 2D de déformation et vitesse de déformation étaient conformes à ceux attendus pour des essais de traction simple tout en présentant cependant un certain niveau d'hétérogénéité non assimilable à du bruit de mesure mais plutôt à une certaine inhomogénéité du matériau, peut-être induite par sa mise en œuvre. Concernant la distribution des efforts intérieurs, l'état de contrainte observé reste proche de celui d'un état de traction simple quasi homogène, ce qui est plutôt rassurant. Par ailleurs, un calcul du taux d'énergie de déformation moyen sur un cycle a montré que seul le terme correspondant aux composantes longitudinales de contrainte et vitesse de déformation pouvait être pris en compte. Enfin, à cause des coûts de stockage et de temps de calcul, nous avons comparé les résultats issus de deux approches pour atteindre une estimation globale du taux d'énergie de déformation : la première moyenne les puissances locales issues des mesures de champs et la seconde estime ce taux d'énergie de déformation via un calcul de la puissance des efforts extérieurs. Les résultats ont montré une bonne adéquation entre les deux approches du moins tant que les effets de localisation restent modérés.

La suite du chapitre s'est focalisée sur l'écriture de l'équation de diffusion de la chaleur sous forme de modèles de diffusion simplifiés prenant en compte les fuites thermiques dans les 3 directions de l'espace. Ces modèles offrent un lien entre les champs de température et les sources de chaleur nécessaire à l'établissement de bilans complets de puissance. Les résultats présentés pour les divers niveaux d'approximation ont eu pour objectif d'illustrer le rapport «qualité/prix» des méthodes de traitement et de légitimer l'approche «0D» (macroscopique) principalement suivie au chapitre 5. Nous avons choisi, pour illustrer les potentialités et limites des techniques de traitement d'images, des données issues d'un essai réalisé sur un polyamide composite chargé en humidité de façon à mettre en avant le caractère hétérogène et dissipatif du matériau. Sur le plan calorimétrique, le caractère hétérogène de la réponse de l'éprouvette a pu être détecté dès les premiers cycles de chargement.

Dans une troisième partie, il est alors apparu intéressant de chercher à confronter les distributions de grandeurs énergétiques suivantes : *i)* l'étendue de source thermoélastique avec celle de la trace du tenseur de contrainte et *ii)* le taux moyen sur un cycle d'énergie de dé-

formation avec la dissipation moyenne sur ce même cycle. La bonne correspondance existant entre ces distributions obtenues de façon indépendante et complémentaire semble bien montrer que le caractère hétérogène observé de la réponse de l'éprouvette est bien d'origine matérielle et non simplement induite par les traitements d'images. Il reste toutefois que les temps de calcul et les espaces de stockage nécessaires pour développer de façon systématique une analyse de champs sont prohibitifs et ce qui nous a conduit à utiliser l'approche globale macroscopique pour obtenir, dans le délai imparti, les premières caractéristiques comportementales du PA6.6 sur le plan thermomécanique. Comme précédemment, cette approche macroscopique a été illustrée au travers d'un exemple bien particulier. L'idée ici a été de montrer simplement l'effet de fréquence de sollicitation sur la forme du bilan de puissance au cours de l'essai de fatigue. L'influence des autres paramètres sera naturellement étudiée dans le dernier chapitre.

Notons enfin que tous les exemples montrés dans ce chapitre ont permis aussi d'accoutumer le lecteur aux conventions graphiques qui vont être reprises pour la présentation des nombreux résultats expérimentaux du chapitre 5 et tous ceux présentés en annexe.

5 Résultats Expérimentaux

Sommaire

5.1 Analyse globale du comportement thermomécanique de la matrice polyamide 6.6 et du composite 103
5.1.1 Matrice polyamide 6.6 103
5.1.2 Composites renforcés de fibres de verre 119
5.1.3 Synthèse sur les résultats globaux 127
5.2 Approche locale : caractère hétérogène des essais 128
5.2.1 Matrice de polyamide 6.6 128
5.2.2 Composites renforcés de fibres de verre 132
5.2.3 Synthèse sur les résultats locaux 142

Ce chapitre présente et discute les résultats thermomécaniques issus des essais cycliques de fatigue uniaxiale. Les chargements ont été appliqués à des échantillons de polyamide 6.6 vierges ou renforcés à 30% en masse de fibres de verre courtes. En concertation avec les partenaires du projet Durafip, les essais ont été réalisés :

- *pour un rapport de charge de $R_\sigma = 0.1$,*
- *à deux fréquences de sollicitation : f_s=1 et 10 Hz,*
- *pour 3 niveaux d'humidité relative : 0%, 50%, 80%*
- *pour 3 différentes orientations de fibres par rapport à l'axe de traction : 0°, 45°, 90°.*

L'objectif de ces campagnes d'essais a naturellement été de mettre en évidence les propriétés thermomécaniques de la matrice notamment les effets du temps sur le comportement mécanique, les effets dissipatifs et le rôle de l'humidité sur les effets de couplage thermomécanique. Dans chaque configuration matérielle et de chargement, une analyse de l'évolution au cours des cycles du comportement mécanique, thermique et énergétique de la matrice a été fournie. Dans un deuxième temps, il s'est agi de voir l'influence de l'orientation des renforts, comme précédemment, sur l'évolution du bilan d'énergie.

Ces analyses ont été effectuées tout d'abord sur toute la durée du chargement cyclique en supposant que la partie utile de l'échantillon se comporte d'une façon homogène. Cette analyse macroscopique de la réponse de l'éprouvette, certes plus grossière, permet toutefois de traiter, dans un temps compatible avec la durée de l'étude, des milliers d'images visibles et infrarouges et de voir les grandes tendances comportementales (dépendance par rapport au temps, nature et intensité des effets dissipatifs, nature et intensité des effets de couplage, signes de fatigue, etc). Mais il convient de souligner que ce type d'approche, encore courante dans les travaux sur la fatigue, ne tient pas compte des effets de localisation qui peuvent se développer cycle après cycle, rendant la réponse moyenne de la partie utile de l'échantillon de moins en moins représentative de la réponse du matériau.

C'est pourquoi, dans un 2ème temps, quelques analyses par mesures de champs ont été effectuées sur certains cycles de chargement, afin d'observer la formation possible de zones de localisation tant sur le plan cinématique que calorimétrique.

Les résultats issus de ces campagnes d'essais sont exposés de la manière suivante :

- *Dans un premier temps, nous présentons les caractéristiques thermophysiques des matériaux étudiés ainsi que les paramètres de chargement imposés. On donne ensuite les règles de conditionnement qui ont été suivies par l'entreprise pour charger en eau les éprouvettes et maintenir leur conditionnement hygrométrique jusqu'à l'essai.*
- *Nous présentons, dans un second temps, les résultats expérimentaux obtenus en supposant que la partie utile de l'éprouvette répond de façon homogène. Nous examinons en particulier les réponses mécaniques (boucles d'hystérésis), thermiques (autoéchauffements) et énergétiques (puissances dissipées et bloquées moyennes par cycle mécanique) caractérisant le comportement de la matrice polyamide et celui des composites renforcés de fibres de verre. Nous avons fait varier la vitesse de chargement, l'humidité relative ainsi que l'orientation des fibres afin de mettre en évidence les effets du temps, de la teneur en eau ainsi que de la configuration des fibres sur le comportement de la matrice et des composites.*
- *Dans un troisième temps, nous décrivons les résultats issus des analyses locales des mesures de champs. Nous cherchons là, à mettre en évidence le caractère hétérogène de l'état thermomécanique du matériau, l'évolution des zones de localisation et les corrélations qui peuvent exister*

entre leurs manifestations cinématiques et calorimétriques.

5.1 Analyse globale du comportement thermomécanique de la matrice polyamide 6.6 et du composite

5.1.1 Matrice polyamide 6.6

Le polyamide 6.6 est un polyamide thermoplastique fabriqué par *Solvay Engineering Plastics* sur le site de Saint Fons, et commercialisé sous le nom commercial A218. Lors de la mise en forme des éprouvettes, le matériau est chauffé au-dessus de la température de fusion 263 °C puis injecté dans un moule en forme de plaque. Les dimensions des plaques fournies par le partenaire industriel sont $360 \times 100 \times 3\,mm^3$. Sur chaque plaque, 6 éprouvettes peuvent être découpées. La FIGURE 5.1 présente la géométrie retenue pour les échantillons étudiés. Celle-ci indique une zone utile de taille de largeur $14\,mm$, de longueur $20\,mm$ et d'épaisseur nominale de $3\,mm$. Après usinage au laboratoire, les échantillons sont retour-

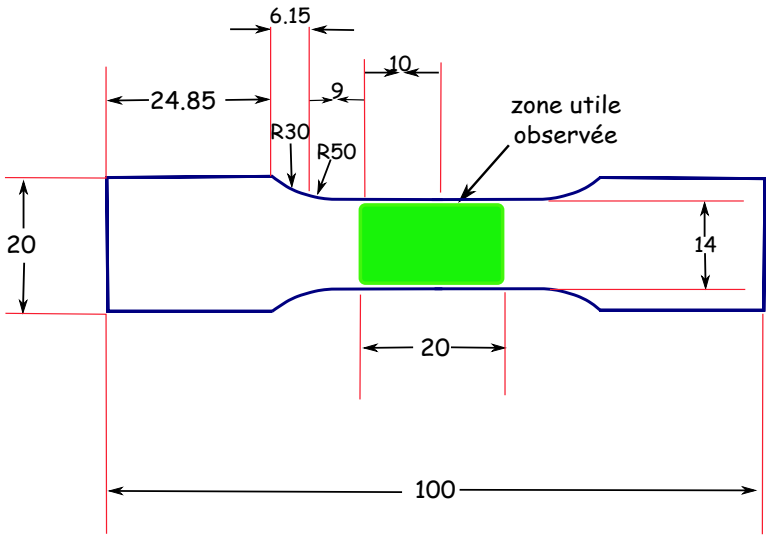

FIGURE 5.1 – *Géométrie des éprouvettes sollicitées montrant la position relative de la zone utile. Les dimensions sont en millimètres.*

nés en usine pour conditionnement en humidité. Trois niveaux d'humidités relatives ont été retenus : RH0 (ou sec), RH50 et RH80. Les échantillons conditionnés à RH0 ont été conditionnés dans un four sous vide à 80 °C pendant 15 h afin d'assurer l'absence d'humidité dans l'échantillon. Les échantillons conditionnés à RH50 ont été conditionnés dans une chambre de vieillissement à 70 °C et à une humidité relative de 62% (jusqu'au atteindre un poids constant). Cette étape a été poursuivie d'une semaine de conditionnement à 23 °C pour une humidité relative de 50% afin de réaliser des concentrations d'eau relativement homogènes dans la totalité de l'échantillon. Les échantillons de RH80 ont été conditionnés en étuve à une humidité relative de 80%, à 70 °C pendant 15 jours, puis à 35 °C. Pour le lecteur intéressé, les procédures de conditionnement sont détaillées dans [Arif, 2014].
Tous les échantillons ont été enfermés dans des sacs étanches après conditionnement afin de

maintenir les éprouvettes à la teneur en eau imposée. Les caractéristiques thermophysiques de la matrice de polyamide 6.6 sont résumées dans le Tableau 5.1.

Tableau 5.1 – *Propriétés thermophysiques de la matrice de polyamide 6.6.*

Masse volumique ($kg.m^{-3}$)	Capacité calorifique ($J.kg^{-1}.°C^{-1}$)	Coefficient de dilatation ($10^{-6}\ °C^{-1}$)	Conductivité thermique ($W.m^{-1}.°C^{-1}$)	Diffusivité thermique ($mm^2.s^{-1}$)
1120±30	1638±28	98±13	0.343±0.002	0.210±0.004

5.1.1.1 Réponses mécaniques

5.1.1.1.1 Essais de traction monotone

Quelques propriétés mécaniques de la matrice polyamide 6.6 ont été obtenues à partir d'essais uniaxiaux de traction monotone. Dans la Figure 5.2, les réponses mécaniques conventionnelles (contrainte de traction de Piola-Kirchoff 1 *vs.* déformation longitudinale linéarisée) sont tracées pour 4 différentes vitesses de déplacement (10 mm/s, 1 mm/s 0.1 mm/s et 0.01 mm/s) et pour les 3 états hygrométriques choisis (RH0, RH50 et RH80). Les contraintes sont présentées de façon normalisée pour des raisons de confidentialité.
Les principaux résultats sont résumés ci-après :

- La contrainte maximale (normalisée) augmente lorsque la vitesse de déplacement augmente. Pour les échantillons secs (RH0), la valeur maximale de la contrainte nominale normalisée augmente d'environ 10% lorsqu'on passe de 0.01 mm/s à 10 mm/s. En outre, la résistance à la traction des échantillons conditionnés à RH50 et RH80 est nettement plus faible que celle de l'échantillon sec (RH0). L'adoucissement, induit par l'eau absorbée jouant un rôle de plastifiant, est fortement observé. Cet effet plastifiant induit par l'eau dans les échantillons polyamides est bien connu [Launay *et al.*, 2011]. L'eau absorbée accroit la mobilité moléculaire réduisant ainsi les liaisons intermoléculaires. Cela conduit à une échelle macroscopique à une très nette diminution de la raideur élastique et à une augmentation des effets visqueux.
- La présence d'eau dans les échantillons humides conditionnés à RH50 et RH80 conduit à des réponses mécaniques différentes les unes des autres dès que la vitesse change et ceci dès le début de chargement. En revanche pour les échantillons secs, ces réponses mécaniques ne commencent à varier qu'à partir d'un certain niveau de chargement ce qui va dans le sens d'un comportement essentiellement élastique aux bas niveaux de contrainte. Toutefois, aucun effet de seuil en contrainte, comme cela est observé en plasticité des métaux, n'est vraiment détectable.
- Quand on observe un adoucissement macroscopique de la "structure-éprouvette", celui-ci est induit par la mise en place et le déplacement des lèvres de striction, se traduisant au niveau de la réponse mécanique par un large plateau dit parfois «caoutchoutique» très marqué pour RH80 et ce aux 3 vitesses de déplacement envisagées. Un autre plateau caoutchoutique moins large que le premier est aussi observé pour RH50 et ceci uniquement pour une vitesse de déplacement égale à 0.1 mm/s. Dans de tels cas, les

réponses mécaniques tracées dans la FIGURE 5.2 sont considérées comme des réponses représentatives du matériau, bien sûr, mais aussi des effets de localisation qui se développent au sein de la partie utile de l'éprouvette.

- Enfin, la FIGURE 5.2 montre que le niveau de déformation à la rupture augmente considérablement avec l'humidité relative.

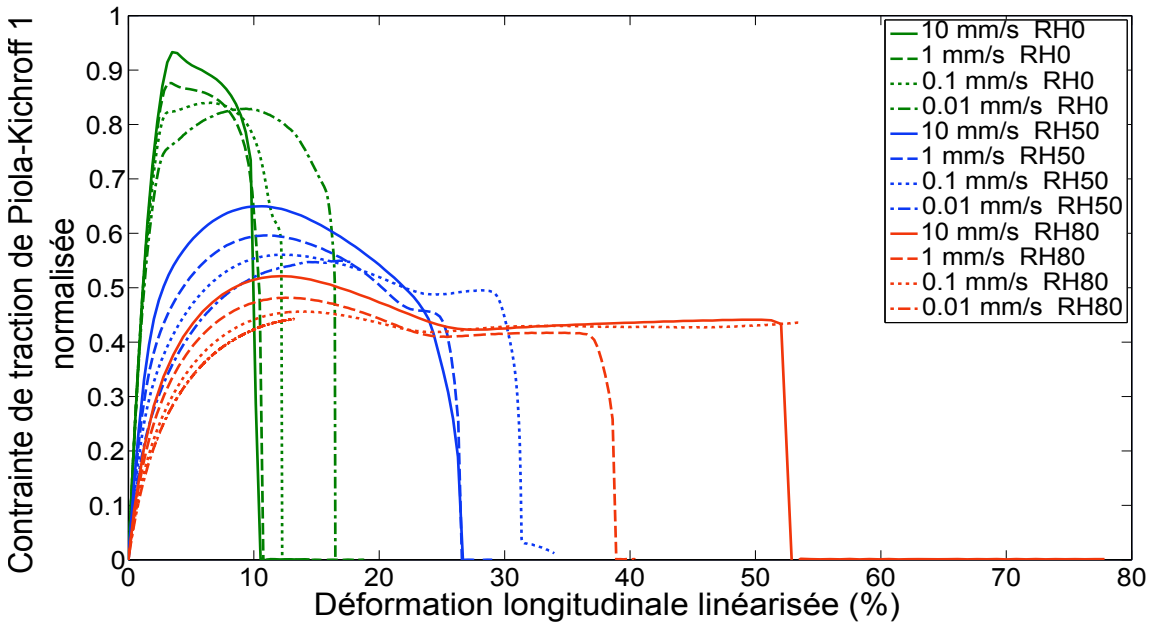

FIGURE 5.2 – *Réponses mécaniques issues d'essais de traction uniaxiale réalisés sur la matrice polyamide 6.6 pour différentes vitesses de déplacement et différentes humidités relatives.*

5.1.1.1.2 Essais cycliques de traction-traction

Des essais cycliques de traction-traction uniaxiale ont été effectués pour un rapport de charge $R_\sigma = 0.1$. Les fréquences de sollicitation retenues sont 1 et 10 Hz, tandis que le nombre des cycles est fixé à 10^4. Ce nombre de cycles est suffisamment élevé pour pouvoir observer les changements dans les propriétés cinématiques et thermiques des matériaux étudiés.

Le chargement mécanique appliqué est schématisé dans la FIGURE 5.3. Il s'agit dans un premier temps de maintenir les échantillons à une contrainte nulle pendant 10 s afin de calculer une image moyenne, représentant les états mécanique et thermique stabilisés initiaux de l'éprouvette dans son environnement. La machine d'essai impose ensuite une traction monotone à vitesse contrôlée égale à 1 mm/s pour atteindre la contrainte minimale du chargement cyclique. Un maintien des échantillons à contrainte constante σ_{min} est appliqué pendant 3 s afin de pouvoir repérer le point indiquant le début de chargement cyclique permettant ainsi le recalage temporel des différentes mesures cinématiques, sthéniques et thermiques. Enfin, les échantillons sont soumis à un chargement sinusoïdal de traction-traction à contrainte moyenne non nulle.

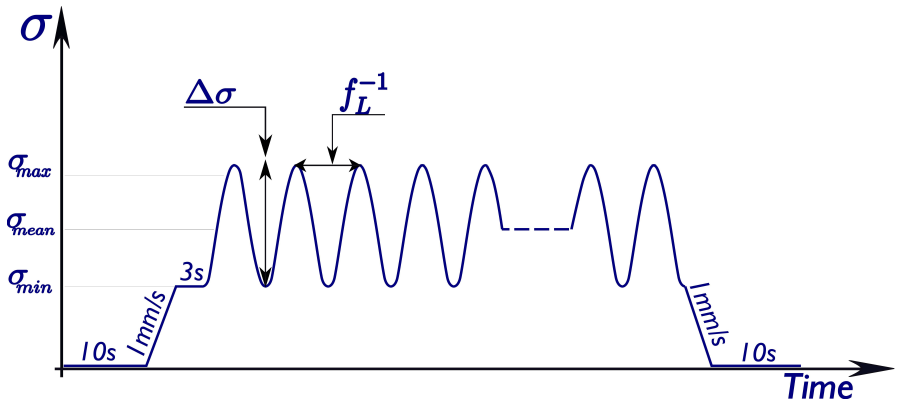

Figure 5.3 – *Illustration du chargement mécanique adopté pour les expériences.*

Les réponses mécaniques issues du chargement cyclique appliqué sur les échantillons secs et humides sont tracées à la Figure 5.4. Dans chaque cas, et pour chaque fréquence de sollicitation, on cherche à caractériser les cinétiques des boucles d'hystérésis construites à partir des courbes contrainte *vs* déformation uniaxiales. Nous avons introduit trois paramètres pour caractériser les cinétiques de ces boucles d'hystérésis :

- l'aire des boucles : ce paramètre de nature énergétique, représente l'énergie mécanique donnée lors de la charge au matériau et qui n'a pas été rendue sous forme mécanique au milieu extérieur, à la décharge.
- la pente moyenne de la correspondance contrainte de traction *vs* déformation longitudinale, lors du cycle charge-décharge : ce paramètre donne une idée de la perte ou du gain de raideur de l'éprouvette cycle après cycle. Plusieurs mécanismes peuvent naturellement conduire à une évolution de la rigidité moyenne de la «structure-éprouvette».
- la déformation moyenne calculée sur un cycle charge-décharge : ce paramètre permet de quantifier le phénomène de rochet fortement prononcé dans le comportement des polymères thermoplastiques semi-cristallins lors d'un chargement cyclique à contrainte moyenne non nulle ($R_\sigma = 0.1$).

Notons que différents gains ont été appliqués aux données mécaniques afin de tracer sur le même graphe les évolutions temporelles de ces paramètres (Figure 5.4 (g, h et i)). Ces gains, désignés par G, sont directement indiqués sur chaque courbe.
À partir des réponses mécaniques nous retenons les résultats suivants :

- les boucles d'hystérésis restent plus fermées dans le cas des échantillons secs (Figure 5.4 (a et d)) que dans celui des échantillons humides conditionnés à RH50 et RH80 (Figure 5.4 (b, c, e et f). Par ailleurs, l'aire de ces boucles diminue cycle après cycle dans toutes les conditions de sollicitations. Cette diminution est plus marquée pour les fortes humidités relatives ainsi que pour les faibles vitesses de chargement.
- des variations de la pente moyenne des boucles d'hystérésis sont observées. Celles-ci sont, à notre avis, dues à la fatigue cyclique. Une nette décroissance de cette pente moyenne au début d'essais est observée pour tous les niveaux d'humidité choisis ainsi que pour toutes les vitesses de chargement. Dans certains cas, la pente semble se stabiliser mais ceci n'a véritablement lieu qu'à partir de plusieurs centaines de cycles.
- un phénomène de rochet caractérisé par une accumulation de la déformation moyenne par cycle est observé. Le déplacement des boucles hystérétiques vers la droite, est observable dans tous les cas de chargement. Il est plus faible (0.6-3% pour 1000 cycles)

pour les échantillons secs (FIGURE 5.4 (a et d)) et devient très important (4-15% pour 1000 cycles) dans le cas des échantillons conditionnés à RH50 et RH80 (FIGURE 5.4 (b, c, e et f)).

- il n'y a pas de stabilisation mécanique des boucles d'hystérésis même si les évolutions temporelles associées aux aires des boucles ainsi que celles de la déformation moyenne par cycle semblent se stabiliser après 5000 cycles.

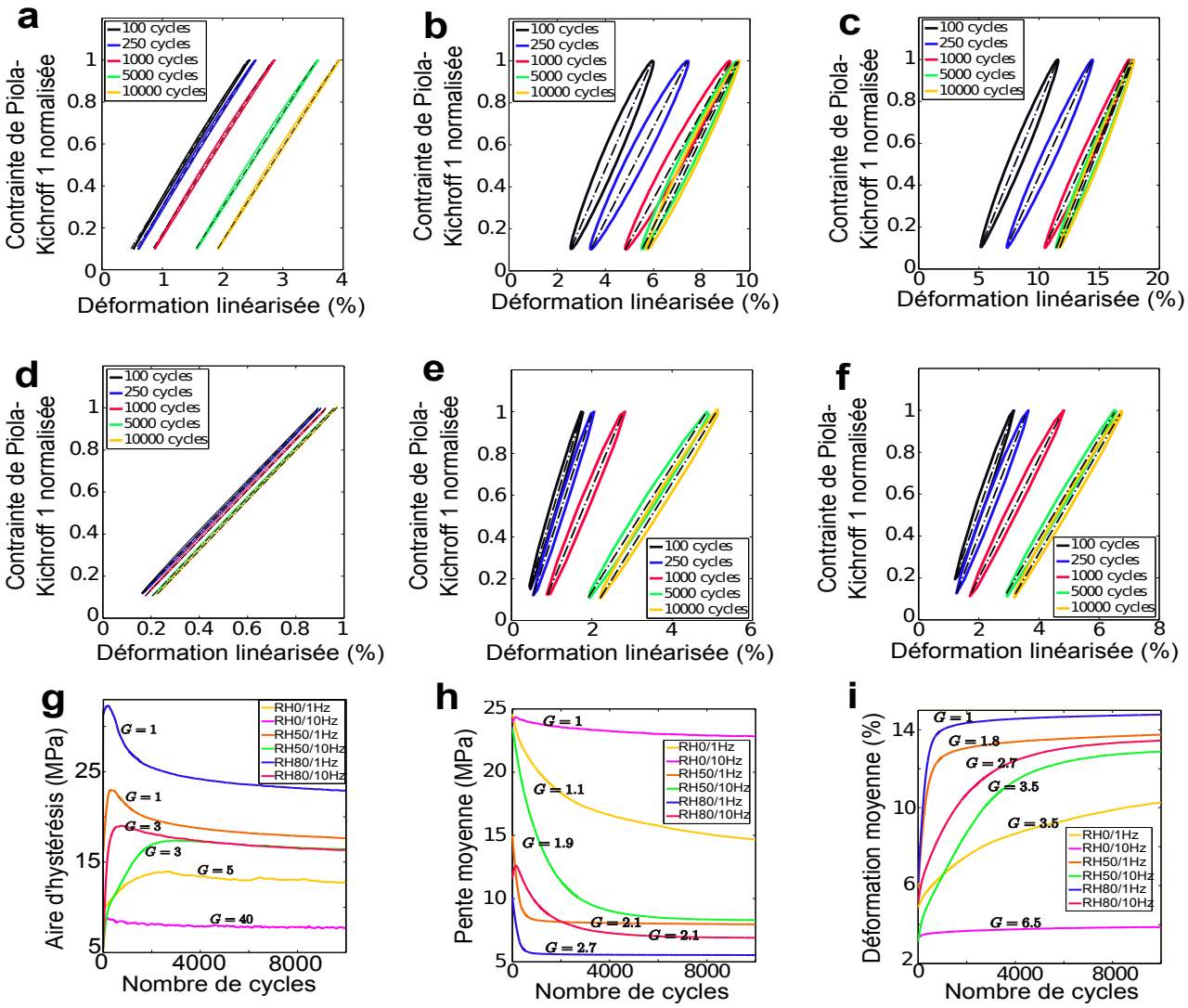

FIGURE 5.4 – *Réponses mécaniques relatives aux essais cycliques réalisés montrant l'effet de fréquence de chargement et de l'humidité relative : (a) RH0/1Hz, (b) RH50/1Hz, (c) RH80/1Hz, (d) RH0/10Hz, (e) RH50/10Hz et (f) RH80/10Hz. Les courbes (g), (h) et (i) représentent les évolutions au cours des cycles de l'aire d'hystérésis, de la pente et de la déformation moyennes. Notons que les contraintes sont normalisées dans chaque essai.*

En fait, ces premières observations montrent que la stabilisation cyclique des 3 paramètres caractérisant la réponse des échantillons n'a jamais vraiment lieu. Même si certains paramètres semblent se stabiliser, ceci ne se produit qu'après quelques centaines de cycles. Toutes ces remarques nous conduisent à considérer que les notions d'adaptation élastique (garante d'une durée de vie infinie) ainsi que celle de d'accommodation anélastique (sou-

vent introduite dans les critères de fatigue), semblent loin d'être vérifiées dans le cas du polyamide 6.6.

5.1.1.2 Réponses thermiques

5.1.1.2.1 Observations thermiques

Les réponses thermiques associées aux échantillons sollicités précédemment ont été aussi étudiées. La FIGURE 5.5 montre les variations de température, moyennées spatialement sur la zone utile, en fonction du nombre de cycles.

Des réponses thermiques, nous retirons les informations suivantes :

- Deux effets thermiques sont visibles sur chacune des réponses : chaque réponse en température peut être vue comme la superposition d'un effet d'auto-échauffement auquel s'ajoute une oscillation de la température qui bat à la même fréquence que le chargement mécanique. L'auto-échauffement a été associé aux effets dissipatifs alors que les oscillations ont été attribuées aux effets de couplages thermomécaniques.
- Dans le cas de faibles fréquences de chargement ($f_s = 1\,Hz$), la FIGURE 5.5 montre une augmentation rapide des variations de la température moyenne par cycle dès le début de chargement. Ces variations atteignent un maximum (le cercle pointillé en noire) avec des valeurs allant de 2.5 °C , 16 °C à 30 °C pour RH0, RH50 et RH80, respectivement. Cette rapide augmentation est à rapprocher de l'évolution rapide des trois paramètres étudiés précédemment caractérisant l'évolution des boucles d'hystérésis.
- On observe une faible diminution des variations de la température moyennes de la partie utile de l'échantillon. Cette légère diminution peut être attribuée au ralentissement des évolutions temporelles des 3 paramètres mécaniques caractérisant la boucle d'hystérésis. En effet, une diminution de la température pourrait être liée à une diminution en intensité des effets dissipatifs et aux réajustements des flux de chaleur échangés entre l'échantillon et l'environnement. Pour les essais à 10 Hz (haute fréquence de chargement) le recul de l'autoéchauffement reste faible par rapport à celui obtenu pour des faibles fréquences de chargement (1 Hz, FIGURE 5.5). Dans le cas des échantillons secs, cette diminution n'a pas lieu comme le montre la FIGURE 5.5.
- On note une influence très marquée de l'humidité relative sur les réponses thermiques. L'ordre de grandeur en termes d'autoéchauffement maximal dans le cas des échantillons secs est d'environ dix fois plus faible que dans le cas des échantillons humides et ceci pour la même gamme de fréquences de chargement et de niveaux de contrainte. Ce résultat est d'une importance cruciale si l'on cherche à étudier la sensibilité thermique du comportement de la matrice polyamide 6.6. Un auto-échauffement d'une trentaine de °C peut, suivant la température initiale du matériau et celle à laquelle s'effectue la transition vitreuse, modifier totalement le comportement du matériau. Une conséquence immédiate en terme de modélisation est que les essais cycliques ne peuvent être considérés comme des essais mécaniques isothermes.
- Les oscillations de température battent soit en phase soit en opposition de phase avec le chargement sinusoïdal en contrainte. Dans les 2 cas, ces oscillations ont été associées à des mécanismes de couplage thermomécaniques forts : l'effet thermoélastique enthalpique ou standard et l'effet thermoélastique entropique ou caoutchoutique.

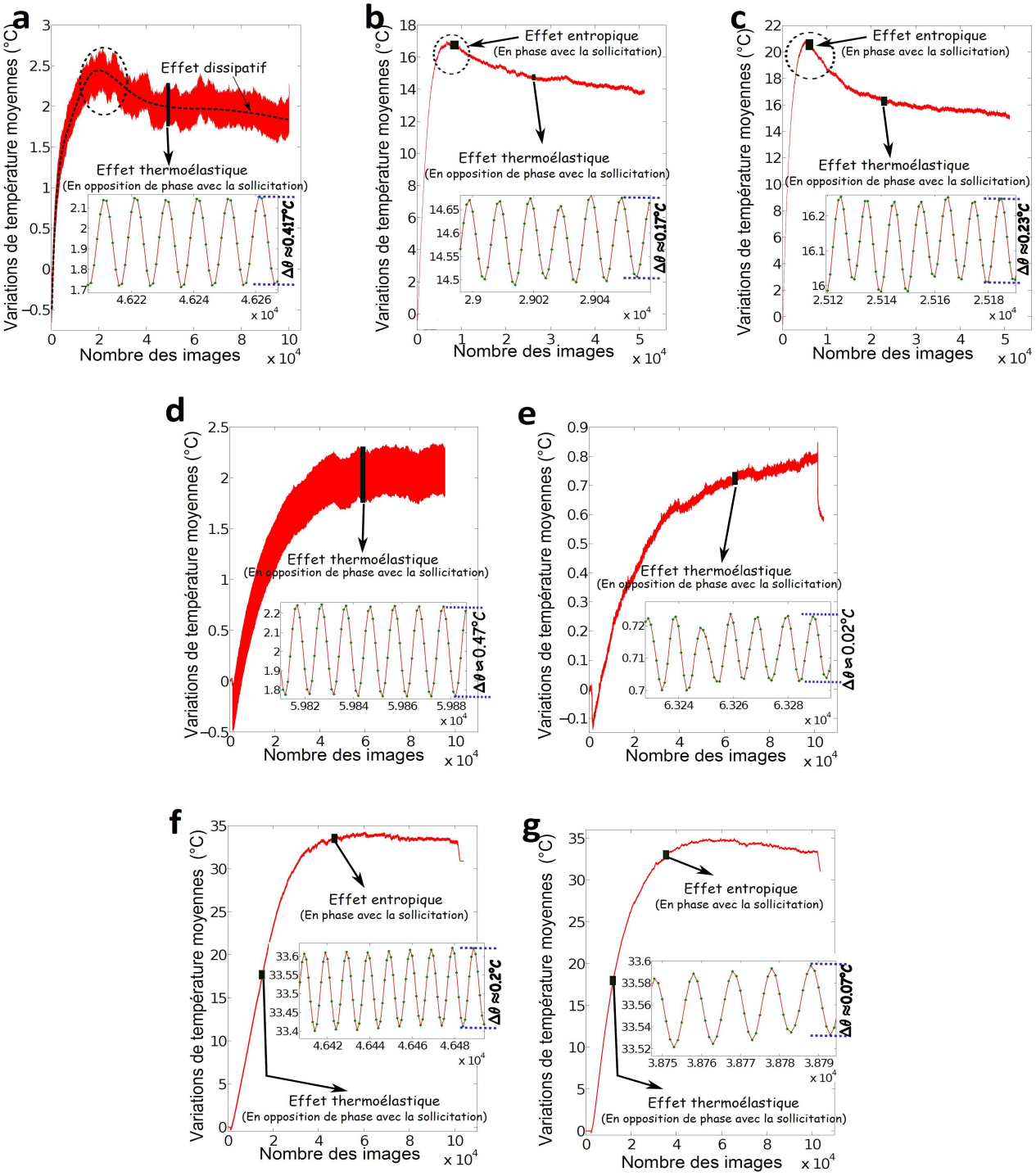

Figure 5.5 – *Réponses thermiques relatives aux essais cycliques réalisés montrant l'effet de fréquence de chargement, de l'humidité relative et du niveau de contrainte : (a) RH0/1Hz, (b) RH50/1Hz, (c) RH80/1Hz, (d) RH0/10Hz/fort niveau de contrainte, (e) RH0/10Hz/faible niveau de contrainte, (f) RH50/10Hz et (g) RH80/10Hz.*

5.1.1.2.2 Discussions relatives aux réponses thermiques

Les effets thermoélastiques standard sont dus au caractère thermodilatable de la matière. Pour un polyamide cela se traduit par le fait que si on le comprime il se réchauffe ou, de façon duale, si on l'étire il se refroidit. Ces effets de couplages thermoélastiques se traduisent par une oscillation de la température à la même fréquence que celle de la sollicitation (ici sollicitation monochromatique). Comme rappelé dans le chapitre 2, la théorie de la thermoélasticité linéaire indique que l'amplitude des variations de la source de couplage thermoélastique ainsi que l'amplitude des variations de température doivent varier linéairement en fonction de l'amplitude de contrainte. La distribution spatiale de ces couplages thermoélastiques permet donc de tirer des informations utiles sur la distribution des contraintes au sein de l'échantillon sollicité (voir analyse locale des mesures de champs, deuxième partie de ce chapitre).
L'élasticité caoutchoutique, également nommée «élasticité entropique», est due à l'orientation/désorientation des chaînes macromoléculaires lors du chargement cyclique, ce qui conduit les polymèristes à introduire la notion d'une oscillation réversible de l'entropie conformationnelle associée à une oscillation de température en phase avec le signal de chargement monochromatique.
Une compétition entre ces deux couplages thermomécaniques a déjà été mentionnée et associée à ce que l'on nomme l'«inversion thermoélastique», d'abord observée par Joule en 1857 puis plus tard modélisée par Anthony et al. en 1942 [Anthony *et al.*, 1942].
Plusieurs approches physiques ont été développées pour décrire l'hyperélasticité caoutchoutique. Comme études pionnières on peut citer les travaux de Treloar en 1973 et 1975 [Treloar, 1973, Treloar, 1975]. Dans ces travaux, un modèle basé sur la théorie statistique moléculaire a été développé dans lequel la contrainte est proportionnelle à la température. Plusieurs autres théories constitutives ont été par la suite développées, cf. les travaux de Flory et Erman en 1982 [Flory et Erman, 1982], Chadwick et Creasy en 1984 [Chadwick et Creasy, 1984] et Arruda et Boyce en 1993 [Arruda et Boyce, 1993].
Dans la suite, nous proposons une façon simple de rendre compte de l'effet d'inversion thermoélastique, c'est-à dire de la superposition des 2 effets de couplage.

5.1.1.3 Quelques commentaires sur l'inversion thermoélastique

Nous définissons l'inversion thermoélastique comme étant une simple superposition de la thermoélasticité standard et de l'élasticité entropique. On utilise le formalisme des matériaux standards généralisés (GSM) pour introduire cet effet d'inversion thermoélastique [Halphen et Nguyen, 1975]. Dans leur thèse, Saurel [Saurel, 1999] puis Honorat [Honorat, 2006] avaient choisi de quitter le cadre strict de l'élasticité pour introduire une variable d'état supplémentaire appelée déformation caoutchoutique. Les détails sur cette approche sont donnés ci-après.
De façon simple, le modèle caoutchoutique se fonde sur l'analogie du gaz parfait, formulée par Treloar en 1975 [Treloar, 1975] et concernant la forme de l'énergie interne e_c d'un matériau élastique entropique. Par construction, cette énergie interne pour un milieu élastique est une fonction de l'entropie et de la déformation, mais expérimentalement, les valeurs ne dépendent que de la température absolue. On note $\tilde{e}(T)$ cette dépendance :

$$e_c(s, \boldsymbol{\varepsilon}) = \tilde{e}(T). \tag{5.1}$$

Or, la température absolue est définie par $T = e_{c,s}$ et la partie réversible du tenseur de contrainte par $\boldsymbol{\sigma}^r = \boldsymbol{e}_{c,\boldsymbol{\varepsilon}}$. Rappelons que dans le cadre de la thermoélasticité, aucune dissipation intrinsèque ne peut se produire de sorte que la contrainte irréversible $\boldsymbol{\sigma}^{ir}$ est nulle. Par conséquent, la contrainte réversible $\boldsymbol{\sigma}^r$ peut être identifiée à la contrainte $\boldsymbol{\sigma}$. La dérivée temporelle de l'énergie interne spécifique donne :

$$\dot{e}_c = T\dot{s} + \boldsymbol{\sigma} : \dot{\boldsymbol{\varepsilon}} = \tilde{e}^{'}\dot{T}. \tag{5.2}$$

Le symbole $\boldsymbol{x}^{'}$ désigne la dérivée de $\boldsymbol{x}$ par rapport à la température absolue T.
En introduisant l'énergie libre spécifique de Helmholtz pour les matériaux caoutchoutiques $\psi_c = e_c - Ts$, la dérivée temporelle de l'entropie spécifique $s = -\left(\psi_c\right)_{,T}$ donne :

$$\dot{s} = -\left(\psi_c\right)_{,T,T}\dot{T} - \left(\psi_c\right)_{,\boldsymbol{\varepsilon},T} : \dot{\boldsymbol{\varepsilon}} \tag{5.3}$$

Si on injecte Eq. (5.3) dans Eq. (5.2), il vient que :

$$\underbrace{\left(\tilde{e}^{'} - C_{\boldsymbol{\varepsilon}}\right)}_{(\mathcal{E}_1)}\dot{T} - \underbrace{\left(Ts_{,\boldsymbol{\varepsilon}} + \boldsymbol{\sigma}\right)}_{(\mathcal{E}_2)} : \dot{\boldsymbol{\varepsilon}} = 0 \tag{5.4}$$

Si Eq. (5.4) est égale à zéro, quel que soit le processus thermoélastique envisagé (i.e. $\forall\left(\dot{T}, \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}\right)$), les expressions $\mathcal{E}_1$ et $\mathcal{E}_2$ doivent être identiquement nulles. L'équation $\mathcal{E}_1$ indique que la chaleur spécifique $C_{\boldsymbol{\varepsilon}}$ est fonction uniquement de la température. La seconde équation montre que la contrainte d'un polymère, dont le comportement tend vers celui du caoutchouc, est proportionnelle à la température. Cette relation est de même forme que celle de la théorie statistique macromoléculaire introduite par Treloar en 1973 [Treloar, 1973] (cf. le dernier terme de Eq. (2.46)).
Comme $T\left(\psi_c\right)_{,\boldsymbol{\varepsilon},T} = \left(\psi_c\right)_{,\boldsymbol{\varepsilon}}$, on peut facilement démontrer que l'énergie libre spécifique ψ_c peut prendre la forme générale suivante :

$$\psi_c\left(T, \boldsymbol{\varepsilon}\right) = T\mathcal{K}_1\left(\boldsymbol{\varepsilon}\right) + \mathcal{K}_2\left(T\right) \tag{5.5}$$

où $\mathcal{K}_1$ et $\mathcal{K}_2$ sont des fonctions d'intégration. Le choix de cette énergie libre entropique satisfait à la fois Eq. (5.2) et Eq. (5.4)-$\mathcal{E}_2$.
La fonction $\mathcal{K}_1$ peut être déterminée, par exemple via le modèle gaussien. Quant à la fonction d'intégration $\mathcal{K}_2$, elle peut être déterminée en supposant que la chaleur spécifique $C_{\boldsymbol{\varepsilon}}$ reste constante au voisinage de l'équilibre thermique. Cela reste valable si l'on considère que les variations d'énergie libre restent directement liées aux variations de température. Notons que les mécanismes microstructuraux des chaînes du polymère tels que les mouvements locaux (les réticulations, les enchevêtrements) ne rentrent pas dans le cadre de cette approche. Leur prise en compte réclame l'introduction de nouvelles variables d'état descriptives de l'évolution microstructurale et d'autres formes de potentiels. Par exemple, l'approche d'Edwards et Vilgis a été utilisée par Billon [Billon, 2012] pour prédire le comportement dynamique du polyamide 6.6 aux grandes déformations. Elle est actuellement adaptée, au sein du groupe Durafip, aux petites déformations, pour mieux prédire le comportement cyclique de la matrice polyamide. Dans l'approche suivie ici, l'énergie libre, considérée dans Eq. (5.5) a été dérivée du modèle affine de Flory [Flory et Rehner, 1943], qui ne prend pas en compte une limitation en terme d'extensibilité des chaînes. Cependant, nous

avons estimé que ce modèle pourrait donner des résultats satisfaisants pour les gammes de déformations modérées.
La part de l'énergie libre du polyamide 6.6 dédiée aux couplages thermomécaniques a donc été définie comme étant une somme de l'énergie libre ψ_{the} d'un matériau thermoélastique standard et celle d'un matériau caoutchouc ψ_c. Lorsqu'on considère une mesure logarithmique de déformation type Hencky, on suppose que le tenseur de déformation totale peut être décomposé en une partie élastique ε_e et une partie caoutchoutique ε_c, comme c'est le cas pour n'importe quel modèle en série. Pour un modèle unidimensionnel d'une transformation caoutchoutique incompressible, l'énergie spécifique globale peut alors s'écrire sous la forme suivante :

$$\psi\left(\theta,\varepsilon,\varepsilon_c\right)=\underbrace{\frac{1}{2}E\left(\varepsilon-\varepsilon_c-\alpha_{th}\theta\right)^2-\overbrace{\frac{1}{2}\left(\frac{\rho C}{T_a}+E\alpha_{th}^2\right)\theta^2}^{\psi_c}+\mathcal{K}_c\left(\theta+T_a\right)\left(\frac{e^{2\varepsilon_c}}{2}+e^{-\varepsilon_c}-\frac{3}{2}\right)}_{\psi_{the}} \tag{5.6}$$

où E représente le module d'élasticité, α_{th} est le coefficient de dilatation thermique et $\theta = T - T_a$ sont les variations de la température courante T, où T_a représente la température ambiante et $\mathcal{K}_c$ une constante caractéristique du matériau.
Si on reste en accord avec ce qui précède, les sources de chaleur peuvent donc être déduites de Eq. (5.6). En utilisant le modèle 0D de diffusion de la chaleur simplifiée introduit dans le chapitre 4, la nouvelle équation de la chaleur devient :

$$\rho\left(\dot{\theta}+\frac{\theta}{\tau_{th}^{0D}}\right)=-E\alpha_{th}T\left(\dot{\varepsilon}-\dot{\varepsilon}_c\right)+\mathcal{K}_cT\left(e^{2\varepsilon_c}-e^{-\varepsilon_c}\right)\dot{\varepsilon}_c \tag{5.7}$$

Deux sources de couplage interviennent dans le membre de droite de l'équation de diffusion de chaleur. La première source caractérise les effets thermoélastiques standard tandis que la seconde porte sur les effets entropiques.
Si les variations de température restent très faibles par rapport à la température absolue (approximation isotherme), on peut montrer que les sources de couplages moyennées sur un cycle mécanique complet restent proches de zéro :

$$\lim_{\substack{T(\tau)\to T_a\\ \forall\tau\in\left[t,t+\frac{1}{f_s}\right]}}\left\langle\int_t^{t+\frac{1}{f_s}}s_{ctm}\,d\tau\right\rangle=0 \tag{5.8}$$

Pour un polyamide 6.6, on supposera que cette énergie moyenne induite par les couplages thermomécaniques reste faible devant la taille de la boucle d'hystérésis. Mais, une fois encore, une valeur nulle ou négligeable sur un cycle ne veut pas dire que les amplitudes des sources associées le sont. Bien au contraire, l'étendue des sources de couplage thermoélastique peut être de l'ordre cent fois plus grande que l'intensité des dissipations mis en jeu en moyenne sur cycle de chargement. Ceci a déjà été observé sur les alliages métalliques [Berthel *et al.*, 2008] mais ne peut être généralisé, *a priori*, à tout type de matériaux. Par exemple, pour des alliages particuliers comme les alliages à mémoire de forme monocrystallin, sièges de transformation martensitique du 1er ordre, il a été montré que ces mécanismes de couplage pouvaient même être à l'origine de l'existence d'une boucle d'hystérésis mécanique surtout quand un mécanisme de couplage fort se localise le long de front mobile [Vigneron, 2009, Chrysochoos, 2012]. Ce qui amplifie terriblement les effets d'hystérésis à l'échelle de la "structure-éprouvette".

5.1.1.4 Réponses énergétiques

Les réponses énergétiques cycliques associées à la matrice polyamide 6.6 sont présentées et discutées dans ce paragraphe. Les bilans sont naturellement tirés des essais précédemment étudiés sur les plans mécanique et thermique. Dans chaque essai, le bilan énergétique sur une zone matérielle correspondant à la partie utile de l'échantillon est établi et les données énergétiques sont présentées moyennées sur un cycle, les puissances associées correspondent aux puissances moyennes par cycle. Ceci permet d'estimer, tout particulièrement, les dissipations moyennes par cycle à partir de la chaleur mise en jeu, sachant que l'on néglige sur un cycle les chaleurs induites par les mécanismes de couplage. En contrepartie, l'importance relative des sources de couplage est montrée via leur étendue sur un cycle.

5.1.1.4.1 Taux d'énergie de déformation et puissance moyenne dissipée

Le taux d'énergie de déformation moyen par cycle mécanique $\tilde{\mathcal{W}}'_{def}$ a été calculé, ainsi que le taux moyen associé à l'énergie dissipée. Comme il l'a été souligné auparavant, la puissance élastique moyenne sur un cycle complet $\tilde{\mathcal{W}}'_{e}$ est négligée, ce qui fait que l'énergie $\tilde{\mathcal{W}}'_{def}$ s'identifie à sa partie anélastique :

$$\tilde{\mathcal{W}}'_{def} \approx \tilde{\mathcal{W}}'_{an} \tag{5.9}$$

Le taux moyen d'énergie de déformation par cycle est calculé à partir des données expérimentales fournies par la machine de fatigue via l'expression suivante (cf. chap. 4) :

$$\tilde{\mathcal{W}}'_{def} = f_s \mathcal{R} \frac{\int_{cycle} f \, dl_e}{\mathcal{V}_{ZU}} \tag{5.10}$$

Les sources dissipatives moyennes sur un cycle sont calculées via la forme intégrée de l'équation de diffusion de la chaleur moyennée sur la partie utile considérée et sur le temps d'un cycle charge-décharge. Ainsi, la dissipation intrinsèque moyenne sur un cycle complet et divisée par ρC, est calculée en utilisant l'expression suivante :

$$\frac{\tilde{\mathcal{D}}_1}{\rho\, C} = f_s \int_{(\varsigma-1)/f_s}^{\varsigma/f_s} \frac{\mathcal{D}_1}{\rho\, C} \, d\tau, \tag{5.11}$$

où ς représente le numéro du cycle étudié.
Le bruit des mesures brutes en température (de l'ordre du 1/10 de degré) ne permet pas d'estimer directement les sources, les opérations de dérivation amplifiant trop fortement les effets du bruit. Les opérations de dérivation indiquées dans Eq. (4.37) sont effectuées après un lissage spatiotemporel utilisant des fonctions polynomiales locales basées sur la méthode des moindres carrées [Berthel *et al.*, 2008]. Si ces méthodes de lissages sont essentielles pour calculer proprement les sources de chaleur, elles restent couteuses en terme de temps de calcul et demeurent délicates à régler suivant les situations.

5.1.1.4.2 Bilans de puissance globaux

Le bilan énergétique a été réalisé dans un premier temps pour une fréquence de chargement de 1Hz, pour celle de 10Hz, puis pour deux niveaux de contraintes différents. Les bilans de

puissances moyennes sont tracés aux FIGURE 5.6 et FIGURE 5.7. La courbe noire correspond au taux moyen d'énergie de déformation, la courbe verte représente la puissance moyenne bloquée et la courbe rouge indique la dissipation intrinsèque moyenne par cycle. Toutes les puissances et énergies ont été tracées en fonction du nombre de cycles. On peut noter que les puissances ont été divisées par ρC et sont donc exprimées en °C.s^{-1} afin de définir, pour chaque puissance, une vitesse d'auto-échauffement équivalente facilitant la comparaison entre termes d'un même bilan énergétique et d'une situation à une autre.

Observations :

1. «faibles» fréquences de chargement :

Dans le cas des faibles fréquences de chargement ($f_s = 1$ Hz), les niveaux de répartition des puissances dissipée et bloquée changent d'un matériau sec à un matériau humide. Dans tous les essais étudiés, la dissipation intrinsèque moyenne par cycle est prédominante devant la puissance bloquée moyenne par cycle. Cette dissipation commence à augmenter brusquement dès le début de chargement puis se stabilise après quelques centaines de cycles, avec une proportion d'environ 73% pour l'échantillon sec (cf. FIGURE 5.6 (a)), 90% pour l'échantillon conditionné à RH50 (cf. FIGURE 5.6 (b)) et 82% pour l'échantillon humide conditionné à RH80 (cf. FIGURE 5.6 (c)).

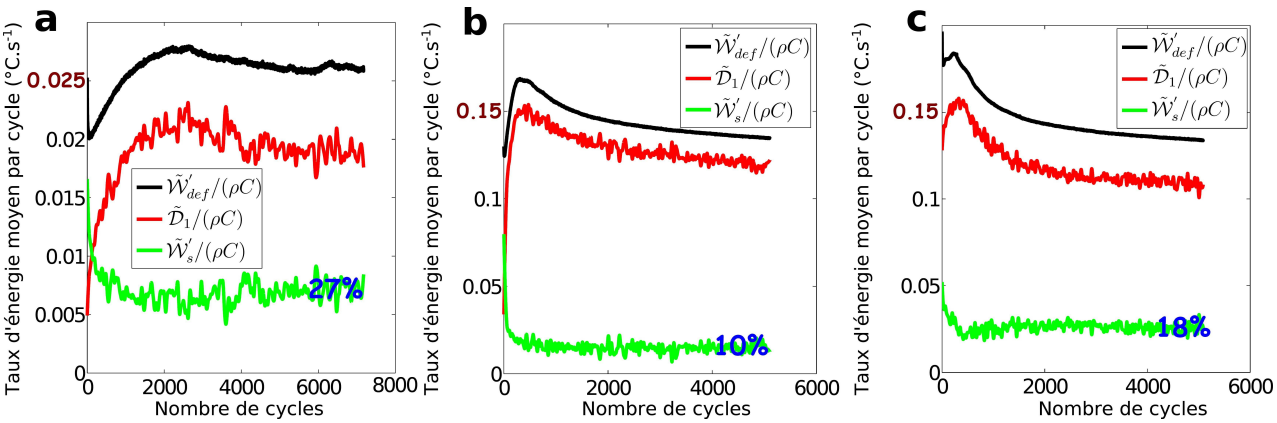

FIGURE 5.6 – *Réponses énergétiques relatives aux essais cycliques réalisés sur une fréquence de chargement de 1 Hz montrant l'effet de l'humidité relative : (a) RH0/1Hz, (b) RH50/1Hz, (c) RH80/1Hz. Le rapport de charge est égal à 0.1. Le rapport géométrique $\mathcal{R}$ vaut 0.437 tandis que le volume de la zone utile $\mathcal{V}_{ZU}$ est de l'ordre de 753 mm^3.*

2. «fortes» fréquences de chargement :

Dans le cas des fortes fréquences de chargement ($f_s = 10$ Hz), la forme du bilan énergétique change complètement, comme le montre la FIGURE 5.7. Pour un échantillon sec (RH0), la puissance bloquée moyennée par cycle est plus importante que la dissipation intrinsèque (cf. FIGURE 5.7 (a)). Cette puissance bloquée présente à la fin d'essai une proportion moyenne d'environ 75%. Pour des échantillons humides conditionnés à RH50 et RH80, les résultats montrent que les valeurs de la puissance bloquée diminuent au début du chargement puis

se stabilisent progressivement vers des proportions de l'ordre de 50%, à partir des 2500 cycles. En comparant les réponses énergétiques des échantillons secs et humides, on remarque qu'au-delà d'un certain niveau d'humidité relative les puissances semblent ne plus être affectées par la variation de la teneur en eau, comme peut l'indiquer les deux expériences des échantillons humides (RH50 et RH80, voir FIGURE 5.7 (b-c)). Pour les échantillons conditionnés à RH50, la dissipation intrinsèque moyennée par cycle augmente au début de chargement, puis se stabilise après les premiers cycles avec un rapport énergétique proche de 50% (cf. FIGURE 5.7 (b)). Ce rapport est le même obtenu dans le cas des échantillons conditionnés à RH80 (cf. FIGURE 5.7 (c)).

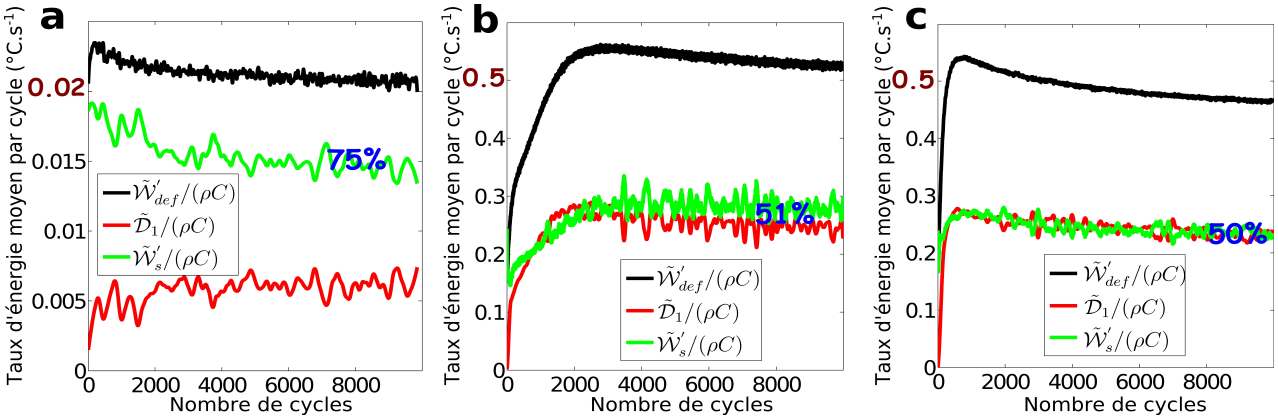

FIGURE 5.7 – *Réponses énergétiques relatives aux essais cycliques réalisés sur une fréquence de chargement de 10 Hz montrant l'effet de l'humidité relative : (a) RH0/1Hz, (b) RH50/1Hz, (c) RH80/1Hz. Le rapport de charge est égal à 0.1. Le rapport géométrique $\mathcal{R}$ vaut 0.437 tandis que le volume de la zone utile $\mathcal{V}_{ZU}$ est de l'ordre de 753 mm^3.*

Discussions :

L'influence de la fréquence de chargement et de la teneur en eau sur la forme du bilan énergétique peut-être récapitulée et généralisée de la façon suivante :

- ◇ Les «hautes » fréquences favorisent le stockage contrairement aux «faibles» fréquences qui permettent à la matrice de dissiper. Les résultats énergétiques soulignent ainsi l'aptitude de la matrice de polyamide sèche, à fortes fréquences de chargement, à stocker en son sein une partie importante (75%) de la puissance mécanique fournie pour sa déformation. Pour les échantillons humides conditionnés à RH50 et RH80, ce taux chute jusqu'à 50%, ce qui montre qu'à ces fréquences, les cycles mécaniques ne peuvent être assimilés à des cycles thermodynamiques.
- ◇ Un échantillon humide dissipe plus qu'un échantillon sec, sachant qu'au delà d'un certain taux d'humidité, son influence sur le niveau de dissipation saturera autour des 50%. Ceci indique que le matériau a de plus en plus de difficultés à stocker de l'énergie, il dissipe de plus en plus lorsque sa teneur en eau augmente.

Pour récapituler ce qui précède, notre ressenti après ces premières campagnes d'essais est que d'une manière générale, plus on se rapproche de fortes teneurs en eau et plus le matériau dissipe de l'énergie. De façon aussi générale, plus la fréquence de sollicitation est élevée

et plus le matériau semble avoir tendance à stocker de l'énergie.

3. Le niveau de contrainte influence-t-il la forme du bilan énergétique ?

Comme le polyamide 6.6 est souvent utilisé dans des applications industrielles pour lesquelles les conditions de chargement sont extrêmement complexes, une attention particulière a été aussi accordée à l'influence des niveaux de contrainte sur la forme du bilan énergétique de la matrice PA6.6. Ci-après, deux niveaux de contrainte (on parlera schématiquement, toujours dans le même esprit, d'un niveau «élevé» et d'un autre dit «faible») sont considérés pour un même rapport de contrainte R_σ égal à 0.1.
Les résultats dans la FIGURE 5.8 montrent la forme du bilan énergétique associé à une matrice de polyamide 6.6 sèche soumise à des niveaux de chargement en contrainte cyclique différents : un niveau de contrainte élevé (FIGURE 5.8 (a)) et un niveau de contrainte faible (FIGURE 5.8 (b)), pour une fréquence de chargement de 10Hz.
Les résultats montrent que la proportion de puissance bloquée moyennée par cycle varie lé-

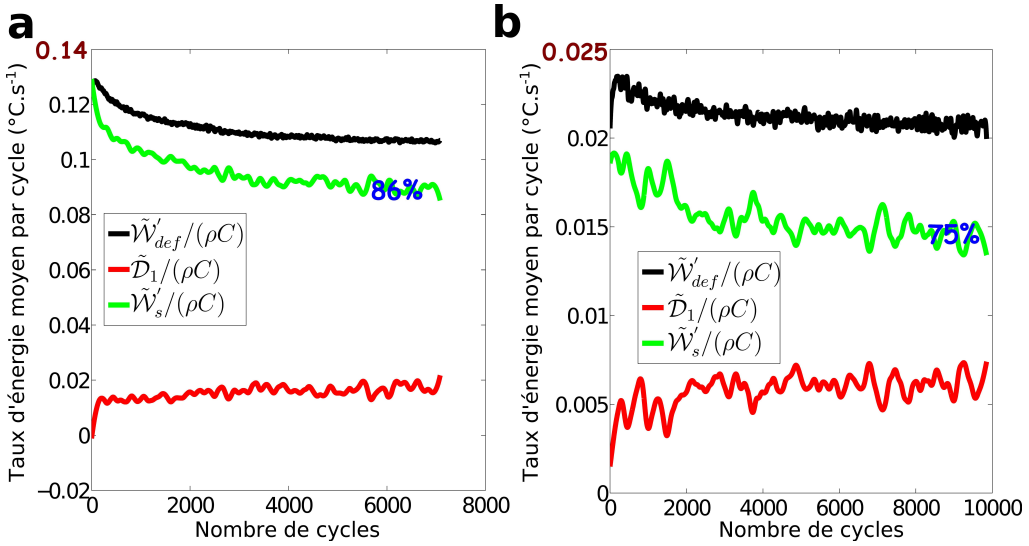

FIGURE 5.8 – *Réponses énergétiques relatives aux essais cycliques réalisés sur deux niveaux de contrainte : (a) un niveau de contrainte élevé et (b) un niveau de contrainte faible. Le rapport de charge vaut 0.1 et la fréquence de sollicitation est égale à 10Hz. Le rapport géométrique $\mathcal{R}$ vaut 0.437 tandis que le volume de la zone utile $\mathcal{V}_{ZU}$ est de l'ordre de 753 mm^3.*

gèrement avec le niveau de contrainte. Pour des faibles niveaux de contrainte, la proportion de la puissance bloquée se stabilise autour de 75%. Pour des niveaux élevés de contrainte, cette proportion de puissance bloquée prend une valeur moyenne d'environ 86%. Notons que dans les deux cas, la puissance bloquée moyenne par cycle reste très supérieure à la dissipation intrinsèque moyennée par cycle (resp. 75% et 86% à faible et haut niveau de contrainte), et ceci durant tous les essais. Elle diminue toutefois en début de chargement cyclique, pour se stabiliser ensuite après un nombre de cycles, de l'ordre environ 4000 cycles. On peut en conclure que pour les échantillons secs, les taux de l'énergie bloquée restent très élevés même pour de faibles niveaux de contrainte. La forme du bilan énergétique reste inchangée et les niveaux de répartition des puissances dissipée et bloquée restent proches dans les deux essais (haut et faible niveaux de contrainte). Cependant, il semble intéres-

sant de noter que ces résultats sont associés à la matrice sèche. Il est tout aussi intéressant d'examiner, dans le cas de la matrice humide, l'effet de contrainte sur la forme du bilan énergétique.

4. Ordres de grandeur des taux d'énergie pour les différents taux d'humidité

Une comparaison des puissances moyennes mises en jeu par les échantillons secs et humides est proposée ci-après. Les données sur la FIGURE 5.9 représentent les valeurs moyennes par cycle de la dissipation intrinsèque (FIGURE 5.9 (a)), de la puissance bloquée (FIGURE 5.9 (b)) et de la puissance de déformation représentée par l'aire d'hystérésis mécanique (FIGURE 5.9 (c)), respectivement.

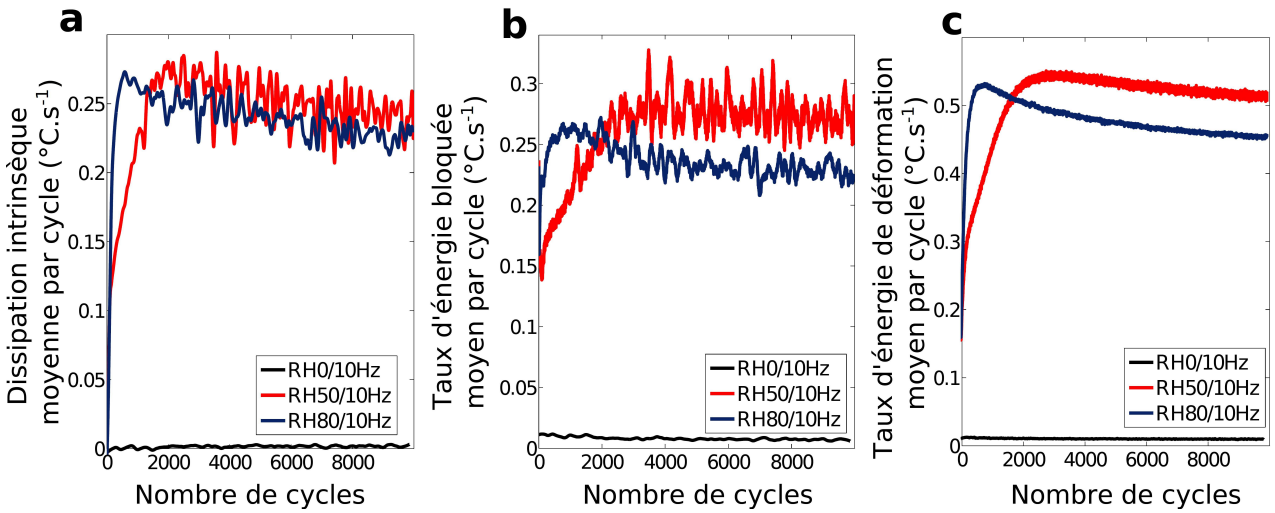

FIGURE 5.9 – *Évolutions temporelles relatives aux (a) dissipations intrinsèques moyennes par cycle, (b) taux d'énergie bloqué moyen par cycle et (c) taux d'énergie de déformation moyen par cycle pour les trois échantillons conditionnés soumis à une fréquence de chargement de 10Hz. Le rapport de charge est égal à 0.1.*

De cette figure, nous remarquons que plus le niveau d'humidité relative est élevé plus sont élevés les ordres de grandeurs de la dissipation intrinsèque, de la puissance bloquée et de la puissance de déformation moyennes par cycle. Ce qui n'est pas surprenant vu ce qui avait été constaté sur l'évolution de la taille des boucles d'hystérésis avec l'humidité. Les taux des énergies bloquée et dissipée sont nettement plus élevés dans le cas des échantillons conditionnés en humidité (RH50 et RH80) que dans le cas des échantillons secs. En effet, dans le cas des échantillons humides, les valeurs associées au taux d'énergie bloquée sont vingt fois plus élevées que ceux associés aux échantillons secs. Les mêmes tendances peuvent être observées pour la dissipation intrinsèque et le taux de l'énergie de déformation moyens par cycle. Ces deux grandeurs énergétiques prennent des valeurs de l'ordre de 0.25 °C.s^{-1} et 0.5 °C.s^{-1} pour l'échantillon humide conditionné à RH80, et de 0.27 °C.s^{-1} et 0.55 °C.s^{-1} pour l'échantillon humide conditionné à RH50, respectivement. Toutefois, pour les échantillons secs, les valeurs sont de l'ordre de 0.015 °C.s^{-1} et de 0.023 °C.s^{-1}.

5. Vers un critère énergétique de fin de vie

Les expériences jusqu'ici ont montré un taux d'énergie de déformation supérieur à la puissance calorifique induite par la dissipation. Dans certaines situations, notamment en fin de vie de l'éprouvette, il a été détecté une puissance dissipée plus grande que la puissance mécanique moyenne par cycle, suggérant du même coup une libération d'énergie interne bloquée dans le matériau. La FIGURE 5.10 montre le cas d'un échantillon sec de la matrice de polyamide 6.6 qui présente, après un certain nombre de cycles, une puissance dissipée dépassant la puissance mécanique. Les images thermiques et cinématiques ont été enregistrées jusqu'à rupture finale de l'échantillon (5403 cycles), ce qui nous a permis d'étudier la cinétique du bilan énergétique à proximité de la rupture macroscopique. Sur cette figure, la proportion de puissance bloquée décroit de manière significative avec le nombre des cycles. Les valeurs moyennes de la puissance bloquée sont élevées au début de chargement, puis diminuent considérablement durant l'essai, jusqu'à ce qu'elles atteignent des valeurs négatives à la fin du chargement. Il convient de noter que des résultats similaires à ceux obtenus ici ont été présentés, parfois depuis longtemps, dans la littérature. Citons par exemple les travaux de Dillon [Dillon, 1966], ceux, plus récents, de Rittel [Rittel, 1999] sur les polymères, ou encore d'Oliferuk et al. [Oliferuk *et al.*, 2001] sur des alliages métalliques.

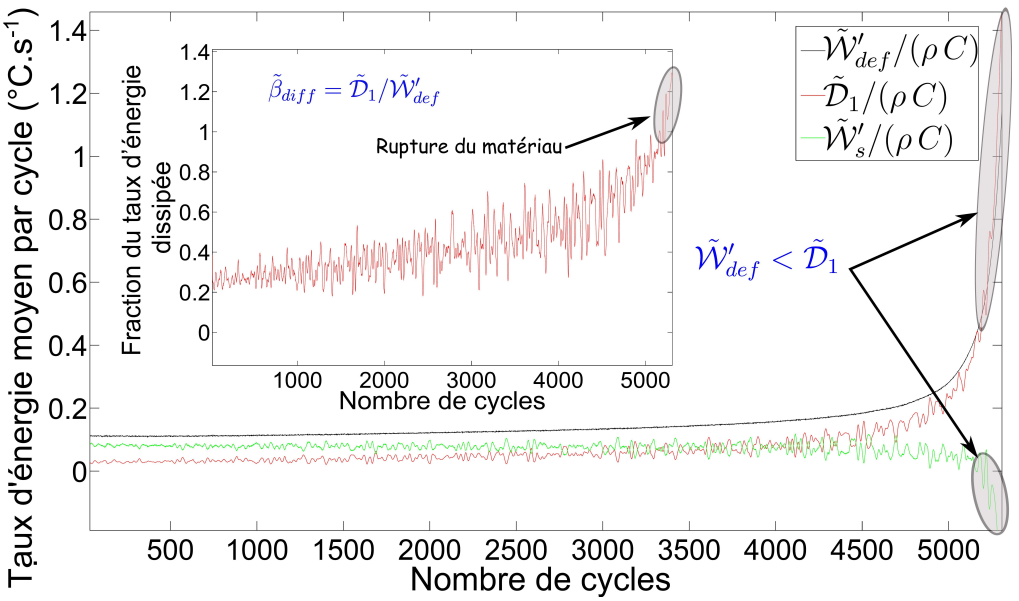

FIGURE 5.10 – *Bilan de puissance moyenne par cycle de la matrice polyamide 6.6 sèche soumise à une fréquence de chargement de 10Hz, du début de l'essai jusqu'aux derniers cycles devançant la rupture macroscopique. Le rapport de charge est égal à 0.1, le rapport géométrique $\mathcal{R}$ vaut 0.48, tandis que le volume de la zone utile $\mathcal{V}_{ZU}$ est de l'ordre de 848 mm^3.*

Il convient aussi de considérer ce type de résultats avec une certaine prudence. En effet, la première hypothèse à la base du traitement des données thermomécaniques est celle qui prétend que la réponse moyenne de la partie utile de l'éprouvette reste proche et représentative de la réponse du matériau. En d'autres termes, on suppose que les effets géométriques, les effets de localisation, restent faibles et négligeables. Les outils photomécaniques déve-

loppés nous ont permis de vérifier avec une certaine assurance ce type d'hypothèse tant sur le plan cinématique que calorimétrique (cf. Chapitre 4). Nous reviendrons une fois encore sur ce point important à la section 5.2.

5.1.2 Composites renforcés de fibres de verre

5.1.2.1 Matériaux d'étude

Les matériaux utilisés par la suite ont été fabriqués à partir des plaques injectées de polyamide 6.6 renforcé à 30% en masse de fibres de verre E courtes. Les plaques ont été fabriquées par un procédé de moulage par injection. Les granules de polyamide 6.6 chargées de fibres de verre ont été obtenues par compoundage (mélange extrudeuse). Pour la mise en forme, elles ont été chauffées au-dessus de la température de fusion (255 °C), puis injectées dans un moule en forme de plaque. Les dimensions des plaques sont les mêmes que celles de la matrice polyamide 6.6. Sur chaque plaque, entre 4 et 6 éprouvettes peuvent y être découpées suivant l'angle (0°, 45° et 90°) que fait les fibres par rapport à l'axe principal, ici Oy (voir Figure 5.11). Toutes les éprouvettes ont été par la suite conditionnées suivant les trois procédures de conditionnement mentionnées précédemment (cf. § 5.1.1). Les propriétés thermophysiques des composites sont résumées dans le Tableau 5.2.

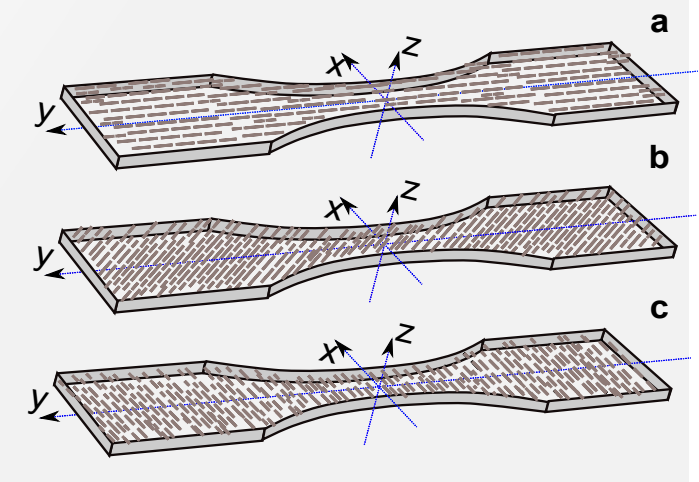

Figure 5.11 – *Illustration des différents angles d'orientation des fibres : (a) 0°, (b) 45° et (c) 90°.*

Tableau 5.2 – *Propriétés thermophysiques des composites. Les masses volumiques ρ ont été calculées par pycnométrie, le coefficient de dilatation thermique α_{th} a été mesuré via un dilatomètre Netzsch DIL 402C alors que les propriétés thermiques (capacité calorifique C, conductivité k et diffusivité D thermiques) ont été déterminées grâce à un analyseur thermique Hot Disk.*

Matériau	ρ (kg.m^{-3})	C (J.kg^{-1}.°C^{-1})	k (W.m^{-1}.°C^{-1})	α_{th} (10^{-6} °C^{-1})	D (mm^2.s^{-1})
Renforcé à 0°	1370 ± 30	1610 ± 42	52 ± 13	0.392 ± 0.002	0.242 ± 0.007
Renforcé à 45°	1370 ± 30	1613 ± 63	49 ± 13	0.397 ± 0.003	0.247 ± 0.009
Renforcé à 90°	1370 ± 30	1629 ± 28	76 ± 13	0.400 ± 0.004	0.246 ± 0.008

5.1.2.2 Réponses mécaniques

Les propriétés mécaniques cycliques des matériaux composites renforcés de fibres de verre ont été également déduites des boucles d'hystérésis construites grâce aux courbes mécaniques de contrainte de Piola Kichroff 1 *vs* déformation linéarisée. La FIGURE 5.12 montre les réponses mécaniques associées aux composites de polyamide 6.6 renforcés de fibres de verre courtes. Les boucles d'hystérésis sont tracées pour différents cycles de fatigue allant de 10 cycles jusqu'à 8500 cycles. Les trois états hygrothermiques (RH0, RH50 et RH80) ainsi que les trois configurations des fibres (0°, 45° et 90°) ont été pris en compte afin de mettre en évidence l'effet de la teneur en eau et l'orientation des fibres sur les réponses mécaniques des composites. Dans un premier temps, les expériences ont été réalisées aux faibles fréquences de chargement (1Hz) puis aux fortes fréquences (10Hz). Dans la suite, on se contente d'examiner les réponses mécaniques issues des essais réalisés à 1Hz. Quant aux réponses mécaniques de 10Hz elles seront exposées dans l'annexe B. Pour alléger l'exposé des résultats, les tendances observées allant dans le même sens que celles observées de 1 à 10 Hz pour le PA6.6 non renforcé.

De manière générale, les résultats montrent l'effet de l'orientation des fibres et de la teneur en eau sur les réponses mécaniques des composites étudiés. Les formes de boucles d'hystérésis associées aux composites secs renforcés par des fibres orientées dans la direction longitudinale sont fortement différentes de celles associées aux composites humides avec des fibres transverses. De plus, les réponses mécaniques montrent un effet de rochet cyclique bien marqué dans quelques composites, caractérisé par une non stabilisation des boucles d'hystérésis. Pour une contrainte moyenne non nulle, les boucles d'hystérésis ne se stabilisent pas avec le nombre des cycles mécaniques, il n'y a alors aucune adaptation élastique ou anélastique. L'effet de rochet est très dépendant de la configuration des fibres, ainsi que de l'humidité relative. Il est par exemple très prononcé pour les composites humides à fibres de verre orientées à 45°et/ou à 90°(cf. par exemple FIGURE 5.12 (g, h et i)).
L'aire, la pente ainsi que la déformation moyenne associées aux boucles d'hystérésis sont des paramètres clés pouvant fournir une mesure quantitative de l'évolution cyclique des réponses mécaniques des composites étudiés. Ces paramètres sont analysés et identifiés ci-après en détail. La FIGURE 5.12 (j, k et l) montre l'évolution de ces trois paramètres en fonction du nombre de cycles mécaniques pour les différentes configurations des fibres et pour les différents états hygrothermiques. Comme pour l'analyse du Pa6.6 non chargé, différents gains sont appliqués aux données mécaniques pour pouvoir comparer l'évolution de ces paramètres sur un même graphe. Ces gains désignés par G sont directement indiqués sur chaque figure.

5.1.2.2.1 Aire des boucles d'hystérésis

Les aires associées aux boucles d'hystérésis sont calculées et tracées en fonction du nombre de cycles dans la FIGURE 5.12 (j). Les résultats montrent l'effet de l'orientation des fibres sur la taille des boucles d'hystérésis. Les boucles sont fermées dans le cas du composite MGF/0° alors qu'elles sont plus ouvertes pour les autres composites (MGF/45°et MGF/90°). L'aire de ces boucles est également dépendante de la teneur en eau. Plus la teneur en eau est élevée et plus l'aire est grande. Les aires d'hystérésis sont 15 à 18 fois plus importantes dans le cas des échantillons humides (RH50 et RH80) que dans le cas des échantillons secs.

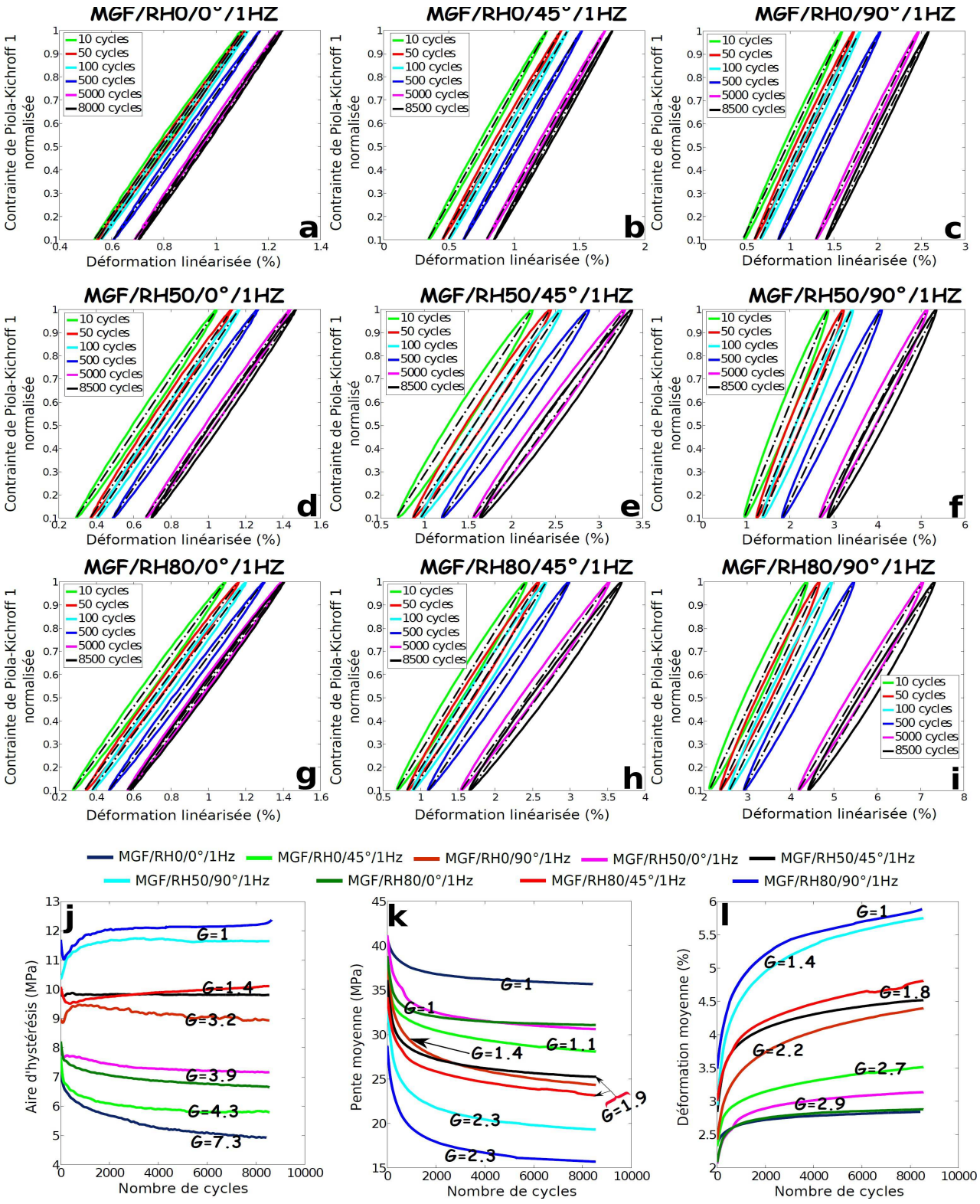

Figure 5.12 – *Courbes de contrainte de Piola-Kichroff 1 normalisée vs déformation linéarisée montrant l'effet de la teneur en eau et de l'orientation des fibres sur les propriétés mécaniques cycliques des composites de polyamide 6.6 renforcés de fibres de verre courtes. Les figures (j), (k) et (l) représentent l'aire d'hystérésis, la pente et la déformation moyenne par cycle en fonction du nombre de cycles pour l'ensemble des tests réalisés. Notons que la normalisation des contraintes a été effectuée pour chaque essai et les références aux essais sont désignées pour chaque figure.*

Pour tous les composites à fibres de verre orientées dans la direction longitudinale, l'aire diminue avec l'augmentation du nombre de cycles. Cependant, dans le cas des composites humides à fibres de verre orientées dans la direction transverse, l'aire chute légèrement au début de l'essai, puis augmente durant le reste du chargement.
Notons que l'aire des boucles d'hystérésis reste un paramètre clé qui offre des informations importantes sur le comportement mécanique d'un échantillon sollicité cycliquement. Plus l'aire de la boucle d'hystérésis est grande plus le matériau est susceptible d'absorber ou de dissiper de l'énergie et donc de modifier son état interne et/ou de dissiper l'énergie de déformation. Cette répartition devrait intervenir dans l'estimation de la durée de vie en fatigue des échantillons.

5.1.2.2.2 Déformation moyenne

Afin de suivre et de caractériser le rochet cyclique, les déformations moyennes sont calculées et tracées dans Figure 5.12 (l). Cette figure montre les évolutions de ce paramètre en fonction du nombre de cycles mécaniques. Notons que :

- La déformation moyenne par cycle croît fortement en début de chargement puis cette croissance ralentit progressivement après quelques milliers de cycles.
- L'évolution de la déformation moyenne par cycle reste aussi fortement sensible à l'orientation des fibres et à l'humidité relative. Pour un nombre de cycles donné, les valeurs de la déformation moyenne pour un composite MGF/RH80 orienté à 0° sont environ 6 fois plus faibles que celles associées au composite MGF/RH80 orienté à 90°.
- Une augmentation de l'humidité relative conduit aussi à une augmentation de la déformation moyenne. La déformation moyenne cyclique dans le cas du composite MGF/RH80/90°est d'environ 3 fois supérieure à celle du composite MGF/RH0/90°. Cet effet de l'humidité sur le mécanisme de fluage cyclique est similaire à celui déjà observé pour la matrice de polyamide 6.6. Un réseau de fibres bien orientées par rapport à la sollicitation (ici 0°) réduit naturellement l'effet de fluage.

5.1.2.2.3 Pente moyenne

Dans ce qui suit, nous nous focalisons sur l'évolution du troisième paramètre (pente moyenne de la boucle d'hystérésis) dont les changements en fonction de l'orientation des fibres par rapport à la sollicitation peuvent être reliés à l'anisotropie du composite. La perte de raideur progressivement cycle après cycle est aussi porteuse d'information que l'on cherchera à relier aux effets d'endommagement. Ce paramètre est défini comme étant la droite qui relie les points extrêmes de la boucle d'hystérésis. La droite noire en pointillés indiquée dans toutes les boucles de la Figure 5.12 montre symboliquement ce paramètre. Les résultats montrent des courbes décroissantes. Deux grandes phases peuvent être distinguées : la première est caractérisée par une forte réduction au cours des premiers cycles (environ mille cycles) tandis que la seconde indique une baisse progressive moins violente que la première, il n'y a aucune stabilisation réelle. Notons que plus la teneur en eau est élevée et plus cette baisse est importante. Ces résultats sont similaires aux observations obtenues dans le cas de la matrice polyamide 6.6. De plus, il convient de noter aussi que cette baisse en pente moyenne est fortement dépendante de l'orientation des fibres. Plus l'angle des fibres de verre est élevé et plus cette baisse est grande. Jusqu'à 8000 cycles, la baisse en pente moyenne est d'environ 3 MPa pour le composite MGF/RH0/0°, alors que pour le composite MGF/RH80/90° celle-ci

est de l'ordre de 12.5MPa. Ces résultats nous permettent de conclure que l'augmentation en humidité relative et en orientation des fibres (dans le sens où les fibres passent de la direction longitudinale à la direction transverse) conduit à une diminution importante dans la pente moyenne pour laquelle la résistance à la fatigue peut éventuellement diminuer. Ces observations sont valables pour toutes les variétés de composites PA6.6 étudiés ici.

Remarques :

- Lorsque les fibres sont orientées à 0° par rapport à l'axe de chargement, la charge maximale est reprise par les fibres de verre. Le matériau présente une résistance élevée (due au renfort des fibres alignées dans le même axe de chargement) et une faible ductilité (les fibres dominent et la matrice polyamide 6.6 joue un rôle secondaire).
- Lorsque les fibres sont orientées à 45° par rapport à l'axe de chargement, cette charge diminue et la ductilité commence à se développer en raison des contraintes de cisaillement locales produites dans la matrice. Lorsque ces contraintes de cisaillement locales dépassent la résistance au cisaillement de la matrice polymère, elles commencent à dominer le comportement composite. Une telle sensibilité à la direction des fibres peut être mise en évidence via les champs locaux (hétérogènes) de la dissipation et/ou de la thermoélasticité obtenus par la technique de la thermographie infrarouge (cf. partie 2 du chapitre).

5.1.2.3 Réponses thermiques cycliques

Dans la suite, nous nous intéressons aux variations de la température moyenne sur la partie utile des échantillons composites. Les réponses thermiques sont présentées à la Figure 5.13 en fonction du nombre de cycles pour une fréquence de chargement de 1Hz. Les mêmes réponses dans le cas d'une fréquence de chargement de 10 Hz sont données dans l'annexe B. Les références aux composites sont directement indiquées sur chaque figure. Les courbes d'auto-échauffement montrent une élévation rapide de température au début d'essai due à une augmentation de la déformation anélastique (effet de dissipation). Puis, ces courbes atteignent des valeurs quasi stables après un certain nombre de cycles (environ cent cycles). Cette stabilisation thermique tout au long de l'essai est associée à une saturation de la déformation anélastique (les variations dans la microstructure induisent une dissipation moyenne par cycle constante et l'échantillon atteint un équilibre thermique progressif avec l'environnement). Les valeurs d'auto-échauffement atteintes sont résumées dans le Tableau 5.3.

Tableau 5.3 – *Valeurs d'auto-échauffements des composites étudiés.*

	PA6.6/1Hz			MGF/0°/1Hz		
Humidité relative	RH0	RH50	RH80	RH0	RH50	RH80
Valeurs auto-échauffement (°C)	2.5	16	30	0.6	1.2	1.5
	MGF/45°/1Hz			MGF/90°/1Hz		
Humidité relative	RH0	RH50	RH80	RH0	RH50	RH80
Valeurs auto-échauffement (°C)	0.9	6.4	4.5	1.8	10	10

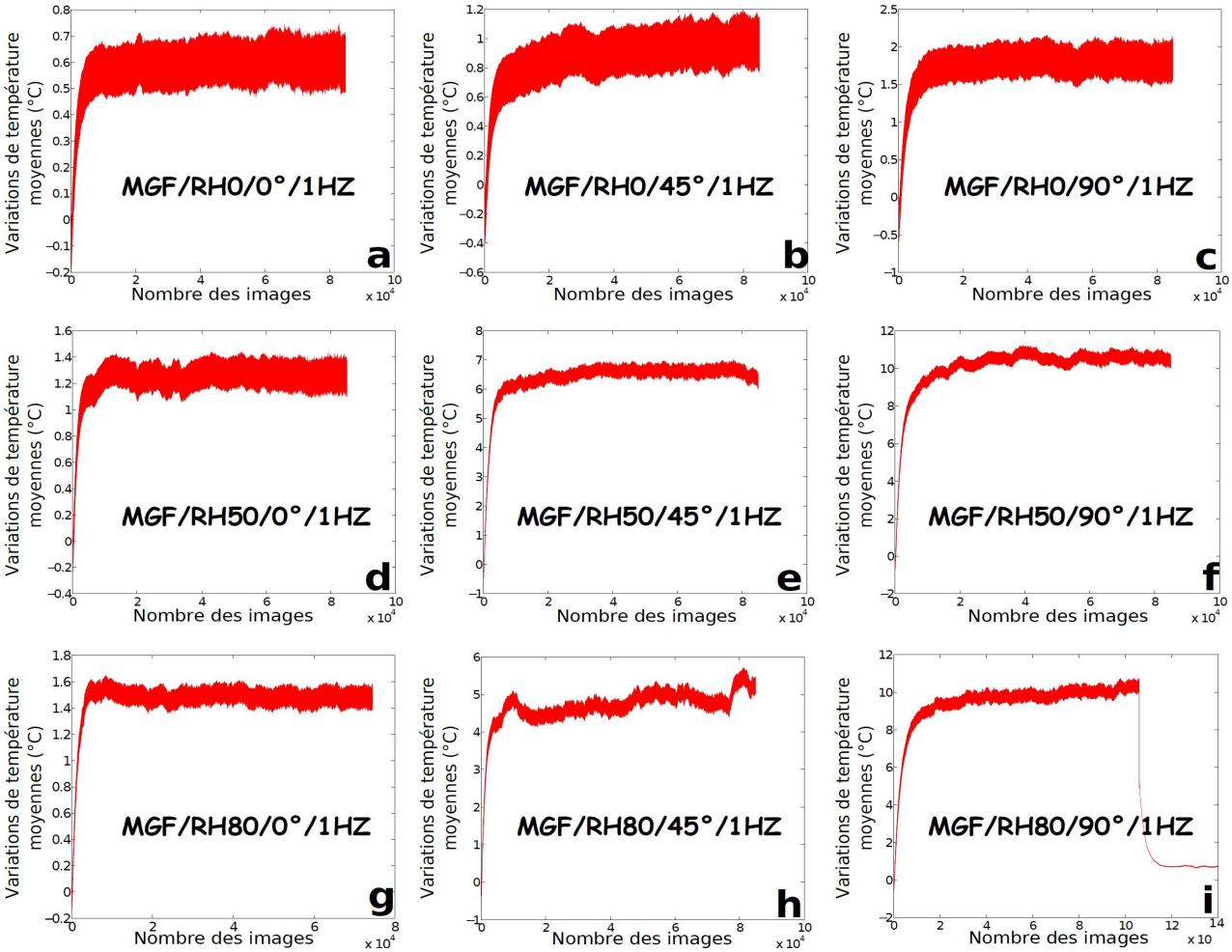

Figure 5.13 – *Variations de température moyennes sur la partie utile les échantillons composites de polyamide 6.6 renforcés par des fibres de verre montrant l'auto-échauffement maximal atteint pour chaque humidité relative et chaque orientation des fibres.*

Les résultats montrent des valeurs d'auto-échauffement qui varient avec l'orientation des fibres de verre et avec l'humidité relative. L'auto-échauffement est de plus en plus important dans le cas des composites à fibres transverses mais également pour les humidités relatives élevées (RH80). Ces résultats permettent de conclure que l'augmentation de l'humidité relative et de l'angle des fibres conduisent à une élévation importante d'auto-échauffement et donc à une intensification des effets dissipatifs.

5.1.2.4 Réponses énergétiques

Dans ce qui suit, la forme des bilans de puissance est déterminée puis discutée pour les différents composites étudiés. Notons que tous les taux des énergies sont tracés en fonction de la déformation moyenne par cycle (Figure 5.14).

Les résultats montrent l'effet de l'humidité relative et de l'orientation des fibres de verre sur la forme du bilan énergétique. Les hautes humidités favorisent la dissipation plutôt que le stockage d'énergie alors que les faibles taux d'humidité relative montrent un niveau de stockage très élevé. Par contre, les composites humides à fibres transverses favorisent le sto-

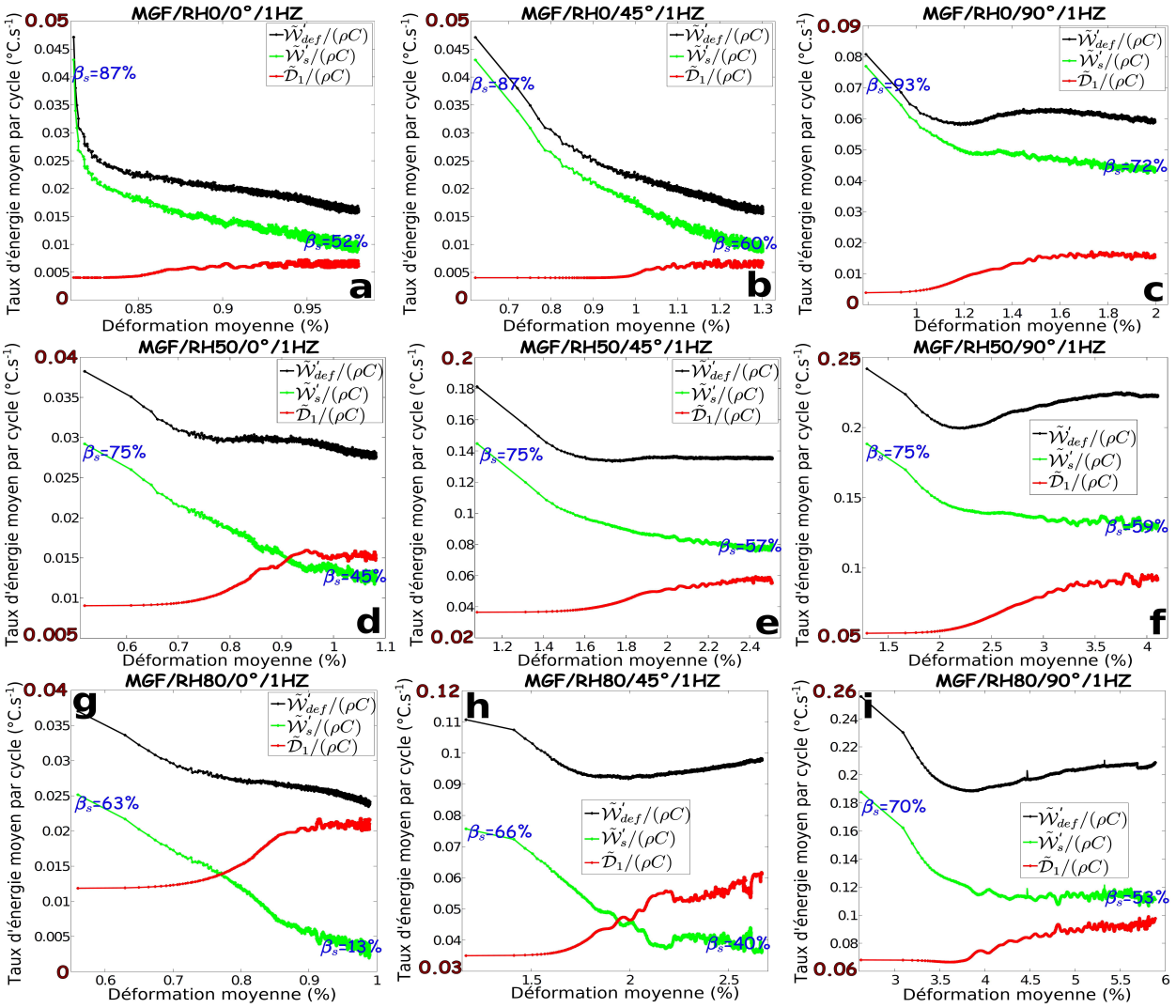

Figure 5.14 – *Réponses énergétiques relatives aux essais cycliques réalisés sur une fréquence de chargement de 1Hz montrant l'effet de l'humidité relative et l'orientation des fibres. Le rapport de charge est égal à 0.1. Le rapport géométrique $\mathcal{R}$ vaut 0.567, tandis que le volume de la zone utile $\mathcal{V}_{ZU}$ est de l'ordre de 858mm^3.*

ckage plutôt que la dissipation d'énergie tandis que les composites humides à fibres longitudinales montrent un niveau de dissipation important. À l'exception du cas des composites MGF/RH50/0°/1Hz et MGF/RH80/0°(45°)/1Hz où la dissipation intrinsèque moyenne par cycle prédomine sur la puissance bloquée, la forme des bilans énergétiques montre une part très importante de la puissance bloquée avec des proportions énergétiques β_s qui dépassent les 52%. Il convient aussi de noter que lorsque la déformation moyenne par cycle augmente, la puissance moyenne bloquée par cycle diminue. Au début du chargement, la fraction bloquée est très importante dans l'ensemble des matériaux composites (de 63% à 93%). À la fin du chargement, la fraction bloquée diminue et prend des valeurs moins importantes pour les hauts niveaux d'humidité relative (13% à 53%). En revanche, celle-ci semble être de plus en plus importante lorsque l'angle des fibres de verre devient élevé. Cette conclusion semble valable pour tous les composites étudiés.

Une autre façon d'observer les effets de la teneur en eau et de l'orientation des fibres de verre est de présenter séparément les 3 puissances mises en jeu. Chaque puissance est donc, ci-après, tracée dans un graphe regroupant les différents composites secs et humides. La FIGURE 5.15 montre la dissipation intrinsèque moyenne par cycle (FIGURE 5.15 (a)), la puissance bloquée moyenne par cycle (FIGURE 5.15 (b)) et la puissance de déformation moyenne par cycle (FIGURE 5.15 (c)), respectivement, en fonction de la déformation moyenne par cycle.

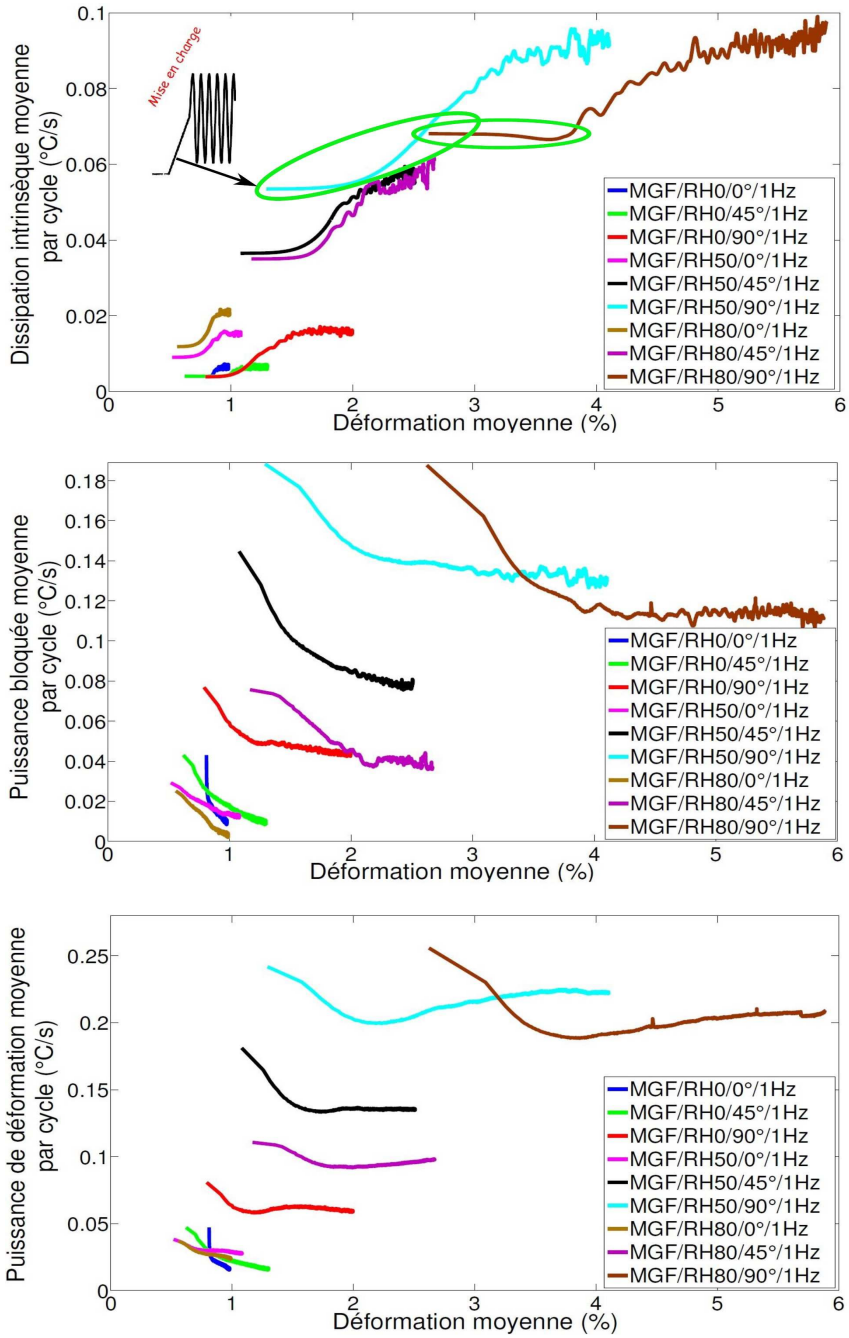

FIGURE 5.15 – *Évolution du taux moyen par cycle d'énergie dissipée, bloquée et de déformation en fonction de la déformation moyenne.*

Les résultats sur les composites MGF/RH80/90°/1Hz et MGF/RH50/90°/1Hz montrent un rochet cyclique important avec des valeurs moyennes importantes dans l'ensemble des puissances mises en jeu. La puissance bloquée diminue dans tous les matériaux composites. Cette baisse en puissance bloquée est fortement dépendante de l'humidité relative et de l'orientation des fibres. Notons également que plus l'humidité relative et les angles des fibres sont élevés, plus les valeurs moyennes des puissances mises en jeu sont élevées. Par ailleurs, lorsque la déformation moyenne par cycle augmente, les valeurs de la dissipation intrinsèque moyennée par cycle augmentent aussi. Ces observations nous semblent valables pour toutes les variétés de composites étudiés.

5.1.3 Synthèse sur les résultats globaux

Les résultats issus de l'approche globale ont permis de :

- ◇ mettre en évidence une absence de stabilisation cyclique que ce soit sur le plan mécanique ou thermodynamique. Au plan mécanique, au moins l'un des 3 paramètres caractérisant la boucle d'hystérésis évolue tout au long de l'essai. Au plan thermodynamique, l'énergie de la boucle d'hystérésis comprend toujours une part non négligeable provenant des variations d'énergie interne.
- ◇ mettre en évidence l'effet de la fréquence de sollicitation sur la réponse énergétique de la matrice du polyamide 6.6. Pour les "hautes" fréquences de chargement (10Hz), les résultats montrent que le taux d'énergie bloquée moyennée par cycle est prédominant devant la dissipation intrinsèque moyenne par cycle. Pour les "faibles" fréquences de chargement (1Hz), la tendance du bilan énergétique s'inverse puisque c'est la dissipation intrinsèque moyennée par cycle qui l'emporte devant la puissance moyenne bloquée par cycle. D'un point de vue mécanique, on observe, dans les 2 cas, un effet de rochet (fluage induit par une contrainte moyenne non nulle), mais plus important dans le cas 1Hz contrairement à 10Hz où cet effet semble être limité aux quelques premiers cycles de sollicitation.
- ◇ mettre en évidence l'effet de la teneur en eau sur les bilans énergétiques de la matrice de polyamide 6.6. De forts effets dissipatifs apparaissent lorsqu'on passe d'un matériau sec à un matériau conditionné à RH50. En revanche, au delà de RH50, il semble que l'allure globale du bilan énergétique ne soit plus influencée par les conditions hygrométriques. En effet, à RH50 et RH80, on trouve que la puissance moyenne de déformation par cycle se distribue de façon égale en puissance bloquée et dissipée.
- ◇ mettre en évidence l'effet de libération d'énergie bloquée. Pour un essai de 10Hz jusqu'à rupture, on observe qu'au niveau des derniers cycles devançant la rupture du matériau sollicité, la dissipation intrinsèque moyenne par cycle devient plus importante que le taux moyen d'énergie de déformation. En conséquence, des valeurs négatives de la puissance bloquée apparaissent en fin de vie du matériau.
- ◇ mettre en évidence le phénomène d'élasticité entropique prépondérant (élasticité caoutchoutique), indiquant que la température de transition vitreuse est passée au-dessous de la température du matériau. Ce couplage se traduit par une inversion des effets oscillatoires de la température lors des cycles qui battent alors en phase avec la contrainte alors qu'ils sont en opposition de phase pour un couplage thermoélastique standard induit par la thermodilatabilité du matériau.
- ◇ mettre en évidence l'effet de l'orientation des fibres dans le cas des composites renfor-

cés de fibres de verre courtes. Les résultats issus d'approches globales indiquent une forte dépendance des puissances mises en jeu aux orientations des fibres de verre, préférentiellement orientées à 0°, 45°et 90° par rapport à la direction de sollicitation. La fraction du taux d'énergie bloquée est plus importante lorsque l'angle des fibres de verre est élevé.

Ces résultats pourront être pris en considération par les partenaires de ce projet lors de la définition des critères de fatigue et de durée de vie, où l'hypothèse de stabilité cyclique (elastic/viscoplastic shakedown) est souvent retenue [Lemaitre et Chaboche, 2004]. Ces résultats seront sans doute à rapprocher des résultats de simulation issus des modèles de comportement développés par les autres partenaires académiques du projet DURAFIP.
Dans la suite, nous présentons quelques résultats issus de l'analyse locale des mesures de champs.

5.2 Approche locale : caractère hétérogène des essais

5.2.1 Matrice de polyamide 6.6

Dans cette section, on cherche à contrôler le caractère homogène des mécanismes de déformation se développant au sein de la matrice polyamide 6.6. Afin d'observer les possibles phénomènes de localisation au sein de la partie utile des échantillons, les techniques de mesures de champs sont utilisées ci-après.
L'étude qui suit se propose de détecter les zones où les déformations, températures et sources de chaleur se localisent préférentiellement. En combinant les champs de déformation, des sources thermoélastiques et ceux de la dissipation intrinsèque moyenne par cycle, des informations sur les mécanismes de déformation locaux pourront être tirées par la suite (évolution d'endommagement, les concentrations des contraintes, etc). Ces mécanismes peuvent être responsables d'une dégradation locale dans l'échantillon lors de sa mise en charge.
La Figure 5.16 montre 5 champs de déformation capturés de manière discrète mais régulière tout au long de l'essai de fatigue pour chacune des 3 composantes du tenseur de déformation (longitudinale, de cisaillement et transverse). Les images cinématiques sont associées à un échantillon de matrice polyamide 6.6 non renforcé soumis à un essai de fatigue de traction-traction uniaxiale. Les paramètre de lissage qui sont utilisés pour traiter cet essai sont $N_x = 7$, $N_y = 15$ et $N_t = f_a/f_s$, avec f_a représente la fréquence d'acquisition CCD qui est égale à 100 Hz et f_s la fréquence de sollicitation de 10 Hz. La résolution spatiale sur les champs de déformation est ici de RS = 0.09 mm/pixel. Dans cette figure, le nombre de cycles est indiqué pour chaque image et les "colorbars" donnent les niveaux de déformation atteints. Les écarts types et les valeurs moyennes associés aux champs de déformation sélectionnés sont regroupés dans le Tableau 5.4.

De cette figure, nous remarquons que la déformation de cisaillement ε_{xy} est négligeable et que le rapport $\varepsilon_{xx}/\varepsilon_{yy}$ est de l'ordre de 0.3-0.45. Par ailleurs, nous constatons des hétérogénéités d'intensités relativement variables dans plusieurs endroits d'images. Ces hétérogénéités sont toujours présentes et ce depuis le début de chargement, et deviennent de plus en plus importantes pour les états de fatigue les plus avancés.

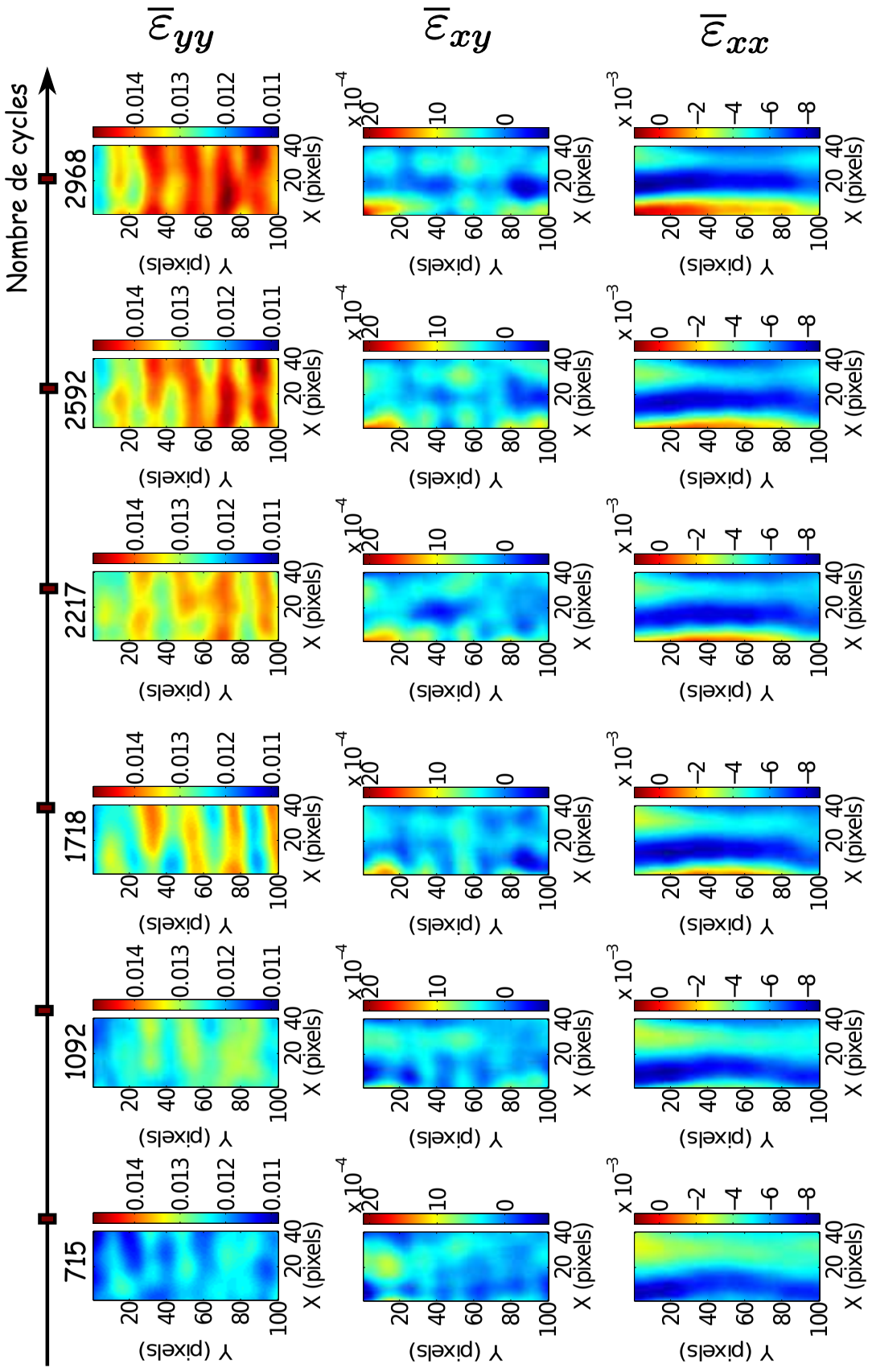

Figure 5.16 – *Champs de chacune des 3 composantes du tenseur de déformation mesurés dans plusieurs états de fatigue. Même échelle de couleur pour chaque image.*

Tableau 5.4 – *Écarts types et valeurs moyennes spatiales associés aux champs de déformation indiqués à la* Figure 5.16.

Période de cycle	$\tilde{\varepsilon}_{yy}$		$\tilde{\varepsilon}_{xy}$		$\tilde{\varepsilon}_{xx}$	
	Écart type	moyenne	Écart type	moyenne	Écart type	moyenne
	$\times 10^{-3}$	$\times 10^{-3}$	$\times 10^{-3}$	$\times 10^{-3}$	$\times 10^{-3}$	$\times 10^{-3}$
cycle 715	0.29	12.1	0.22	0.22	1.4	-5.3
cycle 1092	0.34	12.6	0.19	0.22	1.3	-5.6
cycle 1718	0.51	12.9	0.24	0.22	1.6	-5.6
cycle 2217	0.35	13.3	0.26	0.30	1.6	-5.6
cycle 2592	0.54	13.6	0.27	0.34	1.7	-5.6
cycle 2968	0.59	13.8	0.31	0.30	2.1	-5.2

Nous observons sur la Figure 5.17 les distributions spatiales des champs de température (à gauche), de la dissipation intrinsèque moyenne par cycle (au centre) ainsi que celles de l'amplitude thermoélastique (à droite) lors d'essais de fatigue cycliques de traction-traction uniaxiale menés sur un échantillon sec de la matrice polyamide 6.6. Chaque image est désignée par le nombre de cycles au cours duquel l'image est moyennée (moyenne sur un cycle complet). Les paramètres de lissage qui sont utilisés pour traiter cet essai sont N_x = 20, N_y = 30 et N_t = 10. La résolution spatiale sur le champ de température est ici de RS = 0.357 mm/pixel. Ces images calorimétriques représentent les derniers cycles devançant la rupture de l'échantillon sollicité. Toutes les sources de chaleur sont estimées à partir des champs de température saisis pour chaque cycle de fatigue. L'image de référence thermique est l'image prise juste après la mise en charge. Les écarts types et les valeurs moyennes associés aux champs calorimétriques sélectionnés sont regroupés dans Tableau 5.5.
Les hétérogénéités spatiales apparaissent fortement dans toutes les images sélectionnées. Ces hétérogénéités s'intensifient d'un cycle à un autre. Les zones de localisation dans les champs calorimétriques se définissent très rapidement, et deviennent très marquées au fur et à mesure de l'essai. Le premier lot d'images allant à peu près jusqu'à l'image 2048 montre un échantillon répondant de façon relativement homogène avec de faibles localisations dans les champs calorimétriques. De 2488 à 2527 cycles, les variations de température, la dissipation intrinsèque moyenne par cycle ainsi que l'amplitude thermoélastique font progressivement apparaître de fortes localisations spatiales. Ces localisations forment des bandes traversant la largeur de l'échantillon. Par exemple, les localisations dans les champs de dissipation intrinsèque commencent à se propager horizontalement (cycles 2488 et 2508) et deviennent 4 fois plus importantes à partir du cycle 2518. Celles-ci après quelques cycles commencent à se propager de manière courbée sous forme de « croissant ». Elles sont en fortes intensités aux bords des images et moins violentes au centre. Les dissipations maximales atteintes aux derniers cycles de chargement devançant la rupture de l'échantillon (image au centre du cycle 2527) sont de l'ordre de 8 °C.s^{-1}. Il convient aussi de noter que les endroits dans lesquels la dissipation intrinsèque est maximale ne sont pas toujours identiques aux ceux où l'étendue des sources thermoélastiques est la plus importante.

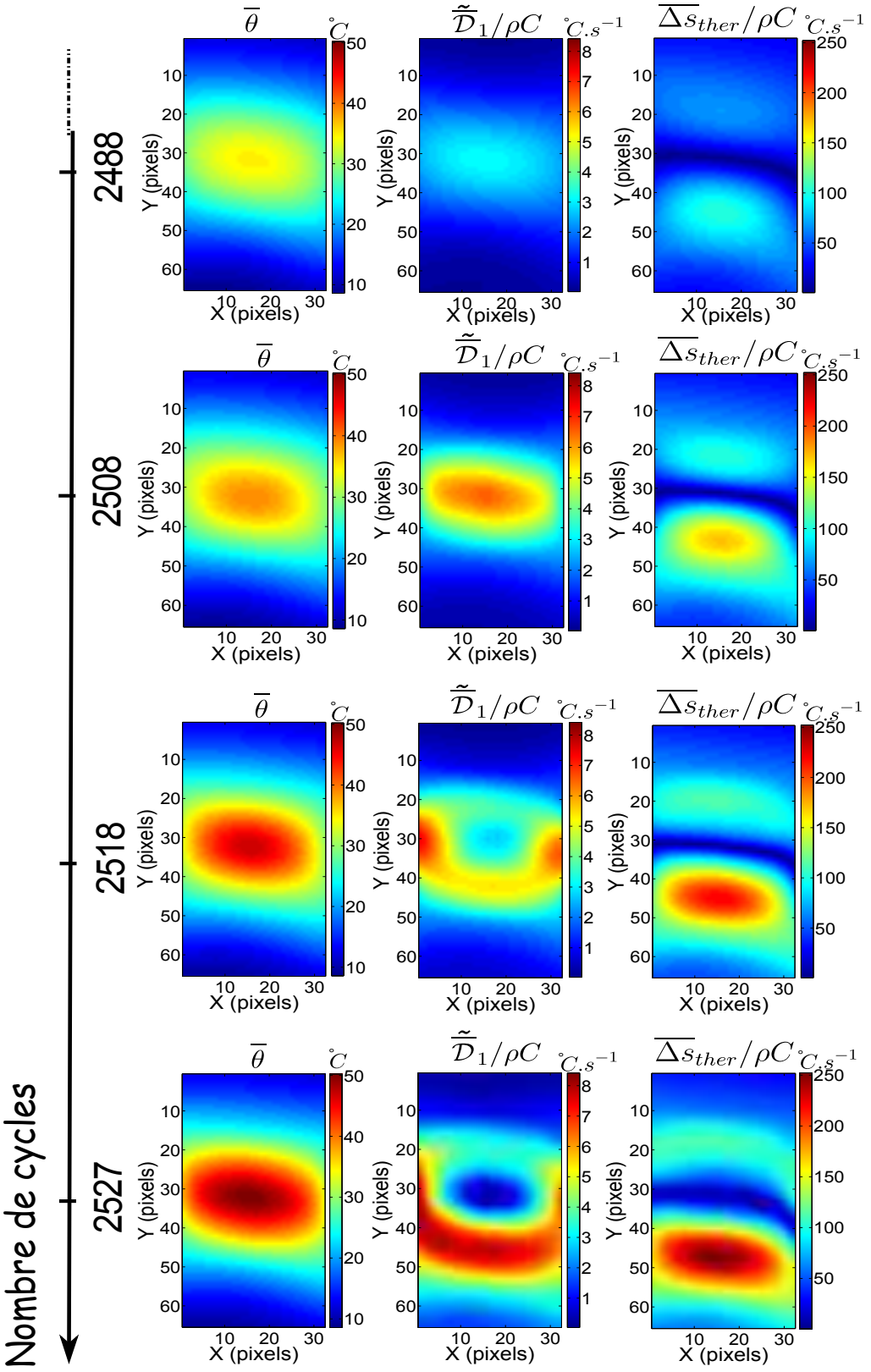

Figure 5.17 – *Champs de variations de température, de dissipation intrinsèque moyenne par cycle et d'amplitude thermoélastique calculés pendant les tous derniers cycles devançant la rupture macroscopique d'une matrice sèche de polyamide 6.6. Même échelle de couleur pour chaque type d'image. La résolution spatiale est 0.357 mm/pixel.*

Tableau 5.5 – *Écarts types et valeurs moyennes spatiales associés aux champs calorimétriques indiqués à la* Figure 5.17.

Période de cycle	$\overline{\theta}$		$\overline{\tilde{\mathcal{D}}_1/(\rho\, C)}$		$\overline{\Delta s_{ther}/(\rho\, C)}$	
	Écart type °C	moyenne °C	Écart type °C.s^{-1}	moyenne °C.s^{-1}	Écart type °C.s^{-1}	moyenne °C.s^{-1}
cycle 2488	7.56	21.96	0.96	1.41	21.36	52.54
cycle 2508	8.52	23.42	1.88	2.35	36.18	76.57
cycle 2518	10.35	25.61	1.84	2.7	48.02	92.48
cycle 2527	12.51	26.18	2.25	3.41	59.17	101.55

5.2.2 Composites renforcés de fibres de verre

5.2.2.1 Mode de rupture

Avant de commencer à appliquer les techniques de mesures de champs au composite polyamide renforcé de fibres, il semble intéressant de regarder au préalable les modes de rupture propres à ces matériaux. L'objectif ici est de voir comment les composites cassent pendant leur mise en charge.
Les modes de rupture associés aux composites étudiés sont donc présentés à la Figure 5.18. De haut en bas, les orientations des fibres sont respectivement désignées par : 0°, 45° et 90°. Dans le cas des composites à fibres orientées à 45° et 90°, nous constatons une rupture macroscopique se propageant dans la direction des fibres de verre. A l'exception du composite dont les fibres sont orientées à 0° dans lequel les fissures macroscopiques semblent s'initier dans une petite zone, puis s'étendent de façon instable dans toute la largeur de l'éprouvette.

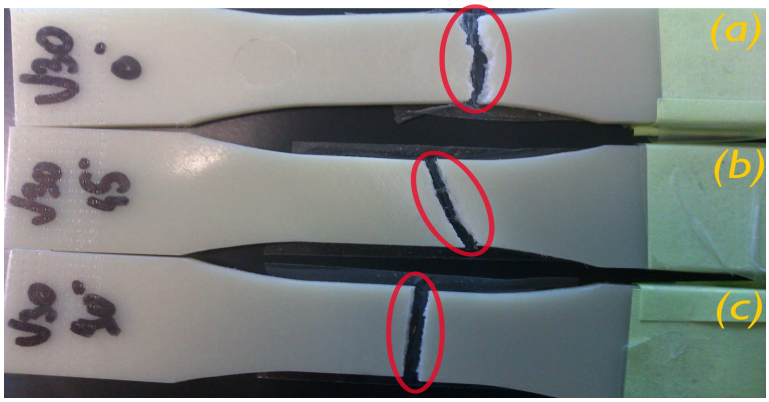

Figure 5.18 – *Exemple de modes de rupture des composites secs de polyamide 6.6 : (a) MGF/0°, (b) MGF/45° et (c) MGF/90°. Les composites ont été sollicités en fatigue cyclique de traction-traction uniaxiale à une fréquence de chargement de 1 Hz.*

5.2.2.2 Analyse cinématique

Une analyse cinématique locale est aussi menée pour contrôler le caractère hétérogène de la réponse mécanique des composites. La prise en compte de toutes les composantes de la

déformation est nécessaire pour pouvoir analyser l'évolution de la localisation de la déformation au cours de l'essai. Les techniques de corrélation sont donc systématiquement utilisées pour déterminer les trois composantes du tenseur des déformations dans le plan. Le traitement d'image a été effectué sur les trois matériaux composites renforcés par les fibres de verre. Les résultats présentés ci-après (FIGURE 5.19, FIGURE 5.20 et FIGURE 5.21) correspondent aux essais de chargement cycliques de traction-traction uniaxiale réalisés à 10Hz sur des échantillons composites conditionnés à RH50. Chaque image est désignée par le nombre de cycles au cours duquel l'image est moyennée. Les paramètres de lissage qui sont utilisés pour traiter cet essai sont $N_x = 20$, $N_y = 20$ et $N_t = 10$. La résolution spatiale sur le champ de température est ici de RS = 0.1851 mm/pixel.

FIGURE 5.19 montre 5 champs de déformation capturés de manière discontinue tout au long de l'essai pour chacune des 3 composantes du tenseur de déformation. Ces champs de déformations sont moyennés sur 200 cycles et sont associés au composite renforcé par des fibres de verre orientées à 0°. Les champs cinématiques indiquent une forte localisation de la déformation en bandes, traversant le composite en s'accumulant dans des zones bien précises et ce dès les premiers cycles de chargement. Ces localisations sont très visibles pour les composantes de déformation longitudinales et celles de cisaillement. Cependant, les distributions spatiales associées à la composante de contraction correspondant à la direction perpendiculaire à l'axe de chargement, sont également hétérogènes, mais restent à peu près constantes au cours de l'essai. Les paramètres statistiques (valeur moyenne et écart type) associés à ces différentes distributions spatiales de la déformation sont indiqués dans le TABLEAU 5.6. Il est important de noter que les valeurs de l'écart type sont de même ordre de grandeur que celles de la déformation moyenne. On peut cependant souligner que ces valeurs d'écart-type proviennent essentiellement de l'hétérogénéité du matériau et non du bruit expérimental des mesures cinématiques. On peut ainsi estimer la pertinence de l'hypothèse selon laquelle les valeurs de déformation moyennes restent représentatives de l'état de déformation macroscopique de l'échantillon composite, hypothèse qui a été à la base des traitements "globaux" réalisés précédemment. Pour les matériaux composites, un traitement local est sans doute préférable, même s'il est beaucoup plus coûteux en temps (de traitement) et en espace (de stockage), que le traitement global préférentiellement utilisé dans le cadre de cette thèse.

De la même manière, FIGURE 5.20 et FIGURE 5.21 montrent les mêmes composantes de déformation associées aux composites MGF/45°et MGF/90°. Les localisations se concentrent sur les zones de forte densité de fibres. Ces zones apparaissent dès la première image présentée. On observe de forts gradients très marqués dans certaines zones.
Ces gradients restent présents et suivent l'orientation des fibres. Certaines bandes de localisation prennent plus d'importance que d'autres au cours de la déformation. Les directions de ces bandes restent cependant assez variable selon le composite étudié. Cette analyse a été réalisée sur un ensemble important d'échantillons et les résultats restent qualitativement similaires.

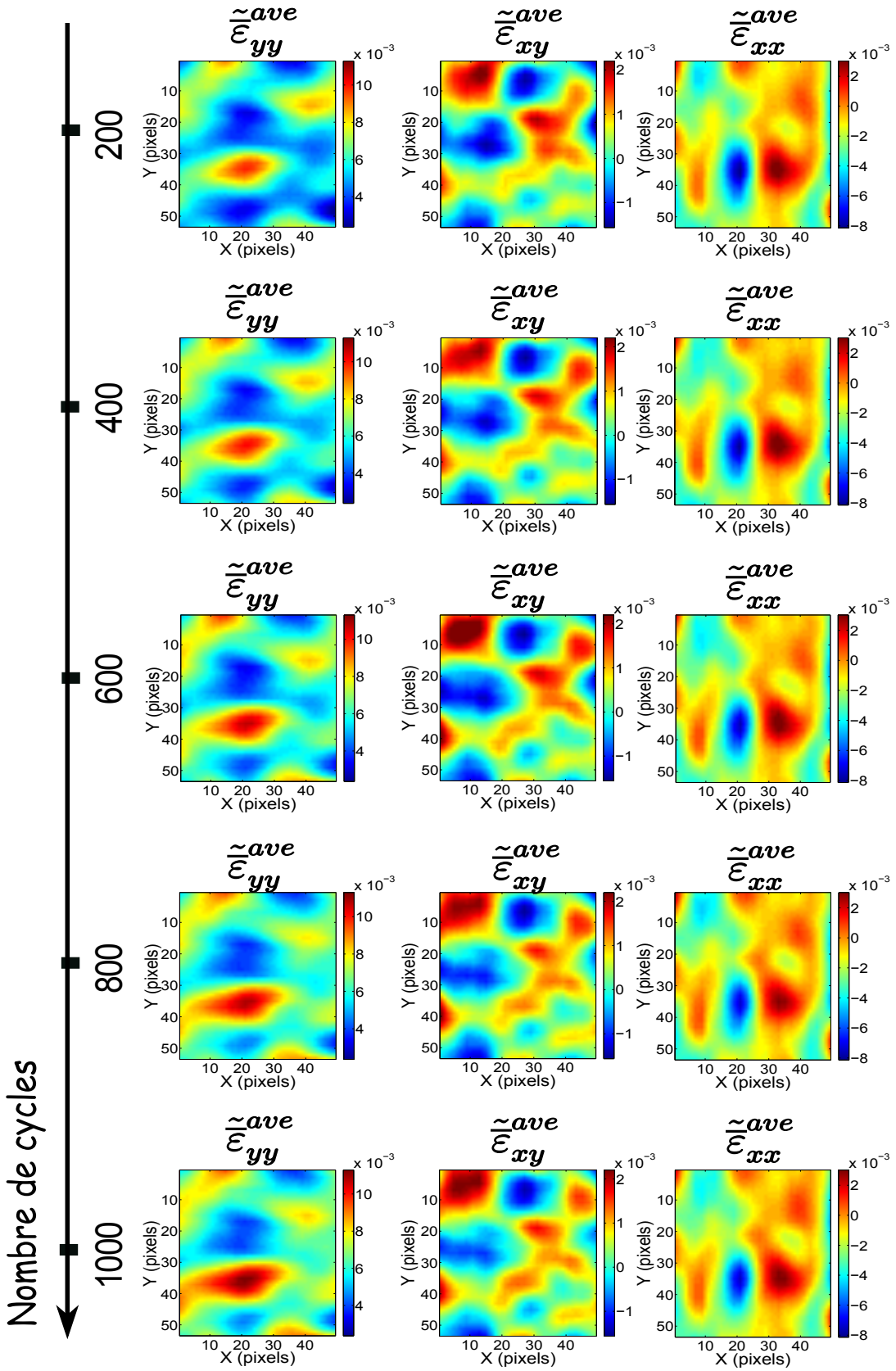

Figure 5.19 – *Champs de déformation du composite renforcé de fibres de verre orientées à 0°. La résolution spatiale est 0.1851 mm/pixel. Les écarts type et les moyennes spatiales sont donnés dans le* Tableau 5.6.

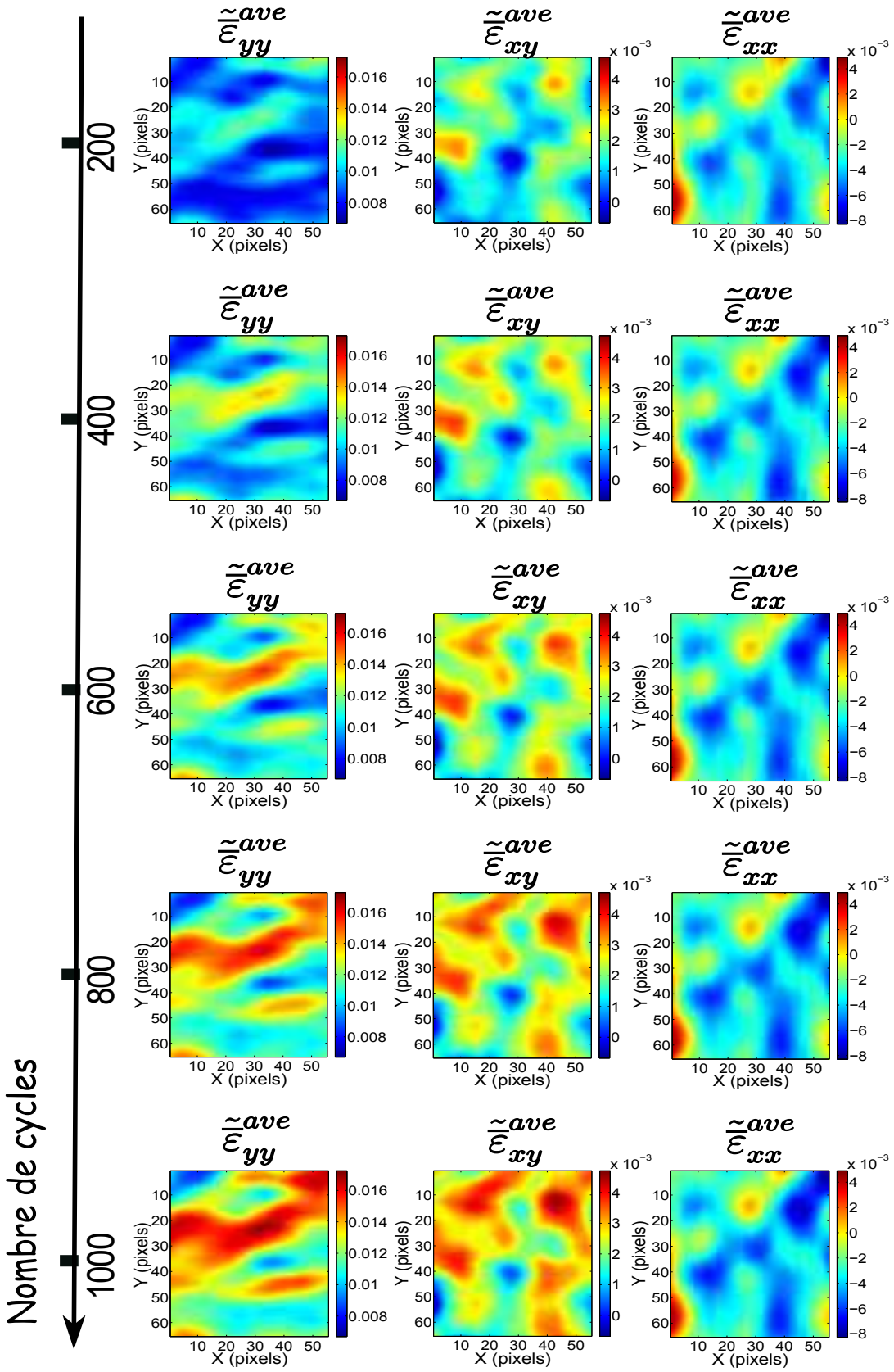

Figure 5.20 – *Champs de déformation du composite renforcé de fibres de verre orientées à 45°. La résolution spatiale est 0.1851 mm/pixel. Les écarts type et les moyennes spatiales sont donnés dans le* Tableau *5.6.*

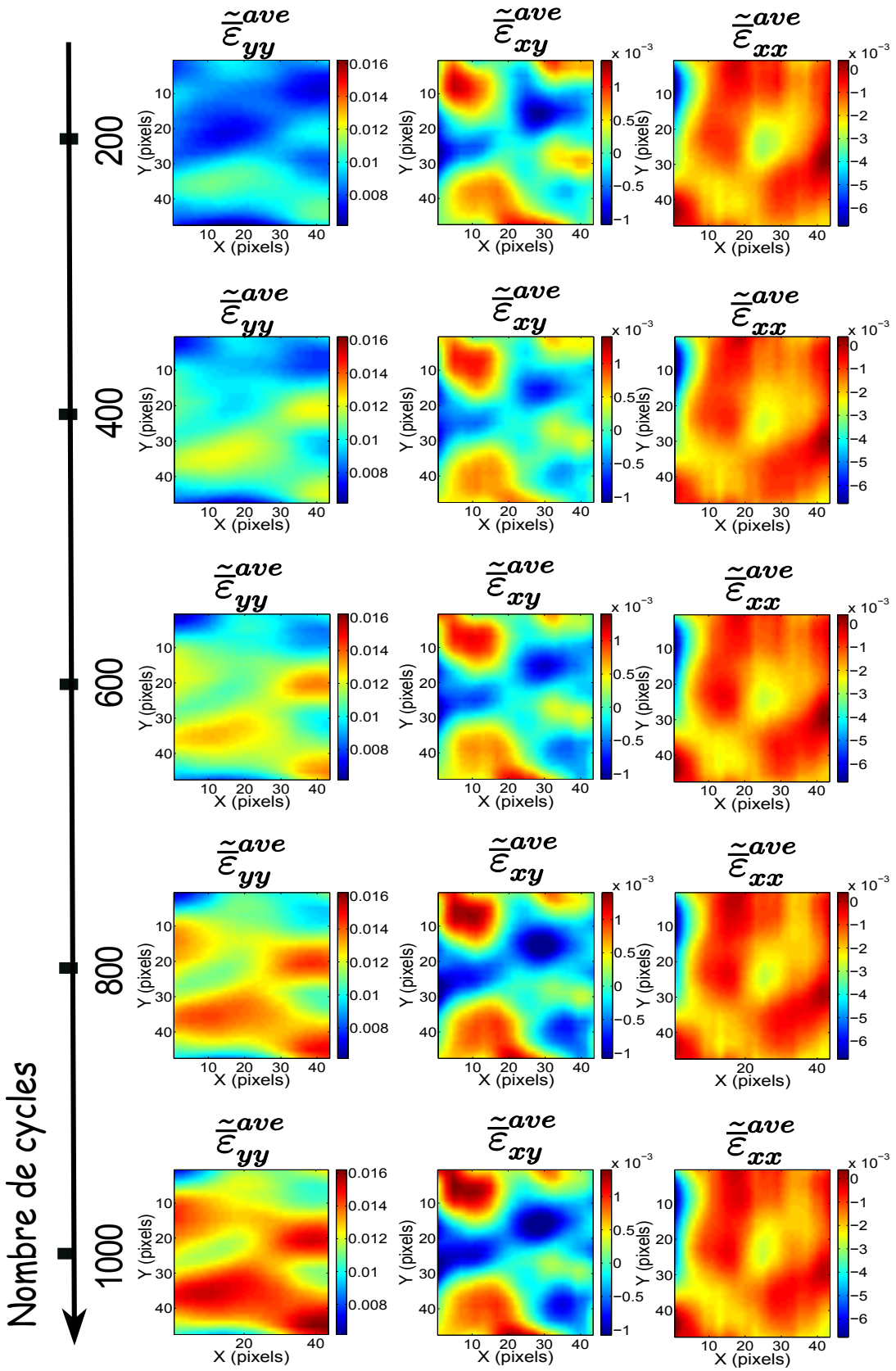

Figure 5.21 – *Champs de déformation du composite renforcé de fibres de verre orientées à 90°. La résolution spatiale est 0.1851 mm/pixel. Les écarts type et les moyennes spatiales sont donnés dans le* Tableau 5.6.

Tableau 5.6 – *Écarts type et valeurs moyennes spatiales associés aux champs cinématiques indiqués à la* Figure *5.19, 5.20 et 5.21.*

		MGF/0°		MGF/45°		MGF/90°	
		Écart type	moyenne	Écart type	moyenne	Écart type	moyenne
200 cycles							
(1^{er} période)	$\tilde{\bar{\varepsilon}}^{ave}_{xx}$	17×10^{-4}	-16×10^{-4}	17×10^{-4}	-29×10^{-4}	9×10^{-4}	-1.6×10^{-3}
	$\tilde{\bar{\varepsilon}}^{ave}_{xy}$	7.4×10^{-4}	3.3×10^{-4}	6.4×10^{-4}	16×10^{-4}	5×10^{-4}	9.1×10^{-5}
	$\tilde{\bar{\varepsilon}}^{ave}_{yy}$	13×10^{-4}	58×10^{-4}	11×10^{-4}	9.3×10^{-3}	1×10^{-3}	8.9×10^{-3}
400 cycles							
($2^{ème}$ période)	$\tilde{\bar{\varepsilon}}^{ave}_{xx}$	17×10^{-4}	-16×10^{-4}	18×10^{-4}	-31×10^{-4}	9×10^{-4}	-1.6×10^{-3}
	$\tilde{\bar{\varepsilon}}^{ave}_{xy}$	7.4×10^{-4}	3.5×10^{-4}	6.7×10^{-4}	19×10^{-4}	4×10^{-4}	8.4×10^{-5}
	$\tilde{\bar{\varepsilon}}^{ave}_{yy}$	13×10^{-4}	61×10^{-4}	14×10^{-4}	10.6×10^{-3}	1.2×10^{-3}	10.2×10^{-3}
600 cycles							
($3^{ème}$ période)	$\tilde{\bar{\varepsilon}}^{ave}_{xx}$	17×10^{-4}	-16×10^{-4}	18×10^{-4}	-32×10^{-4}	9×10^{-4}	-1.6×10^{-3}
	$\tilde{\bar{\varepsilon}}^{ave}_{xy}$	8.1×10^{-4}	3.6×10^{-4}	7.1×10^{-4}	22×10^{-4}	5×10^{-4}	5.8×10^{-5}
	$\tilde{\bar{\varepsilon}}^{ave}_{yy}$	14×10^{-4}	63×10^{-4}	16×10^{-4}	11.5×10^{-3}	1.3×10^{-3}	11.1×10^{-3}
800 cycles							
($4^{ème}$ période)	$\tilde{\bar{\varepsilon}}^{ave}_{xx}$	16×10^{-4}	-16×10^{-4}	19×10^{-4}	-33×10^{-4}	9×10^{-4}	-1.6×10^{-3}
	$\tilde{\bar{\varepsilon}}^{ave}_{xy}$	7.3×10^{-4}	3.8×10^{-4}	7.4×10^{-4}	24×10^{-4}	6×10^{-4}	3.5×10^{-5}
	$\tilde{\bar{\varepsilon}}^{ave}_{yy}$	14×10^{-4}	65×10^{-4}	17×10^{-4}	12.3×10^{-3}	1.4×10^{-3}	12×10^{-3}
1000 cycles							
($5^{ème}$ période)	$\tilde{\bar{\varepsilon}}^{ave}_{xx}$	16×10^{-4}	-15×10^{-4}	19×10^{-4}	-33×10^{-4}	10×10^{-4}	-1.6×10^{-3}
	$\tilde{\bar{\varepsilon}}^{ave}_{xy}$	7.1×10^{-4}	4×10^{-4}	7.8×10^{-4}	26×10^{-4}	6×10^{-4}	2.5×10^{-5}
	$\tilde{\bar{\varepsilon}}^{ave}_{yy}$	14×10^{-4}	67×10^{-4}	19×10^{-4}	13×10^{-3}	1.5×10^{-3}	12.9×10^{-3}

	Rapport de contraction				
	1^{er} période	$2^{ème}$ période	$3^{ème}$ période	$4^{ème}$ période	$5^{ème}$ période
MGF/0°					
$\tilde{\bar{\nu}}$	0.276	0.262	0.254	0.236	0.224
MGF/45°					
$\tilde{\bar{\nu}}$	0.312	0.293	0.278	0.268	0.254
MGF/90 °					
$\tilde{\bar{\nu}}$	0.179	0.157	0.144	0.133	0.124

Un rapport de contraction macroscopique «coefficient de poisson» est ensuite calculé pour quantifier le changement du volume dû à la contraction du matériau. Pour les trois orientations angulaires, il est observé que : *1)* le rapport global de contraction est beaucoup plus important pour l'angle 0° que pour l'angle 90°. *2)* le taux de contraction pour une orientation donnée diminue de manière régulière au cours des cycles sélectionnés, ce qui est souvent le cas pour un matériau poreux ou endommagé.

5.2.2.3 Analyse calorimétrique

On s'intéresse maintenant au caractère hétérogène des champs des sources de chaleur. Il convient de rappeler que les sources de chaleur sont déterminées en utilisant les informations thermiques fournies par la caméra IR.
On présente dans ce qui suit, les variations de température, la dissipation intrinsèque moyenne par cycle ainsi que les amplitudes des sources thermoélastiques associées aux composites polyamide et déterminées sur 5 étapes de cycles. Les images sélectionnées sur Figure 5.22, Figure 5.23 et Figure 5.24 montrent les distributions spatiales de ces champs de sources de chaleur. Les écarts types et les valeurs moyennes associés aux champs calorimétriques sélectionnés sont regroupés dans Tableau 5.7. Il convient de noter que la répartition spatiale des champs calorimétriques est elle aussi fortement hétérogène et que celle-ci évolue progressivement cycle après cycle. Les hétérogénéités spatiales sont très visibles dans toutes les images calculées. Par contraste avec la matrice polyamide 6.6 pour laquelle il est montré que la localisation des mécanismes dissipatifs a lieu dans une direction arbitraire, le développement de ces mécanismes, lorsque la matrice polyamide 6.6 est renforcée par des fibres, semble être guidée par les fibres et se propage suivant leur direction. Par exemple, la propagation des localisations dans le cas du composite MGF/0° se fait dans le sens de la longueur de l'échantillon, et donc les zones chaudes se propagent librement dans la direction de chargement. Dans ce cas, l'intensité de la dissipation intrinsèque a une valeur maximale d'environ 0,12 °C.s^{-1} plus faible que l'étendue des sources thermoélastiques qui est de l'ordre de 6,5 °C.s^{-1}. À noter que les zones dissipatives ne se superposent pas à celles où l'étendue de la source thermoélastique est maximale.

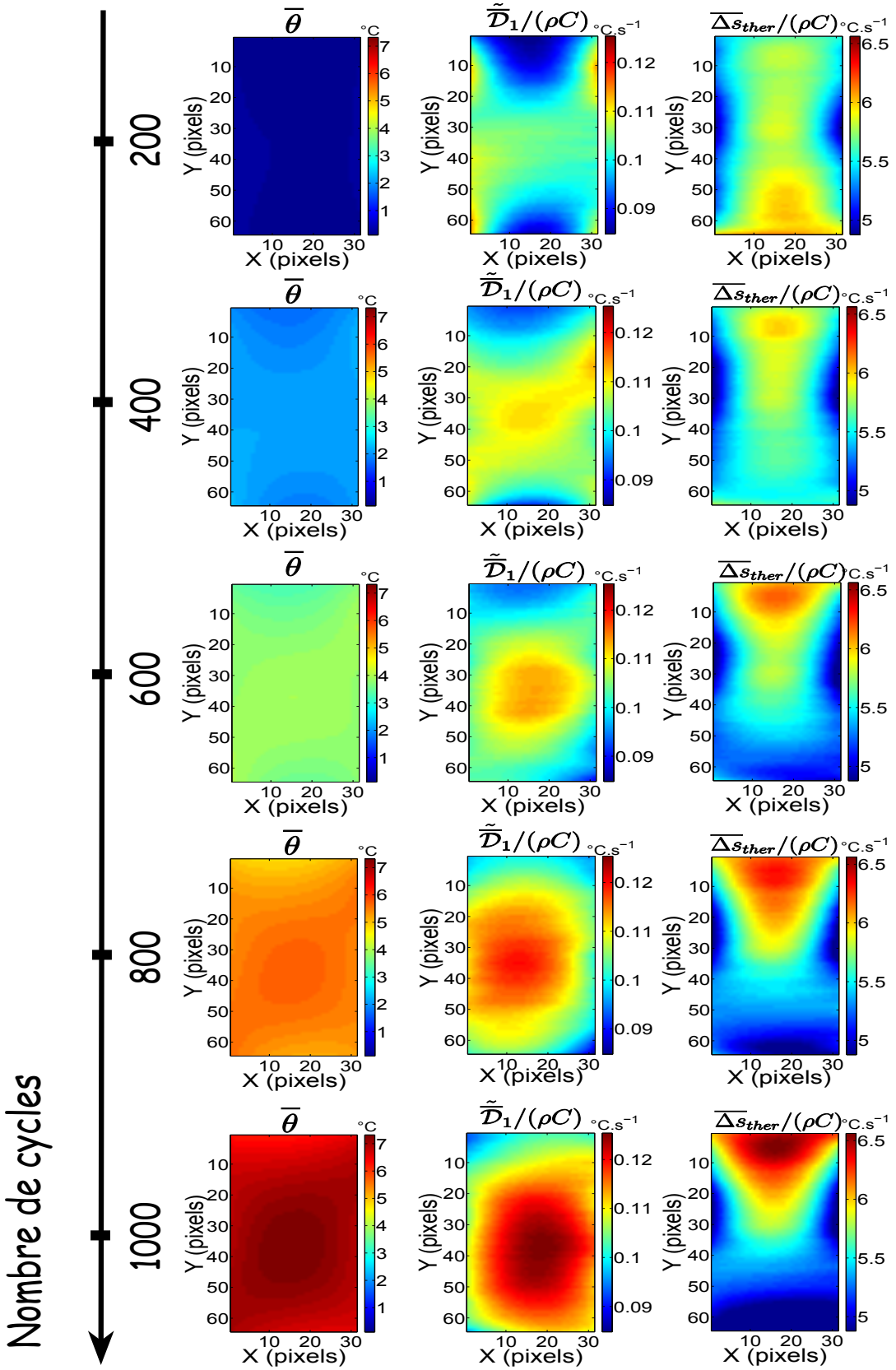

Figure 5.22 – *Champs de variations de température, de dissipation intrinsèque moyenne par cycle et d'amplitude thermoélastique d'un composite renforcé de fibres de verre orientées à 0°. La résolution spatiale est 0.357 mm/pixel.*

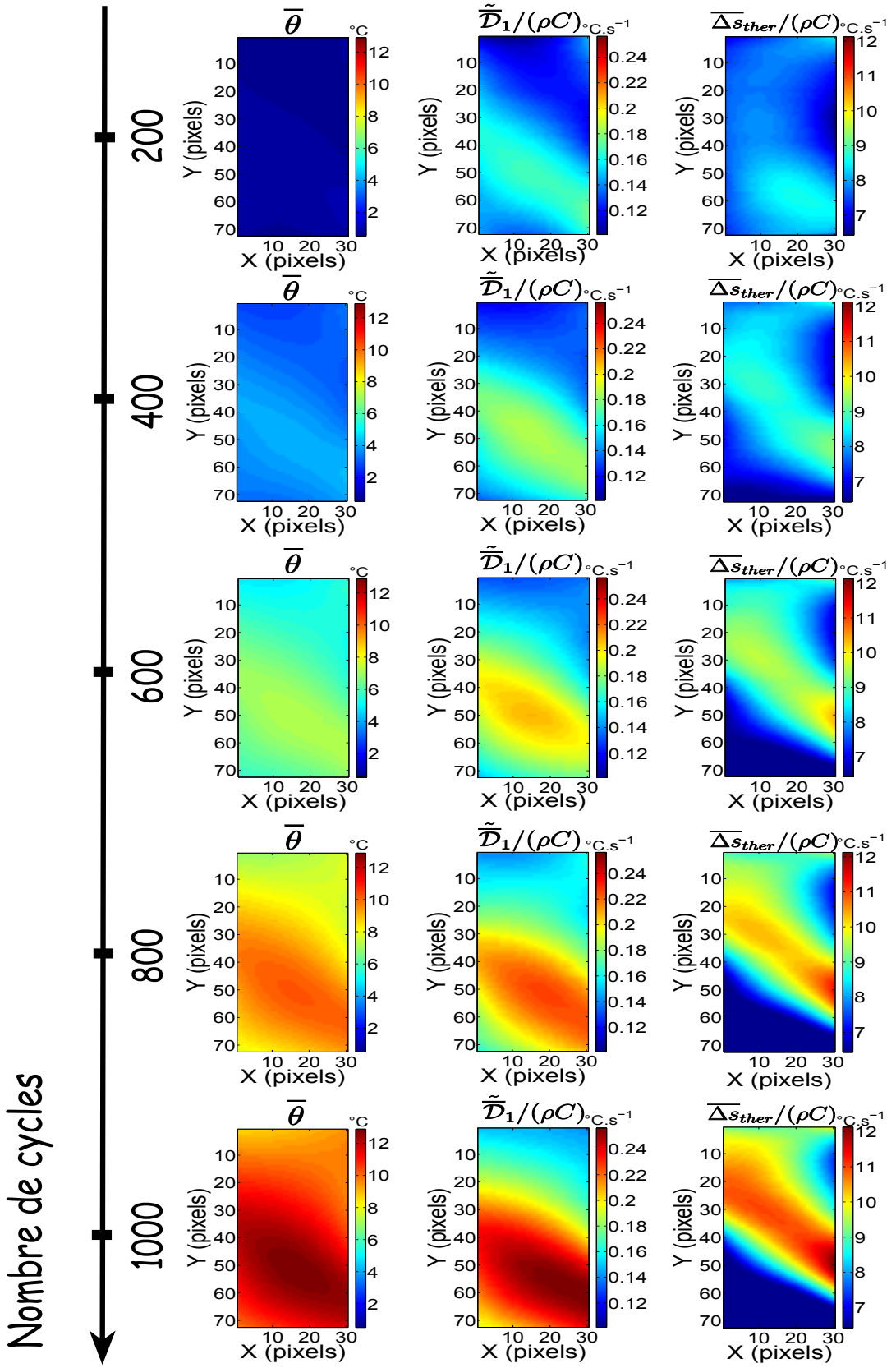

Figure 5.23 – *Champs de variations de température, de dissipation intrinsèque moyenne par cycle et d'amplitude thermoélastique d'un composite renforcé de fibres de verre orientées à 45°. La résolution spatiale est 0.357 mm/pixel.*

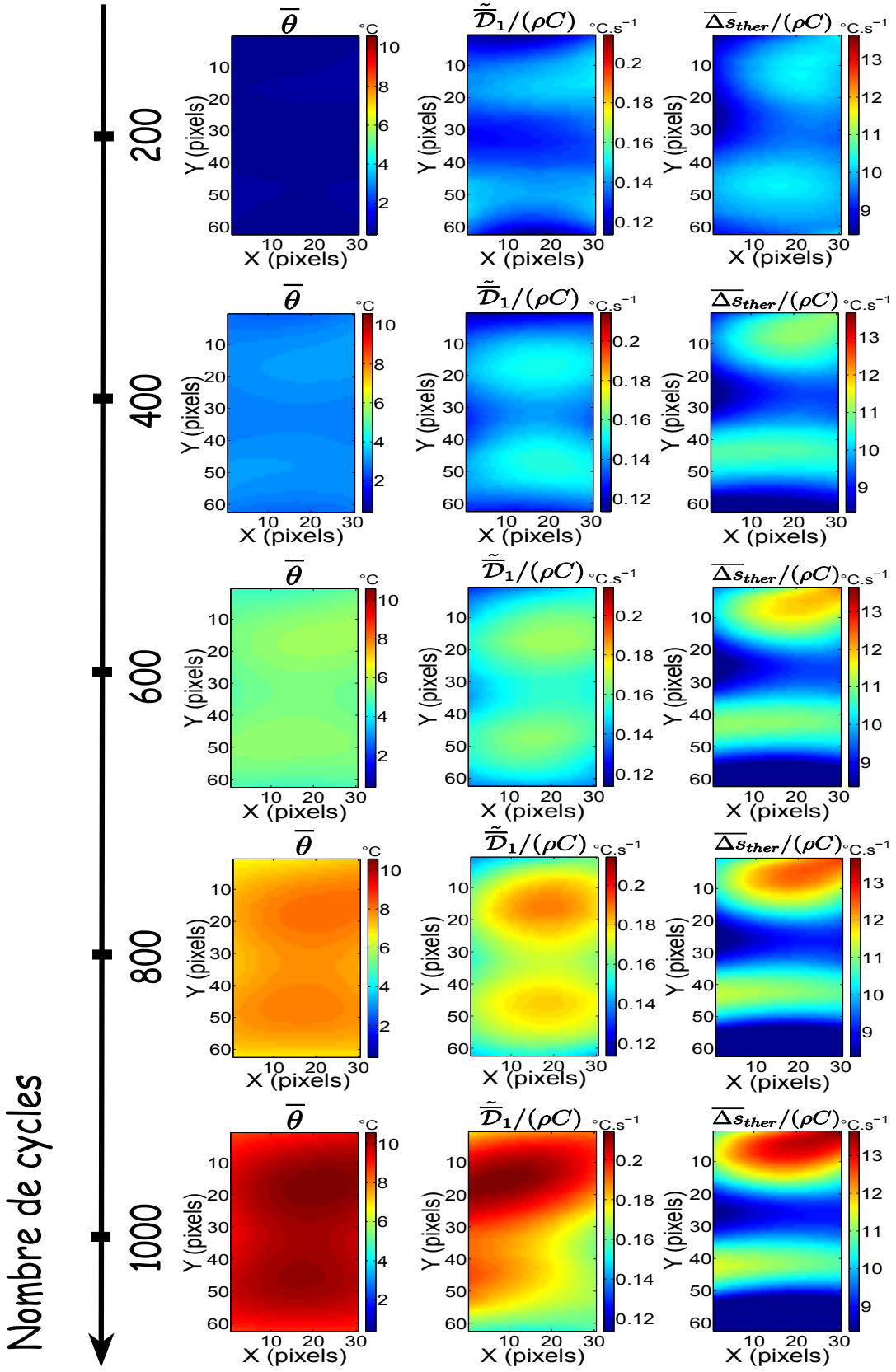

Figure 5.24 – *Champs de variations de température, de dissipation intrinsèque moyenne par cycle et d'amplitude thermoélastique d'un composite renforcé de fibres de verre orientées à 90°. La résolution spatiale est 0.357 mm/pixel.*

Tableau 5.7 – *Écarts type et valeurs moyennes spatiales associés aux champs calorimétriques indiqués à la* Figure *5.22, 5.23 et 5.24.*

		MGF/0°		MGF/45°		MGF/90°	
		Écart type	moyenne	Écart type	moyenne	Écart type	moyenne
		°C	°C	°C.s^{-1}	°C.s^{-1}	°C.s^{-1}	°C.s^{-1}
200 cycles							
(1^{er} période)	$\overline{\theta}$	3.16×10^{-2}	0.196	0.11	0.74	3.9×10^{-2}	0.49
	$\tilde{\overline{\mathcal{D}}}_1/(\rho C)$	5.8×10^{-3}	0.101	1.8×10^{-2}	0.14	7.4×10^{-3}	0.13
	$\overline{\Delta s_{ther}}/(\rho C)$	0.22	5.65	0.416	7.82	0.41	9.71
400 cycles							
($2^{ème}$ période)	$\overline{\theta}$	0.1	2.04	0.42	3.53	0.14	2.95
	$\tilde{\overline{\mathcal{D}}}_1/(\rho C)$	4.9×10^{-3}	0.102	2.01×10^{-2}	0.15	7.9×10^{-3}	0.14
	$\overline{\Delta s_{ther}}/(\rho C)$	0.22	5.56	0.71	7.99	0.82	9.79
600 cycles							
($3^{ème}$ période)	$\overline{\theta}$	0.15	3.77	0.7	6.24	0.22	5.37
	$\tilde{\overline{\mathcal{D}}}_1/(\rho C)$	5.2×10^{-3}	0.104	2.29×10^{-2}	0.17	6.9×10^{-3}	0.15
	$\overline{\Delta s_{ther}}/(\rho C)$	0.3	5.5	1.37	8.11	1.32	9.85
800 cycles							
($4^{ème}$ période)	$\overline{\theta}$	0.19	5.44	0.95	8.89	0.31	7.68
	$\tilde{\overline{\mathcal{D}}}_1/(\rho C)$	6×10^{-3}	0.109	2.55×10^{-2}	0.19	9×10^{-3}	0.17
	$\overline{\Delta s_{ther}}/(\rho C)$	0.39	5.53	2.1	8.24	1.77	9.78
1000 cycles							
($5^{ème}$ période)	$\overline{\theta}$	0.25	6.96	1.18	11.2	0.42	9.92
	$\tilde{\overline{\mathcal{D}}}_1/(\rho C)$	6.9×10^{-3}	0.114	3.69×10^{-2}	0.21	1.58×10^{-2}	0.19
	$\overline{\Delta s_{ther}}/(\rho C)$	0.53	5.46	2.82	8.34	2.26	9.76

5.2.3 Synthèse sur les résultats locaux

Les résultats issus de l'analyse des champs de mesures nous ont permis de contrôler le caractère homogène/hétérogène des mécanismes de déformation se développant au sein du polyamide 6.6 vierge et celui renforcé de fibres de verre, et de mieux estimer le degré d'approximation consenti lors de la construction des bilans globaux d'énergie.
De l'analyse cinématique, nous avons pu voir, dans le cas de la matrice polyamide 6.6 non renforcée, des champs de déformation de cisaillement et de contraction relativement homogènes avec de faibles localisations. Pour les champs de la composante longitudinale, l'hétérogénéité a été toujours présente et est devenue de plus en plus importante pour les états de fatigue les plus avancés (à partir de 2500 cycles).
La même analyse menée cette fois-ci sur des échantillons composites a montré des localisations très importantes pour les composantes de déformation longitudinales et celles de cisaillement. Cependant, les distributions spatiales des champs de composante de contraction étaient également hétérogènes mais restaient à peu près constantes au cours de l'essai. De plus, il a été constaté que les zones de localisation apparaissaient dès les premières images sélectionnées. L'analyse cinématique nous a aussi permis de mettre en évidence un effet d'orientation des fibres sur la direction suivant laquelle les bandes de localisation se

développent préférentiellement.
Les hétérogénéités spatiales des sources de chaleur apparaissaient aussi fortement dans toutes les images sélectionnées. Les motifs de localisation sont restés cependant aléatoires avec aucune direction privilégiée dans le cas du polyamide 6.6 non renforcé. Cependant, dans le cas de matrice renforcée, la distribution des sources de chaleur a semblé être guidée par les fibres et s'est propagée préférentiellement suivant leur direction. Concernant l'exploitation des champs de mesure, beaucoup reste à faire et le caractère très vite hétérogène de la réponse des éprouvettes composites nous incite à améliorer les méthodes de traitement de façon à pouvoir construire des bilans locaux d'énergie.
Un point dur est sans doute l'estimation locale des champs de contraintes puis de la distribution des énergies de déformation. C'est certainement l'une des perspectives de ce travail sur laquelle nous reviendrons dans la conclusion générale du mémoire.

Conclusions & Perspectives

Ce travail de thèse s'est fixé pour objectif d'observer et de mieux comprendre le comportement énergétique du polyamide 6.6 vierge et renforcé de fibres de verre courtes lors de chargements cycliques de traction-traction uniaxiale ($R_\sigma = 0.1$). Durant ce travail, des bilans énergétiques ont donc été réalisés à l'aide de techniques d'imagerie quantitative : la thermographie infrarouge et la corrélation d'images de granularité. Ces bilans ont montré l'importance relative des effets de couplage et de dissipation lors des cycles de chargement. Ils ont aussi permis d'analyser la nature énergétique des boucles d'hystérésis et de suivre les cinétiques des taux d'énergie mis en jeu.
Les essais réalisés durant cette thèse ont été principalement des essais cycliques de fatigue uniaxiale ($R_\sigma = 0.1$) pour deux vitesses de chargement (f_s =1 et 10 Hz) à différents niveaux d'humidité relative (e.g. RH0, RH50 et RH80) et différentes configurations de fibres de verre (0°, 45° et 90°). Les résultats majeurs issus des analyses globales puis locales peuvent être récapitulés de la façon suivante :

- *Analyses méso et macroscopique*. Le premier résultat à mettre en avant nous semble être le caractère non homogène de la réponse de la partie utile des éprouvettes. Cette hétérogénéité apparaît dès les premiers cycles, que ce soit sur le plan mécanique (énergie de déformation) ou calorimétrique (énergie dissipée). Le bruit sur les données cinématiques et thermiques et les techniques de traitement (au cours desquels des dérivations multiples des données expérimentales doivent être effectuées) peuvent certainement être invoquées. Il reste toutefois que les zones présentant des niveaux "faibles" ou "forts" de réponses sont stables au cours de l'essai. L'erreur, si erreur il y avait, serait donc à chercher du côté des erreurs systématiques et non aléatoires. Pour se convaincre de l'origine matérielle de cette hétérogénéité, nous avons comparé des distributions issues des données mécaniques et thermiques comme la distribution de la trace du tenseur des contraintes planes aux sources thermoélastiques et la distribution du taux moyen d'énergie de déformation sur un cycle à la dissipation moyenne. Dans ces deux cas, une corrélation existe théoriquement entre ces champs. Le résultat de la confrontation des champs de mesure conduit à une corrélation nette entre ces distributions d'origine diverse. Il nous a donc semblé légitime de faire confiance aux traitements d'image qui montrent que la partie utile de l'échantillon se comporte

très vite comme une structure et pas simplement comme un matériau. Les zones de localisation s'affirment progressivement au cours de l'essai, traduisant la fatigue du matériau et conduisant à la rupture de l'éprouvette.

- *Stabilisation cyclique :* le second point est associé à l'analyse globale réalisée pour "dégrossir", dans le temps imparti à la thèse, l'analyse du comportement du polyamide renforcé ou non, humide ou non, chargé "rapidement" ou non. Certainement, en lien direct avec ce qui précède, la réponse moyenne des échantillons ne se stabilise jamais que ce soit sur le plan mécanique (non stabilisation de la boucle d'hystérésis) ou thermodynamique (stockage d'énergie sur un cycle). Là encore, ces points vont, selon nous, dans le sens d'une "fatigue" progressive de la structure-éprouvette.

- *Effet de fréquence de sollicitation sur la forme du bilan énergétique de la matrice polyamide 6.6*. Nous avons constaté que les hautes fréquences de chargement ont favorisé le stockage plutôt que la dissipation d'énergie alors que les faibles fréquences ont montré comparativement un niveau de dissipation élevé. D'un point de vue mécanique, nous avons observé, dans les 2 cas, un effet de rochet (fluage induit par une contrainte moyenne non nulle) très important dans le cas de faibles fréquences contrairement au cas de fortes fréquences où cet effet semble être limité aux quelques premiers cycles de sollicitation.

- *Effet de teneur en eau sur les réponses énergétiques de la matrice polyamide 6.6*. La forme du bilan énergétique change lorsqu'on passe d'un polyamide 6.6 sec à un autre conditionné à RH50. Logiquement, à une fréquence de sollicitation donnée, la présence d'eau dans le polyamide crée un effet plastifiant qui a tendance à favoriser la dissipation de l'énergie. Par ailleurs, nous avons remarqué qu'au-delà d'un certain niveau d'humidité relative les taux d'énergie semblent ne plus être affectés par la variation de la teneur en eau. Les résultats ont alors montré un taux moyen par cycle d'énergie de déformation distribué de façon égale en puissance bloquée et dissipée.

- *Effet de libération d'énergie bloquée*. Lors d'essais réalisés à haute fréquence jusqu'à rupture, nous avons observé, qu'au niveau des derniers cycles devançant la rupture du matériau sollicité, la dissipation intrinsèque moyenne par cycle devenait plus importante que le taux moyen par cycle d'énergie de déformation. En conséquence, des valeurs négatives du taux d'énergie bloquée sont apparues en fin de vie du matériau. Ce résultat formulé à l'échelle macroscopique méritera d'être repris au regard des champs de mesure en se focalisant sur la forme locale des bilans d'énergie dans des lieux où la dissipation est la plus intense.

- *Inversion thermoélastique*. Pour un certain niveau d'humidité (et de déformation), l'analyse des mécanismes de couplage a permis de mettre en évidence une inversion des effets oscillatoires de la température lors des cycles. La température oscille en phase avec la contrainte pour un comportement élastique entropique alors qu'elle est en opposition de phase pour un couplage thermoélastique standard (induit par la thermodilatabilité du matériau). La présence d'effet entropique montre que la matrice polymère se situe au dessus de sa température de transition vitreuse et présente alors un

comportement caoutchoutique.

- *Effet d'orientation des fibres dans le cas de composites renforcés de fibres de verre courtes*. Les résultats issus d'approches globales ont montré une forte dépendance de la forme du bilan énergétique aux orientations des fibres de verre, préférentiellement orientées à 0°, 45° et 90° par rapport à la direction de sollicitation. Les composites humides (RH80) à fibres transverses favorisent le stockage plutôt que la dissipation d'énergie alors que les composites humides à 0°et 45° montrent un niveau de dissipation élevé. Les échantillons secs, ont, eux, tendance à stocker une proportion toujours plus grande d'énergie lorsqu'on passe de 0°à 90°. Enfin, on retrouve sur les composites l'effet de fréquence observé sur la matrice à savoir une augmentation du stockage d'énergie avec les hautes fréquences.

- *Niveaux d'hétérogénéité*. Les techniques de mesure de champs ont été utilisées pour mieux appréhender les phénomènes de localisation de déformation et de sources de chaleur. Les analyses cinématiques menées ont montré que la matrice polyamide répondait de façon bien plus homogène que la matrice renforcée avec des zones de localisation relativement stables, détectables très tôt durant l'essai et s'intensifiant avec les cycles. Dans le cas des échantillons composites à 45° et 90°, les champs de déformation ont fait apparaître de fortes localisations en bande, traversant les composites en suivant la direction des fibres.
  L'analyse calorimétrique quant à elle, menée cette fois-ci sur la matrice polyamide, a montré une zone de localisation qui se concentre progressivement pour former une bande qui traverse la largeur de l'échantillon de façon quasi perpendiculaire à l'axe de traction. Lorsque la matrice polyamide 6.6 est renforcée de fibres de verre, la propagation des zones de localisation semble plutôt être guidée par l'orientation des fibres de verre.

De nombreuses perspectives peuvent être proposées à l'issue de ce travail de thèse :

- Une première perspective à ce travail de thèse pourrait être d'exploiter les données locales de mesures couplées (cinématiques et calorimétriques) et de parvenir à établir de façon systématique des bilans d'énergie locaux complets. L'objectif de tels bilans, à moyen terme, serait de relier l'évolution de l'énergie bloquée aux transformations microstructurales produites au sein des matériaux. Un rapprochement des résultats énergétiques mésoscopiques obtenus ici avec les mesures d'endommagement obtenues par microscopie électronique et tomographie [Arif *et al.*, 2014b] serait particulièrement intéressant, ne serait-ce que pour estimer le coût énergétique de la cinétique d'endommagement et donc de la fatigue du matériau. Il serait aussi intéressant de contrôler si les zones de fortes localisation dans les champs de puissances de déformation et dissipée sont identiques, ce que nous avons commencé à vérifier sur la matrice polyamide non chargée. A ce niveau, il serait nécessaire de développer une nouvelle approche permettant d'estimer à partir des mesures de champs l'état de contrainte dans un matériau composite, ceci afin de calculer de façon fiable la distribution du taux d'énergie de déformation au sein d'un matériau fortement anisotrope.

- Une autre perspective, fondamentale, consisterait à réaliser des essais de recouvrance sur des échantillons de polyamide afin de mieux comprendre l'origine et la nature du blocage d'énergie observé. L'idée sous-jacente serait d'arriver à décomposer l'énergie bloquée à la fin d'un essai en une partie récupérable, à terme, sous forme de déformation (viscoélastique), d'une partie complémentaire, correspondant, cette fois, aux variations d'énergie interne induites par les transformations microstructurales.

- Il pourrait aussi être intéressant d'étendre l'étude du bilan de puissance aux d'essais de fatigue à très grands nombre de cycles. Les essais cycliques réalisés ici (10^4 cycles demandés dans le cadre du projet) restent courts (fatigue oligocyclique) et une extension vers des essais longs serait nécessaire à la validation d'un critère d'une durée de vie en fatigue de ces matériaux. A ce niveau, c'est toute la stratégie expérimentale liée au stockage et au traitement des données qu'il conviendrait de reprendre. Des efforts en ce sens sont déjà en cours, un nouveau dispositif de stockage et traitement étant bientôt opérationnel au sein de LMGC.

- Il serait aussi intéressant de reprendre la théorie de la thermoélasticité anisotrope introduite dans le chapitre 2 et de l'appliquer aux composites renforcés de fibre de verre. Jusqu'ici les amplitudes thermoélastiques obtenues via l'approche locale ont été calculées sous l'hypothèse d'isotropie. Cette hypothèse reste grossière et nécessite une validation et/ou une amélioration dans les prochains travaux. Une des voies possibles consiste à utiliser des techniques d'homogénéisation déjà développées par les autres partenaires du projet. Ces techniques vont nous permettre de faire le lien entre le comportement macroscopique du composite et celui microscopique des constituants (matrice PA6.6 et fibres de verre).

- Sur le plan de la modélisation du comportement thermomécanique du PA6.6 renforcé, la stratégie de développer, au sein du groupe DURAPFIP, un modèle thermomécanique pour la matrice PA6.6 seule, nous semble parfaitement pertinente. Elle permet en effet de sérier les difficultés qui sont nombreuses et de diverses natures. Ce modèle devrait pouvoir rendre compte des effets thermomécaniques de fréquence et d'humidité, tout comme des effets d'inversion thermoélastique annonciateurs du caractère caoutchoutique du matériau.
  Un autre point important du modèle de matrice serait de rendre compte du développement précoce et progressif des mécanismes locaux d'endommagement. Un rapprochement de mesures d'endommagement avec les zones de "localisation énergétique" à l'échelle mésoscopique nous semble être une voie prometteuse pour tenter de construite une mesure mésoscopique du dommage.
  Le passage au comportement du PA6.6 renforcé devrait pouvoir être réalisé via des techniques de changement d'échelle afin de rendre compte de l'anisotropie induite par la présence des fibres de verre et des interactions complexes fibres/matrice. Une difficulté majeure à ce niveau nous semble être la prise en compte des hétérogénéités matérielles observées à une échelle mésoscopique via les mesures de champs cinématiques et thermiques.
  Concernant enfin la définition et l'identification d'une cinétique de fatigue permettant à l'ingénieur d'estimer de façon pratique la durée de vie des pièces conçues, il nous

semble que l'approche locale par imagerie quantitative développée ici est une voie prometteuse dans la mesure où à l'échelle mésoscopique elle permet de repérer très tôt les zones matérielles qui "fatiguent" préférentiellement, d'estimer leurs nombres, leurs formes et l'évolution de leurs intensités au cours des cycles. Les techniques d'imagerie sont désormais bien en place et offrent à l'expérimentateur des champs de mesure lui permettant d'analyser le comportement du matériau (à l'échelle des optiques des systèmes d'imagerie...) en limitant les effets de structure. Un changement radical de stratégie numérique (parallélisation, composants DSP dédiés) doit désormais être envisagé afin de réduire fortement les temps de traitement d'images et les rendre compatibles avec les exigences du développement industriel.

Annexe A : Thermoélasticité classique

Le contenu de cette annexe s'inspire fortement de l'approche développée dans l'article de Wong et al. [Wong et al., 1987].

La mécanique du continu est régie par trois grands principes de conservation : conservation de la masse, de la quantité de mouvement et de l'énergie. Dans la mécanique des solides, une loi supplémentaire reliant les contraintes aux déformations et aux températures est aussi nécessaire pour bien décrire le comportement du solide en considération. Dans le cas de l'élasticité linéaire (solide hookéen), et dans le cadre de petites déformations quasi-statiques, ces lois de conservation peuvent être écrites de la manière suivante :

- Conservation de la masse :

$$\rho = \rho_o, \tag{5.12}$$

  avec ρ et ρ_o sont respectivement les masses volumiques du système à l'état déformé et non déformé.
- Conservation de la quantité de mouvement (dans sa notation indicielle) :

$$\sigma_{pq,q} = -\rho_o \mathcal{F}_p, \quad \text{sommation sur} \quad q = 1,\ 2,\ 3, \tag{5.13}$$

  avec σ_{pq} est le tenseur de contrainte, et $\mathcal{F}_p$ est la force par unité de masse appliquée au système.
- Conservation de l'énergie :

$$\rho_o \left(\dot{e} - r_e\right) = \sigma_{pq}\dot{\varepsilon}_{pq} - q_{p,p}, \tag{5.14}$$

  avec e est le taux des variations de l'énergie interne spécifique, r_e une densité de source volumique de chaleur d'origine extérieure et q_p le flux de chaleur instantané s'échangeant avec la frontière du système.
- loi de comportement (loi de Duhamel-Neumann pour un solide homogène, isotrope en thermoélasticité linéaire) :

$$\sigma_{pq} = \frac{E}{(1+\nu)(1-2\nu)}\left[(1-2\nu)\,\varepsilon_{pq} + \nu\varepsilon_{ii}\delta_{pq}\right] - \frac{E\alpha_{th}\Delta\theta}{(1-2\nu)}\delta_{pq}, \tag{5.15}$$

ou encore :

$$\sigma_{pq} = 2\mu\varepsilon_{pq} + \left[\lambda\varepsilon_{ii}\delta_{pq} - (3\lambda + 2\mu)\,\alpha_{th}\Delta\theta\right]\delta_{pq}, \tag{5.16}$$

avec E, ν, μ et λ sont respectivement le module de Young, le coefficient de poisson, le module de cisaillement et le premier coefficient de Lamé. Tandis que α_{th}, $\Delta\theta = T - T_o$, δ_{pq} et ε_{ii} sont le coefficient de dilatation thermique isotrope, les variations de température avec T et T_o sont les températures courante et ambiante, le symbole de Kronecker et le premier invariant du tenseur de déformation, respectivement.

Nous introduisons par la suite l'énergie libre spécifique de Helmholtz ψ fonction des variables d'état ε_{pq} et T :

$$\psi = e - Ts, \tag{5.17}$$

avec s l'entropie spécifique.
Nous pouvons écrire donc :

$$\dot{\psi} = \frac{\partial\psi}{\partial\varepsilon_{pq}}\dot{\varepsilon}_{pq} + \frac{\partial\psi}{\partial T}\dot{T} = \dot{e} - T\dot{s} - s\dot{T}. \tag{5.18}$$

Il en ressort de cette équation que :

$$\dot{e} = \frac{\partial\psi}{\partial\varepsilon_{pq}}\dot{\varepsilon}_{pq} + \frac{\partial\psi}{\partial T}\dot{T} + T\dot{s} + s\dot{T}. \tag{5.19}$$

En injectant Eq. 5.19 dans Eq. 5.14, il vient que :

$$\left(\rho_o\frac{\partial\psi}{\partial\varepsilon_{pq}} - \sigma_{pq}\right)\dot{\varepsilon}_{pq} + \rho_o\left(\frac{\partial\psi}{\partial T} + s\right)\dot{T} = -\left[\rho_o\left(T\dot{s} - r_e\right) + q_{p,p}\right]. \tag{5.20}$$

Comme cette équation est valable pour tout couple $\left(\dot{\varepsilon}_{pq}, \dot{T}\right)$, et comme les quantités au côté droit de Eq. 5.20 sont indépendantes de ce couple, il vient que :

$$\sigma_{pq} = \rho_o\frac{\partial\psi}{\partial\varepsilon_{pq}}, \quad s = -\frac{\partial\psi}{\partial T}. \tag{5.21}$$

Or, le second principe de la thermodynamique nous permet d'écrire que :

$$q_{p,p} = \rho_o\left(r_e - T\dot{s}\right) \tag{5.22}$$

La dérivation du tenseur de contrainte (Eq. 5.21) par rapport à la température donne :

$$\frac{\partial\sigma_{pq}}{\partial T} = \rho_o\frac{\partial^2\psi}{\partial\varepsilon_{pq}\partial T}. \tag{5.23}$$

Or, le taux de l'entropie spécifique peut être obtenu via Eq. 5.21 :

$$\dot{s} = -\frac{\partial^2\psi}{\partial\varepsilon_{pq}\partial T}\dot{\varepsilon}_{pq} - \frac{\partial^2\psi}{\partial T^2}\dot{T} = -\frac{1}{\rho_o}\frac{\partial\sigma_{pq}}{\partial T}\dot{\varepsilon}_{pq} - \frac{\partial^2\psi}{\partial T^2}\dot{T}. \tag{5.24}$$

En injectant Eq. 5.24 dans Eq. 5.22, il vient que

$$q_{p,p} = T\frac{\partial\sigma_{pq}}{\partial T}\dot{\varepsilon}_{pq} - \rho_o C_\varepsilon\dot{T} + \rho_o r_e. \tag{5.25}$$

De l'équation de comportement Eq. 5.16, nous pouvons écrire :

$$\frac{\partial \sigma_{pq}}{\partial T} = 2\frac{\partial \mu}{\partial T}\varepsilon_{pq} + \left[\frac{\partial \lambda}{\partial T}\varepsilon_{ii} - \frac{\partial\left(\left(3\lambda+2\mu\right)\alpha_{th}\right)}{\partial T}\Delta\theta - \left(3\lambda+2\mu\right)\alpha_{th}\right]\delta_{pq}. \tag{5.26}$$

En notant par $\varrho = (3\lambda + 2\mu)\,\alpha_{th}$, et en injectant Eq. 5.26 dans Eq. 5.25, nous pouvons écrire :

$$q_{p,p} = T\left[\left(-\varrho - \frac{\partial \varrho}{\partial T}\Delta T + \frac{\partial \lambda}{\partial T}\varepsilon_{ii}\right)\delta_{pq} + 2\frac{\partial \mu}{\partial T}\varepsilon_{pq}\right]\dot{\varepsilon}_{pq} - \rho_o\, C_\varepsilon \dot{T} + \rho_o r_e. \tag{5.27}$$

Dans des conditions adiabatiques avec aucun échange avec l'extérieur, cette équation (Eq. 5.27) peut être simplifiée sous la forme :

$$\rho_o\, C_\varepsilon \frac{\dot{T}}{T} = \left[\left(-\varrho - \frac{\partial \varrho}{\partial T}\Delta T + \frac{\partial \lambda}{\partial T}\varepsilon_{ii}\right)\delta_{pq} + 2\frac{\partial \mu}{\partial T}\varepsilon_{pq}\right]\dot{\varepsilon}_{pq}. \tag{5.28}$$

Dans le cas où $p = q$, il vient, de Eq. 5.28, que :

$$\rho_o\, C_\varepsilon \frac{\dot{T}}{T} = -\left(\varrho + \frac{\partial \varrho}{\partial T}\Delta T - \frac{\partial \lambda}{\partial T}\varepsilon_{ii}\right)\dot{\varepsilon}_{ii} + 2\frac{\partial \mu}{\partial T}\varepsilon_p\dot{\varepsilon}_p, \tag{5.29}$$

avec ε_p la valeur principale du tenseur de déformation. Dans le cas où $(\partial\varrho/\partial T)\Delta T$ est négligeable devant ϱ, Eq. 5.29 permet d'écrire :

$$\rho_o\, C_\varepsilon \frac{\dot{T}}{T} = -\left(\varrho - \frac{\partial \lambda}{\partial T}\varepsilon_{ii}\right)\dot{\varepsilon}_{ii} + 2\frac{\partial \mu}{\partial T}\varepsilon_p\dot{\varepsilon}_p. \tag{5.30}$$

Cette relation montre le couplage thermoélastique entre la déformation et la température. Une relation similaire à celle-ci peut être formulée pour les contraintes en injectant Eq. 5.15 dans Eq. 5.30 :

$$\rho_o\, C_\varepsilon \frac{\dot{T}}{T} = -\left[\alpha_{th} + \left(\frac{\nu}{E^2}\frac{\partial E}{\partial T} - \frac{1}{E}\frac{\partial \nu}{\partial T}\right)\sigma_{ii}\right]\dot{\sigma}_{ii} + \left(\frac{1+\nu}{E^2}\frac{\partial E}{\partial T} - \frac{1}{E}\frac{\partial \nu}{\partial T}\right)\sigma_p\dot{\sigma}_p. \tag{5.31}$$

Dans le cas où le chargement est uniaxial ($\sigma_1 = \sigma_{ii}, \dot{\sigma}_1 = \dot{\sigma}_{ii}$ et $\sigma_2 = \dot{\sigma}_2 = \sigma_3 = \dot{\sigma}_3 = 0$), Eq. 5.31 nous permet d'écrire :

$$\rho_o\, C_\varepsilon \frac{\dot{T}}{T} = -\left(\alpha_{th} - \frac{1}{E^2}\frac{\partial E}{\partial T}\sigma_{ii}\right)\dot{\sigma}_{ii}. \tag{5.32}$$

Dans le cas d'une sollicitation cyclique uniaxiale ($\sigma_{ii} = \sigma_m + \Delta\sigma sin(\omega t)$ avec σ_m, $\Delta\sigma$ et ω sont respectivement la moyenne, l'amplitude et la pulsation du signal de contrainte), il vient de Eq. 5.32 que :

$$\rho_o\, C_\varepsilon \frac{\dot{T}}{T} = -\left(\alpha_{th} - \frac{1}{E^2}\frac{\partial E}{\partial T}\sigma_m\right)\omega\Delta\sigma cos(\omega t) + \frac{1}{2E^2}\frac{\partial E}{\partial T}\omega(\Delta\sigma)^2 sin(2\omega t). \tag{5.33}$$

Dans le cas de petites variations de température $\theta = T - T_o \ll T_o$, l'intégration de Eq. 5.33 par rapport au temps donne :

$$\rho\, C_{\boldsymbol{\varepsilon}} \frac{\Delta\theta}{T_o} = -\left(\alpha - \frac{1}{E^2}\frac{\partial E}{\partial T}\sigma_m\right)\Delta\sigma sin(\omega t) + \frac{1}{4E^2}\frac{\partial E}{\partial T}(\Delta\sigma)^2(1 - cos(2\omega t)). \tag{5.34}$$

Annexe B : Résultats issus d'essais cycliques réalisés à 10 Hz

Cette annexe regroupe les résultats issus d'essais cycliques réalisés à une "haute" fréquence de chargement (10 Hz), et appliqués à des échantillons composites de polyamide 6.6 renforcé de fibres de verre courtes. Les valeurs des paramètres caractérisant chaque essai sont indiquées sur chaque figure. L'objectif ici est de proposer une base de données utile pour la construction de lois de comportement de ces composites. Les résultats mécaniques, thermiques et énergétiques sont tracés pour les trois états hygrométriques (RH0, RH50 et RH80), pour les trois configurations des fibres (0°, 45° et 90°), mais aussi pour trois niveaux de contraintes (on parlera schématiquement d'un niveau de contrainte élevé, moyen et faible). L'idée consiste à être capable d'observer les effets de teneur en eau, d'orientation des fibres et de niveau de contrainte sur le comportement thermomécanique de ces composites. Il s'agit aussi de comparer ce comportement avec celui obtenu dans le cas de "faibles fréquences" de chargement (e.g. 1 Hz) pour lequel ces effets ont été largement observés et discutés (cf. chapitre 5).

- *Les réponses mécaniques dans la* Figure 5.25 *montrent l'effet de teneur en eau et orientation de fibres sur la forme des boucles d'hystérésis. Les résultats issus de composites secs montrent des boucles d'hystérésis très fermées et ce durant tout l'essai. A contrario, les résultats relatifs aux composites chargés en humidité font apparaitre des aires d'hystérésis bien plus importantes (environ 10 fois). De plus, L'effet de rochet induit par une accumulation de la déformation reste important dans le cas de composites humides que dans le cas de composites secs. Le même effet est observé lorsqu'on change d'orientation des fibres. Les composites à fibres transverses présentent un effet de rochet plus important que les composites à fibres longitudinales, le cas de fibres à 45°se situant entre les deux extrêmes précédents.*

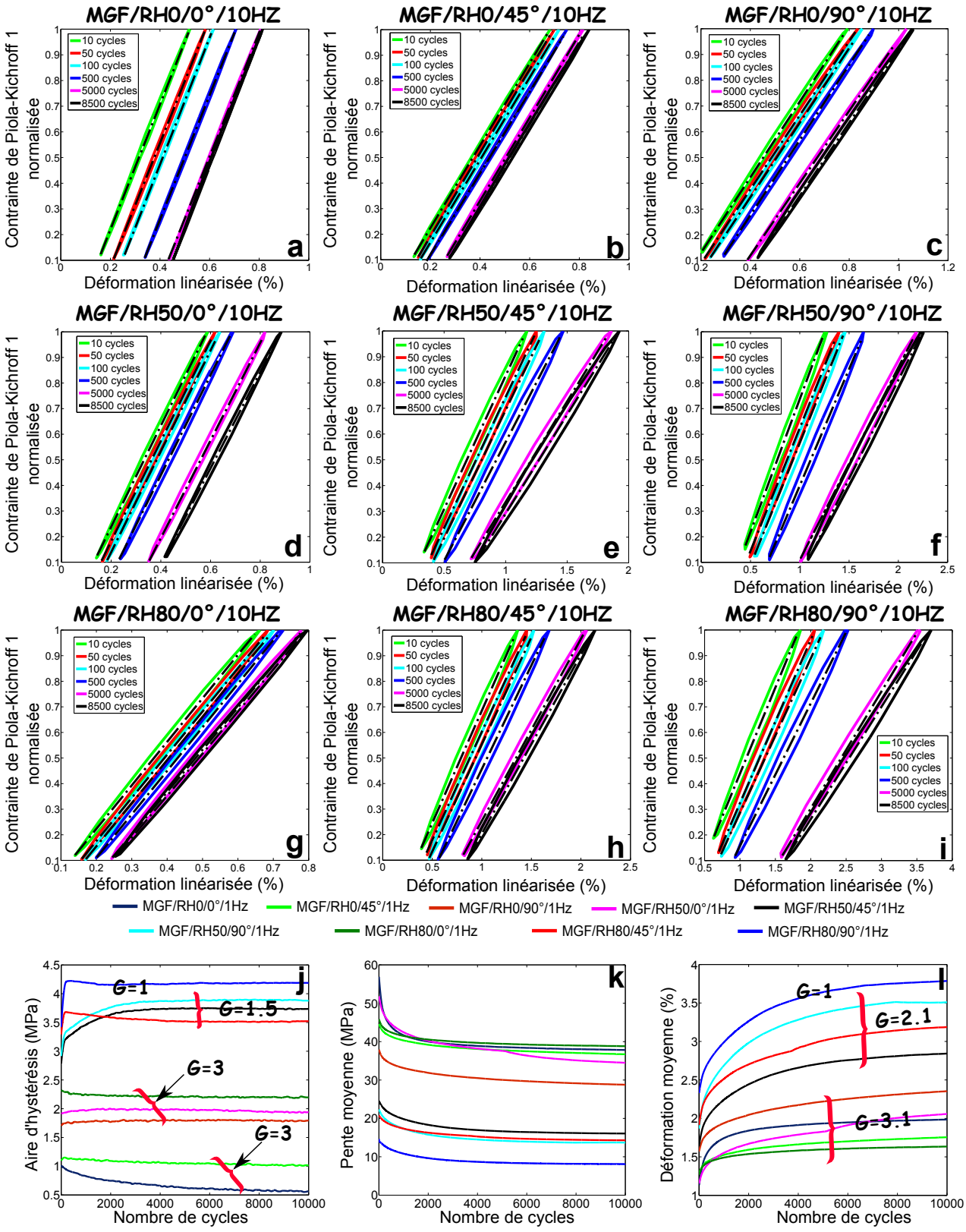

Figure 5.25 – *Courbes de contrainte de Piola-Kichroff 1 normalisée vs déformation linéarisée montrant l'effet de la teneur en eau et de l'orientation des fibres sur les propriétés mécaniques cycliques des composites polyamide 6.6 renforcés de fibres de verre courtes et soumis à une forte fréquence de chargement de 10Hz. Les figures (j), (k) et (l) représentent les paramètres mécaniques choisis pour suivre l'évolution des boucles hystérétiques.*

◇ *Les réponses thermiques regroupées dans la* FIGURE 5.26 *montrent aussi l'effet de teneur en eau et d'orientation de fibres. Les forts auto-échauffements sont observés dans le cas de composites humides alors que les composites secs montrent des niveaux d'auto-échauffements très faibles. Une même conclusion peut être formulée lorsqu'on change d'orientation de fibres de verre. Les composites à fibres transverses montrent des niveaux d'auto-échauffements plus importants que ceux des composites à fibres longitudinales. En comparant ces résultats avec ceux obtenus dans* FIGURE 5.13*, de fortes différences quant à l'élévation de température peuvent être observées : 1) Aucune baisse et aucune stabilisation dans le signal thermique à 10 Hz 2) le niveau d'auto-échauffement atteint est plus important dans le cas à 10 Hz que dans le cas à 1 Hz.*

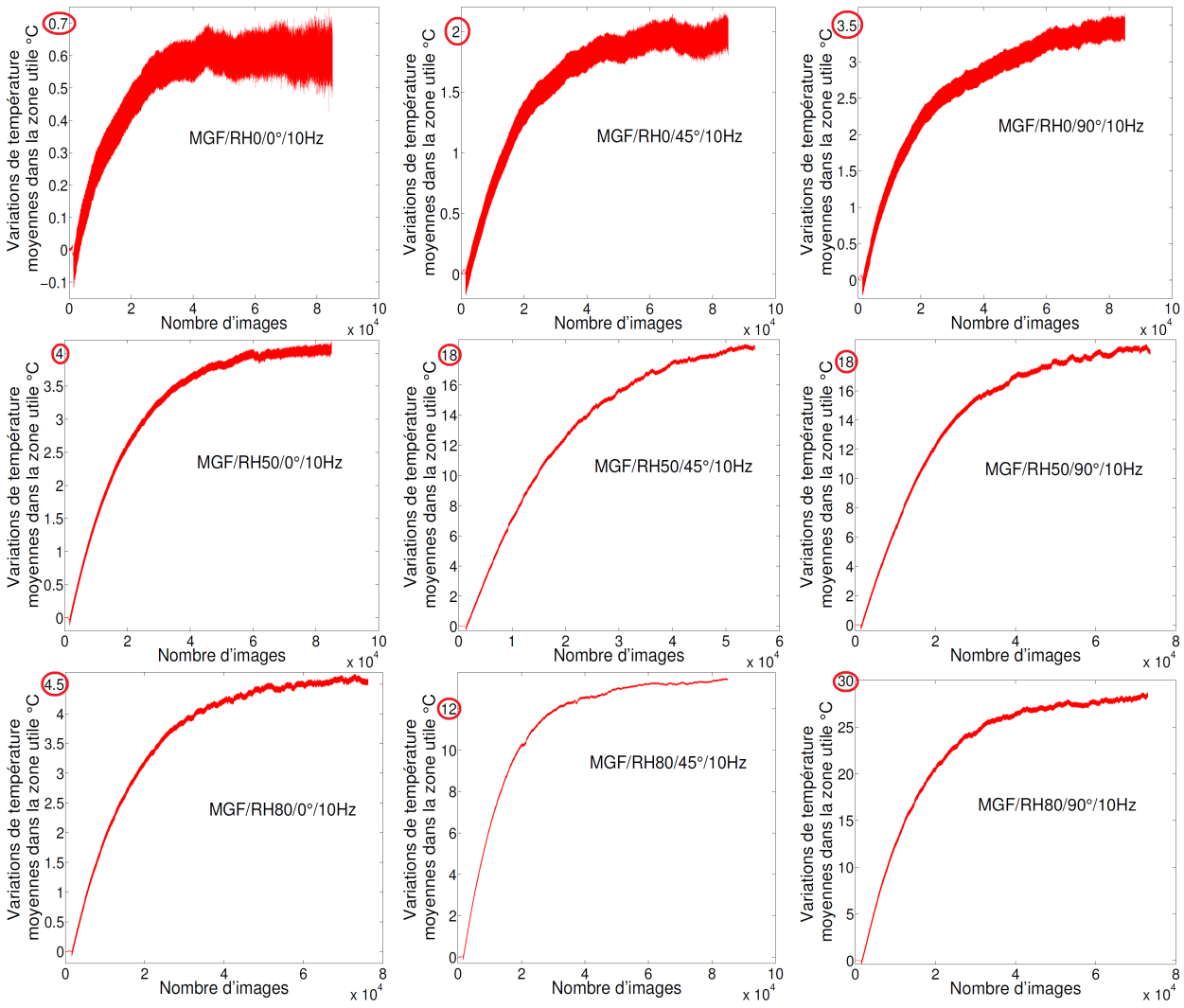

FIGURE 5.26 – *Variations de température moyennées sur la partie utile des échantillons composites de polyamide 6.6 renforcés à 30% en masse de fibres de verre courtes montrant l'autoéchauffement maximal atteint pour chaque humidité relative et chaque orientation de fibres. Les essais ont été réalisés sur une fréquence de chargement de 10Hz et un rapport de charge égal à 0.1.*

◇ *Les résultats de la* FIGURE 5.27 *montrent l'effet de l'orientation des fibres et du niveau de contrainte sur la forme du bilan énergétique. Les faibles niveaux de contrainte favorisent le stockage d'énergie plutôt que la dissipation alors que les niveaux élevés de contrainte montrent une proportion de dissipation importante.*

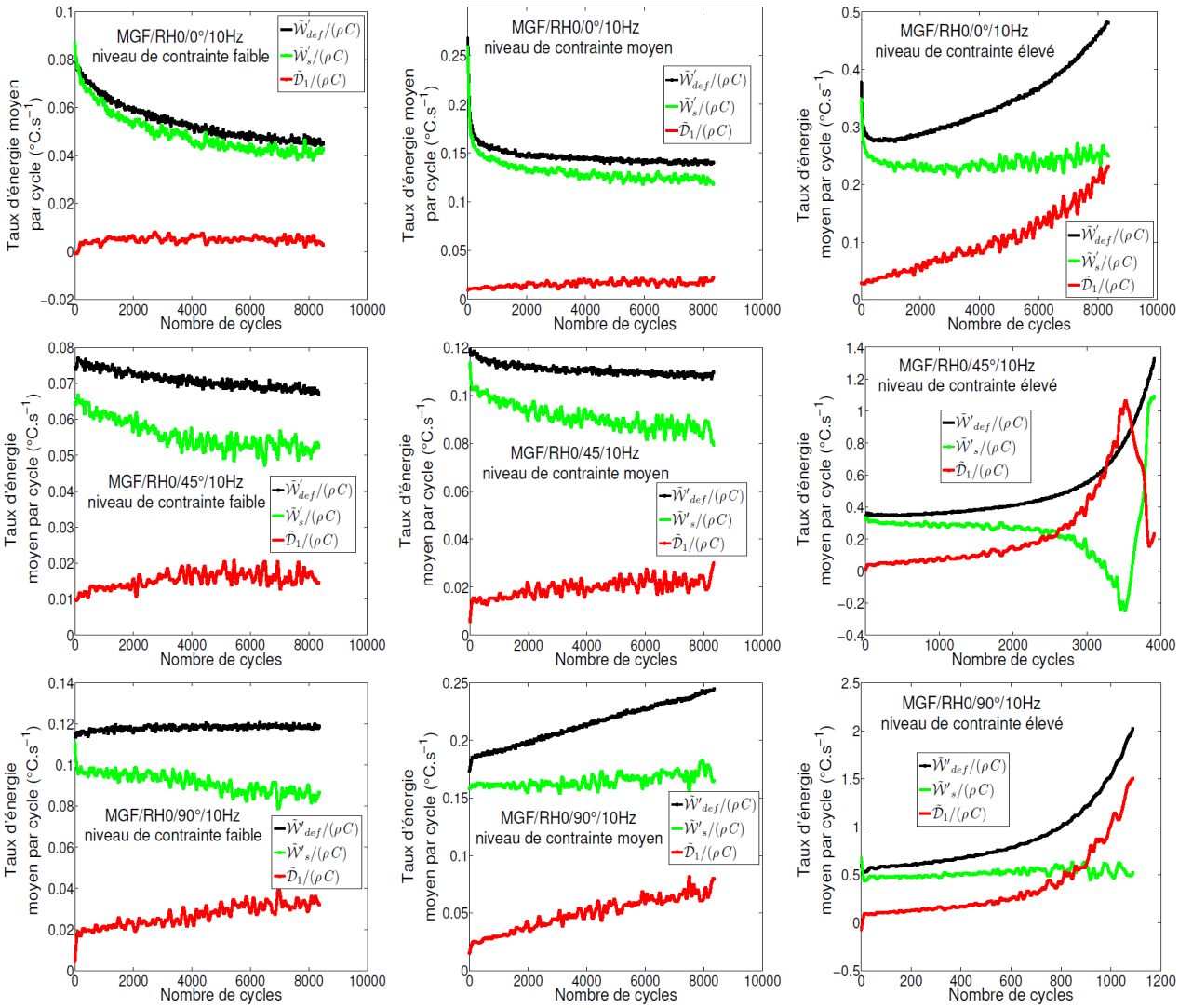

FIGURE 5.27 – *Bilans énergétiques issus d'essais cycliques de traction-traction uniaxiale appliqués sur des échantillons secs de polyamides 6.6 renforcés de fibres de verre. Différentes orientations de fibres ainsi que différents niveaux de contrainte ont été pris en compte.*

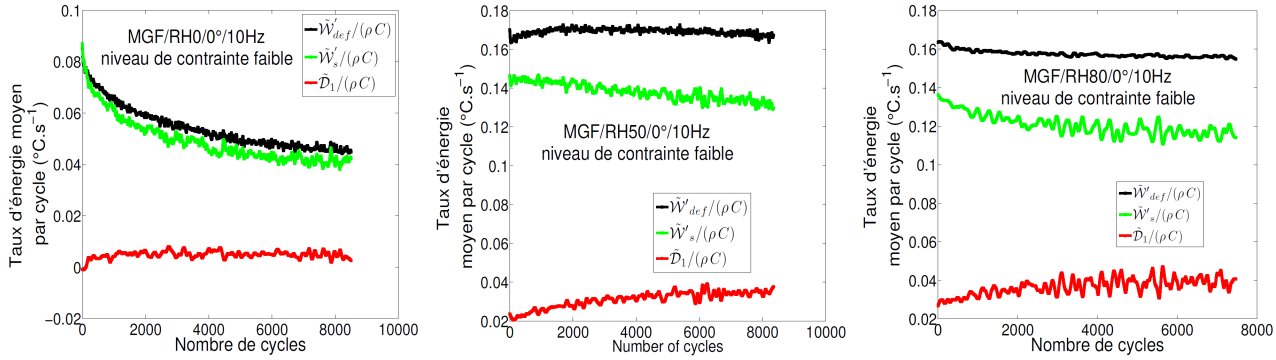

FIGURE 5.28 – *Bilans énergétiques issus d'essais cycliques de traction-traction uniaxiale appliqués sur des échantillonn secs et humides de polyamides 6.6 renforcés de fibres de verre orientées à 0°. Les figures montrent l'effet de la teneur en eau sur la forme du bilan énergétique. Les échantillons secs montrent un niveau de stockage très élevé de l'ordre de 97% alors que les échantillons humides montrent une proportion de stockage de l'ordre de 84%-75% pour les RH50 et RH80 respectivement.*

Bibliographie

[Alexander, 1968] Alexander, H. (1968). A constitutive relation for rubber-like materials. *International Journal of Engineering Science*, 6:549–563.

[Alexander, 1971] Alexander, H. (1971). Tensile instability of initially spherical balloons. *International Journal of Engineering Science*, 9:151–160.

[Ammar, 2001] Ammar, A. (2001). *Modélisation numérique de la cristallisation induite par l'écoulement d'un thermoplastique. Application à l'injection*. Thèse de doctorat, École Normale Supérieure de Cachan.

[Anthony *et al.*, 1942] Anthony, R. L., Caston, R. H. et Guth, E. (1942). Equations of state for natural and synthetic rubber-like materials. i. unaccelerated natural soft rubber. *The Journal of Physical Chemistry*, 46:826–840.

[Arif *et al.*, 2014a] Arif, M., Meraghni, F., Chemisky, Y., Despringre, N. et Robert, G. (2014a). In situ damage mechanisms investigation of pa66/gf30 composite : Effect of relative humidity. *Composites Part B : Engineering*, 58:487– 495.

[Arif *et al.*, 2014b] Arif, M., Saintier, N., Meraghni, F., Fitoussi, J., Chemisky, Y. et Robert, G. (2014b). Multiscale fatigue damage characterization in short glass fiber reinforced polyamide-66. *Composites Part B : Engineering*, 61:55–65.

[Arif, 2014] Arif, M. F. (2014). *Damage mechanisms in short glass fiber reinforced polyamide-66 under monotonic and fatigue loading : Effect of relative humidity and injection molding induced microstructure*. Thèse de doctorat, Arts et Métiers ParisTech Metz.

[Arrhenius, 1889] Arrhenius, S. (1889). Uber die dissociationswarme und den einflusb der temperatur auf den dissociationsgrad der elektrolyte. *Zeitschrift fur Physikalische Chemie*, 4:96–116.

[Arruda et Boyce, 1993] Arruda, E. M. et Boyce, M. C. (1993). A three-dimensional constitutive model for the large stretch behavior of rubber elastic materials. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 41:389–412.

[Ashida, 2006] Ashida, K. (2006). *Polyurethane and Related Foams : Chemistry and Technology*. Taylor & Francis.

[Baquet, 2011] Baquet, E. (2011). *Modélisation thermomécanique visco-hyperélastique du comportement d'un polymère semi-cristallin : application au cas d'une matrice polyamide 6.6*. Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure des Mines de Paris.

[Bay *et al.*, 1999] Bay, B., Smith, T., Fyhrie, D. et Saad, M. (1999). Digital volume correlation : Three-dimensional strain mapping using x-ray tomography. *Experimental Mechanics*, 39: 217–226.

[Belgen, 1967] Belgen, M. H. (1967). Structural stress measurements with an infrared radiometer. *ISA Transactions*, 6:49–53.

[Benaarbia *et al.*, 2014a] Benaarbia, A., Chrysochoos, A. et Robert, G. (2014a). Fiber orientation effects on heat source distribution in reinforced polyamide 6.6 subjected to low cycle fatigue. *Journal of Engineering Mathematics*, Accepté pour publication.

[Benaarbia *et al.*, 2014b] Benaarbia, A., Chrysochoos, A. et Robert, G. (2014b). Kinetics of stored and dissipated energies associated with cyclic loadings of dry polyamide 6.6 specimens. *Polymer Testing*, 34:155–167.

[Bergeret *et al.*, 2009] Bergeret, A., Ferry, L. et Ienny, P. (2009). Influence of the fibre/matrix interface on ageing mechanisms of glass fibre reinforced thermoplastic composites (pa-6,6, pet, pbt) in a hygrothermal environment. *Polymer Degradation and Stability*, 94:1315–1324.

[Bergeret *et al.*, 2001] Bergeret, A., Pires, I., Foulc, M., Abadie, B., Ferry, L. et Crespy, A. (2001). The hygrothermal behaviour of glass-fibre-reinforced thermoplastic composites : a prediction of the composite lifetime. *Polymer Testing*, 20:753–763.

[Berthel, 2007] Berthel, B. (2007). *Mesures thermographiques de champs de dissipation accompagnant la fatigue à grand nombre de cycles des aciers*. Thèse de doctorat, Université Montpellier II - Sciences et Techniques du Languedoc.

[Berthel *et al.*, 2008] Berthel, B., Chrysochoos, A., Wattrisse, B. et Galtier, A. (2008). Infrared image processing for the calorimetric analysis of fatigue phenomena. *Experimental Mechanics*, 48:79–90.

[Bever *et al.*, 1973] Bever, M., Holt, D. et Titchener, A. (1973). The stored energy of cold work. *Progress in Materials Science*, 17:5–177.

[Billon, 2009] Billon, N. (2009). Visco hyperelastic constitutive model for polymer stretch blow moulding. *In Computational Plasticity X - Fundamentals and Applications*.

[Billon, 2012] Billon, N. (2012). New constitutive modeling for time-dependent mechanical behavior of polymers close to glass transition : Fundamentals and experimental validation. *Journal of Applied Polymer Science*, 125:4390–4401.

[Biot, 1954] Biot, M. A. (1954). On anisotropic viscoelasticity. *Journal of Applied Physics*, 25:1385–1391.

[Biot, 1955a] Biot, M. A. (1955a). Irreversible thermodynamics with application to viscoelasticity. *Physical review*, 97:1463–1469.

[Biot, 1955b] Biot, M. A. (1955b). Plasticity and consolidation in a porous anisotropic solid. *Journal of Applied Physics*, 26:182–185.

[Biot, 1956] Biot, M. A. (1956). Thermoelasticity and irreversible thermodynamics. *Journal of Applied Physics*, 27:240–253.

[Bjerke *et al.*, 2002] Bjerke, T., Li, Z. et Lambros, J. (2002). Role of plasticity in heat generation during high rate deformation and fracture of polycarbonate. *International Journal of Plasticity*, 18:549–567.

[Boulanger, 2004] Boulanger, T. (2004). *Analyse par thermographie infrarouge des sources de chaleur induites par la fatigue des aciers*. Thèse de doctorat, Université Montpellier II - Sciences et Techniques du Languedoc.

[Boulanger *et al.*, 2003] Boulanger, T., Chrysochoos, A., Mabru, C. et Galtier, A. (2003). Analysis of heat sources induced by fatigue loading. *In Fatigue damage of materials : experiment and analysis*.

[Boulanger *et al.*, 2004] 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*, 26:221–229.

[Brémond, 1982] Brémond, P. (1982). *Développement d'une instrumentation infrarouge pour l'étude des structures mécaniques : application à l'étude des extrémités de fissure*. Thèse de doctorat, Université d'Aix–Marseille II, Faculté des Science de Luminy.

[Caborgan, 2011] Caborgan, R. (2011). *Contribution à l'analyse expérimentale du comportement thermomécanique du caoutchouc naturel*. These, Université Montpellier II - Sciences et Techniques du Languedoc.

[Callen, 1960] Callen, H. (1960). *Thermodynamics : an introduction to the physical theories of equilibrium thermostatics and irreversible thermodynamics*. Wiley.

[Carpentier, 2006] Carpentier, O. (2006). *Auscultation de sites miniers par méthodes thermiques. Suivi des réactions de combustion*. Thèse de doctorat, Université d'Artois.

[Chadwick et Creasy, 1984] Chadwick, P. et Creasy, C. (1984). Modified entropic elasticity of rubberlike materials. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 32:337–357.

[Charkaluk et Constantinescu, 2009] Charkaluk, E. et Constantinescu, A. (2009). Dissipative aspects in high cycle fatigue. *Mechanics of Materials*, 41:483–494.

[Chasiotis et Knauss, 2002] Chasiotis, I. et Knauss, W. G. (2002). A new microtensile tester for the study of mems materials with the aid of atomic force microscopy. *Experimental Mechanics*, 42:51–57.

[Chevali et Janowski, 2010] Chevali, V. S. et Janowski, G. M. (2010). Flexural creep of long fiber-reinforced thermoplastic composites : Effect of processing-dependent fiber variables on creep response. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 41:1253–1262.

[Chrysochoos, 1985] Chrysochoos, A. (1985). Bilan énergétique en élastoplasticité grandes déformations. *Journal de Mécanique théorique et appliquée*, 5:589–614.

[Chrysochoos, 1995] Chrysochoos, A. (1995). Analyse du comportement des matériaux par thermographie infrarouge. *In Eyrolles, éditeur : Photomécanique*, Étude du comportement des matériaux et des structures:203–211.

[Chrysochoos, 2012] Chrysochoos, A. (2012). Thermomechanical analysis of the cyclic behavior of materials. *Procedia IUTAM*, 4:15–26.

[Chrysochoos *et al.*, 2008] Chrysochoos, A., Berthel, B., Latourte, F., Galtier, A., Pagano, S. et Wattrisse, B. (2008). Local energy analysis of high-cycle fatigue using digital image correlation and infrared thermography. *Journal of Strain Analysis*, 43:411–421.

[Chrysochoos *et al.*, 2010] Chrysochoos, A., Huon, V., Jourdan, F., Muracciole, J.-M., Peyroux, R. et Wattrisse, B. (2010). Use of full-field digital image correlation and infrared

thermography measurements for the thermomechanical analysis of material behaviour. *Strain*, 46:117–130.

[Chrysochoos et Louche, 2000] Chrysochoos, A. et Louche, H. (2000). An infrared image processing to analyse the calorific effects accompanying strain localisation. *International Journal of Engineering Science*, 38:1759–1788.

[Chrysochoos *et al.*, 1989] Chrysochoos, A., Maisonneuve, O., Martin, G., Caumon, H. et Chezeaux, J. (1989). Plastic and dissipated work and stored energy. *Nuclear Engineering and Design*, 114:323–333.

[Chrysochoos *et al.*, 2000] Chrysochoos, A., Muracciole, J. M. et Wattrisse, B. (2000). Experimental analysis of strain and damage localization. *In Continous Damage annd Fracture, Cachan, 23-27/10/2000, Elseiver, 45-51, ISBN 2-84299-247-4*.

[Chrysochoos et Peyroux, 1998] Chrysochoos, A. et Peyroux, R. (1998). Analyse expérimentale et modélisation numérique des couplages thermomécaniques dans les matériaux solides. *Revue Générale de Thermique*, 37:582–606.

[Chrysochoos *et al.*, 2009] Chrysochoos, A., Wattrisse, B., Muracciole, J. M. et Kaim, Y. E. (2009). Fields of stored energy associated with localized necking of steel. *Mechanics of Materials and Structures*, 4:245–262.

[Chung et Kwon, 1995] Chung, S. T. et Kwon, T. H. (1995). Numerical simulation of fiber orientation in injection molding of short-fiber-reinforced thermoplastics. *Polymer Engineering & Science*, 35:604–618.

[Compton et Webster, 1915] Compton, K. T. et Webster, D. B. (1915). Temperature changes accompanying the adiabatic compression of steel : verification of w. thomson's theory to a very high accuracy. *Physical Review*, 5:159–166.

[Crowson *et al.*, 1980] Crowson, R. J., Folkes, M. J. et Bright, P. F. (1980). Rheology of short glass fiber-reinforced thermoplastics and its application to injection molding i. fiber motion and viscosity measurement. *Polymer Engineering & Science*, 20(14):925–933.

[Cuadra, 2012] Cuadra, J. A. (2012). *Damage Quantification in Fiber Reinforced Polymer Composites using a Hybrid Non-Destructive Testing Approach*. Thèse de doctorat, Faculty of Drexel University.

[Cunat, 1988] Cunat, C. (1988). Thermodynamic treatment of relaxation in frozen-in systems. *"Universality" of the Distribution Law for Relaxation Times, Zeitschrift fur Physikalische Chemie, Neue Folge*, 157:419–423.

[Curtis *et al.*, 1978] Curtis, P., Bader, M. et Bailey, J. (1978). The stiffness and strength of a polyamide thermoplastic reinforced with glass and carbon fibres. *Journal of Materials Science*, 13:377–390.

[Diani *et al.*, 2006] Diani, J., Brieu, M. et Gilormini, P. (2006). Observation and modeling of the anisotropic visco-hyperelastic behavior of a rubberlike material. *International Journal of Solids and Structures*, 43:3044–3056.

[Dillon, 1963] Dillon, O. J. (1963). Coupled thermoplasticity. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 11:21–33.

[Dillon, 1966] Dillon, O. J. (1966). The heat generated during the torsional oscillations of copper tubes. *International Journal of Solids and Structures*, 2:181–204.

[Dillon et Tauchert, 1966] Dillon, O. J. et Tauchert, T. (1966). The experimental technique for observing the temperatures due to the coupled thermoelastic effect. *International Journal of Solids and Structures*, 2:385–391.

[Doudard *et al.*, 2010] Doudard, C., Calloch, S., Hild, F. et Roux, S. (2010). Identification of heat source fields from infra-red thermography : Determination of self-heating in a dual-phase steel by using a dog bone sample. *Mechanics of Materials*, 42:55–62.

[Doumalin, 2000] Doumalin, P. (2000). *Microextensométrie locale par corrélation d'images numériques. Application aux études micromécaniques par microscopie électronique à balayage*. Thèse de doctorat, École Polytechnique X.

[Doumalin et Bornert, 2000] Doumalin, P. et Bornert, M. (2000). Micromechanical applications of digital image correlation techniques. *In Interferometry in Speckle Light*. Springer Berlin Heidelberg.

[Ehrenstein et Montagne, 2000] Ehrenstein, G. et Montagne, F. (2000). *Matériaux polymères : structure, propriétés et applications*. Hermès Science Publications.

[Emery et Dulieu-Barton, 2010] Emery, T. et Dulieu-Barton, J. (2010). Thermoelastic stress analysis of damage mechanisms in composite materials. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 41:1729–1742.

[Enke, 1989] Enke, N. (1989). *Thermographic Stress Analysis of Isotropic Materials*. Thèse de doctorat, University of Wisconsin-Madison.

[Enke et Sandor, 1988] Enke, N. et Sandor, B. (1988). Cyclic plasticity analysis by differential infrared thermography. *In VI International Congress on Experimental Mechanics.*

[Esmaeillou, 2011] Esmaeillou, B. (2011). *Approche cinétique du comportement en fatigue du Polyamide 66 renforcé par 30% de fibres de verre*. Thèse de doctorat, Arts et Métiers ParisTech.

[Fabre *et al.*, 2014] Fabre, V., Quandalle, G., Cantournet, S. et Billon, N. (2014). Time-temperature-water content equivalence on dynamic mechanical response of polyamide 6,6. *In The 9th International Conference on the Mechanics of Time Dependent Materials*.

[Farren et Taylor, 1925] Farren, W. S. et Taylor, G. I. (1925). The heat developed during plastic extension of metals. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A*, 107:422–451.

[Ferry, 1980] Ferry, J. (1980). *Viscoelastic Properties of Polymers*. Wiley.

[Flory et Erman, 1982] Flory, P. J. et Erman, B. (1982). Theory of elasticity of polymer networks. 3. *Macromolecules*, 15:800–806.

[Flory et Rehner, 1943] Flory, P. J. et Rehner, J. (1943). Statistical mechanics of cross-linked polymer networks ii. swelling. *The Journal of Chemical Physics*, 11:521–526.

[Frémond, 2001] Frémond, M. (2001). *Non-Smooth Thermomechanics*. Springer.

[Gaussorgues, 1984] Gaussorgues, G. (1984). *La thermographie infrarouge principes, technologies, applications*. Technique et Documentation.

[Gaussorgues, 1999] Gaussorgues, G. (1999). *La thermographie infrarouge : Principes, technologies, applications (4ème édition)*.

[Gent, 1992] Gent, A. (1992). *Engineering With Rubber : How to Design Rubber Components*. Hanser Gardner Publications.

[Germain, 1973a] Germain, P. (1973a). *Cours de mécanique des milieux continus*. Dunod, Paris.

[Germain, 1973b] Germain, P. (1973b). *Cours de mécanique des milieux continus*. T.I- Théorie générale.

[Germain, 1973c] Germain, P. (1973c). *Thermodynamique des milieux continus*. Congrés de Mécanique de Poittiers.

[Gil-Negrete et Alonso, 2013] Gil-Negrete, N. et Alonso, A. (2013). *Constitutive Models for Rubber VIII*. Taylor & Francis.

[Goodyear, 1853] Goodyear, C. (1853). *Gum-elastic and its varieties : with a detailed account of its applications and uses, and of the discovery of vulcanization*. New Haven, Conn.

[Gough, 1805] Gough, W. (1805). *Manchester Literary and Philosophical society, 2nd ser.*, 1:288.

[Grédiac et Hild, 2011] Grédiac, M. et Hild, F. (2011). *Mesures de champs et identification en mécanique des solides (traité MIM)*. Lavoisier.

[Grmela et Lebon, 1990] Grmela, M. et Lebon, G. (1990). Hamiltonian extended thermodynamics. *Journal of Physics A : Mathematical and General*, 23:3341–3351.

[Halphen et Nguyen, 1975] Halphen, B. et Nguyen, Q. S. (1975). Sur les matériaux standard généralisés. *Journal de Mécanique*, 14:39–63.

[Harwood et Cummings, 1991] Harwood, N. et Cummings, W. (1991). *Thermoelastic Stress Analysis*. Taylor & Francis.

[Hassan *et al.*, 2011] Hassan, A., Salleh, N. M., Yahya, R. et Sheikh, M. (2011). Fiber length, thermal, mechanical, and dynamic mechanical properties of injection-molded glass-fiber/polyamide 6,6 : plasticization effect. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 30:488–498.

[Hild *et al.*, 2002] Hild, F., Raka, B., Baudequin, M., Roux, S. et Cantelaube., F. (2002). Multiscale displacement field measurements of compressed mineral-wool samples by digital image correlation. *Applied Optics*, 41:6815–6828.

[Hodowany *et al.*, 2000] Hodowany, J., Ravichandran, G., Rosakis, A. J. et Rosakis, P. (2000). Partition of plastic work into heat and stored energy in metals. *Experimental Mechanics*, 40:113–123.

[Hohreiter *et al.*, 2002] Hohreiter, V., Wereley, S. T., Olsen, M. G. et Chung, J. N. (2002). Cross-correlation analysis for temperature measurement. *Measurement Science and Technology*, 13:1072–1078.

[Honorat, 2006] Honorat, V. (2006). *Analyse thermomécanique par mesure de champs des élastomères*. Thèse de doctorat, Université Montpellier II - Sciences et Techniques du Languedoc.

[Honorat *et al.*, 2005] Honorat, V., Moreau, S., Muracciole, J., Wattrisse, B. et Chrysochoos, A. (2005). Calorimetric analysis of polymer behaviour using a pixel calibration of an irfpa camera. *Quantitative InfraRed Thermography Journal*, 2:153–171.

[Horst et Spoormaker, 1997] Horst, J. et Spoormaker, J. (1997). Fatigue fracture mechanisms and fractography of short-glass fibre-reinforced polyamide 6. *Journal of Materials Science*, 32:3641–3651.

[Horst et Spoormaker, 1996] Horst, J. J. et Spoormaker, J. L. (1996). Mechanisms of fatigue in short glass fiber reinforced polyamide 6. *Polymer Engineering & Science*, 36:2718–2726.

[Jou *et al.*, 1999] Jou, D., Casas-Vazquez, J. et Lebon, G. (1999). Extended irreversible thermodynamics revisited (1988-98). *Reports on Progress in Physics*, 62:1035.

[Kapoor et Nemat-Nasser, 1998] Kapoor, R. et Nemat-Nasser, S. (1998). Determination of temperature rise during high strain rate deformation. *Mechanics of Materials*, 27:1–12.

[Kausch *et al.*, 2001] Kausch, H., Heymans, N., Plummer, C. et Decroly, P. (2001). *Matériaux Polymères : Propriétés Mécaniques et Physiques*. Traité des matériaux. Presses polytechniques et universitaires romandes.

[Kohan, 1995] Kohan, M. I. (1995). *Nylon Plastics Handbook*. Hanser/Gardner Publications.

[Krairi et Doghri, 2014] Krairi, A. et Doghri, I. (2014). A thermodynamically-based constitutive model for thermoplastic polymers coupling viscoelasticity, viscoplasticity and ductile damage. *International Journal of Plasticity*, 60:163–180.

[Lafranche *et al.*, 2005] Lafranche, E., Krawczak, P., Ciolczyk, J.-P. et Maugey, J. (2005). Injection moulding of long glass fiber reinforced polyamide 66 : Processing conditions/microstructure/flexural properties relationship. *Advances in Polymer Technology*, 24:114–131.

[Lambert-Diani et Rey, 1998] Lambert-Diani, J. et Rey, C. (1998). élaboration de nouvelles lois de comportement pour les élastomères : principe et avantages. *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences - Series {IIB} - Mechanics-Physics-Astronomy*, 326:483–488.

[Lambert-Diani et Rey, 1999] Lambert-Diani, J. et Rey, C. (1999). New phenomenological behavior laws for rubbers and thermoplastic elastomers. *European Journal of Mechanics - A/Solids*, 18:1027–1043.

[Launay, 2011] Launay, A. (2011). *Thermoplastiques renforcés en fibres de verre courtes : comportement cyclique, fatigue et durée de vie*. Thèse de doctorat, École polytechnique X.

[Launay *et al.*, 2011] Launay, A., Maitournam, M., Marco, Y., Raoult, I. et Szmytka, F. (2011). Cyclic behaviour of short glass fibre reinforced polyamide : Experimental study and constitutive equations. *International Journal of Plasticity*, 27:1267–1293.

[Launay *et al.*, 2013] Launay, A., Marco, Y., Maitournam, M. et Raoult, I. (2013). Modelling the influence of temperature and relative humidity on the time-dependent mechanical behaviour of a short glass fibre reinforced polyamide. *Mechanics of Materials*, 56:1–10.

[Lemaitre et Chaboche, 2004] Lemaitre, J. et Chaboche, J. L. (2004). *Mécanique des matériaux solides*. Dunod.

[Louche, 1999] Louche, H. (1999). *Analyse par thermographie infrarouge des effets dissipatifs de la localisation dans des aciers*. Thèse de doctorat, Université Montpellier II - Sciences et Techniques du Languedoc.

[Louche et Chrysochoos, 2001] Louche, H. et Chrysochoos, A. (2001). Thermal and dissipative effects accompanying luders band propagation. *Materials Science and Engineering : A*, 307:15–22.

[Lubliner, 1990] Lubliner, J. (1990). *Plasticity Theory*. Macmillan Publishing.

[Lucas et Kanade, 1981] Lucas, B. D. et Kanade, T. (1981). An iterative image registration technique with an application to stereo vision. *In Proceedings of the 7th International Joint Conference on Artificial Intelligence - Volume 2*.

[Macherauch, 1968] Macherauch, E. (1968). Korngrobe und mechanische eigenschaften. *Metallkunde*, 59, 8:669–686.

[Machin *et al.*, 1987] Machin, A. S., Sparrow, J. G. et Stimson, M. G. (1987). Mean stress dependence of the thermoelastic constant. *Strain*, 23:27–30.

[Martinez *et al.*, 2013] Martinez, J. S., Cam, J.-B. L., Balandraud, X., Toussaint, E. et Caillard, J. (2013). Mechanisms of deformation in crystallizable natural rubber. part 2 : Quantitative calorimetric analysis. *Polymer*, 54:2727–2736.

[Mason *et al.*, 1994] Mason, J., Rosakis, A. et Ravichandran, G. (1994). On the strain and strain rate dependence of the fraction of plastic work converted to heat : an experimental study using high speed infrared detectors and the kolsky bar. *Mechanics of Materials*, 17:135–145.

[Maugin, 1992] Maugin, G. J. (1992). *The Thermomechanics of Plasticity and Fracture*. 1st ed. Cambridge University Press.

[Mooney, 1940a] Mooney, M. (1940a). A theory of large elastic deformation. *Journal of Applied Physics*, 11:582–592.

[Mooney, 1940b] Mooney, M. (1940b). A theory of large elastic deformation. *Journal of Applied Physics*, 11:582–592.

[Mouhmid *et al.*, 2006] Mouhmid, B., Imad, A., Benseddiq, N., Benmedakhène, S. et Maazouz, A. (2006). A study of the mechanical behaviour of a glass fibre reinforced polyamide 6,6 : Experimental investigation. *Polymer Testing*, 25:544–552.

[Mountain et Webber, 1978] Mountain, D. S. et Webber, J. M. B. (1978). Stress pattern analysis by thermal emission (spate). *Proceedings of the Society of Photo-Optical Instrumentation and Engineering*, 164:189–196.

[Navi et Heger, 2005] Navi, P. et Heger, F. (2005). *Comportement thermo-hydromécanique du bois : applications technologiques et dans les structures*. Matériaux (Lausanne). Presses polytechniques et universitaires romandes.

[Naylor, 2003] Naylor, D. (2003). Recent developments in the measurement of convective heat transfer rates by laser interferometry. *International Journal of Heat and Fluid Flow*, 24:345–355.

[Nayroles *et al.*, 1981] Nayroles, B., Bouc, R., Caumon, H., Chezeaux, J. et Giacometti, E. (1981). Téléthermographie infrarouge et mécanique des structures. *International Journal of Engineering Science*, 19:929–947.

[Neu et Walton, 2008] Neu, C. et Walton, J. (2008). Displacement encoding for the measurement of cartilage deformation. *Magnetic resonance in medicine : official journal of the Society of Magnetic Resonance in Medicine / Society of Magnetic Resonance in Medicine*, 59:149–155.

[Nguyen et Triantafyllidis, 1989] Nguyen, S. Q. et Triantafyllidis, N. (1989). Plastic bifurcation and postbifurcation analysis for generalized standard continua. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 37:545–566.

[Noda *et al.*, 2001] Noda, K., Takahara, A. et Kajiyama, T. (2001). Fatigue failure mechanisms of short glass-fiber reinforced nylon 66 based on nonlinear dynamic viscoelastic measurement. *Polymer*, 42:5803–5811.

[Ogden, 1984] Ogden, R. (1984). *Non-linear elastic deformations*. Ellis Horwood series in mathematics and its applications.

[Ogden, 1987] Ogden, R. (1987). Aspects of the phenomenological theory of rubber thermoelasticity. *Polymer*, 28:379–385.

[Ogden, 1972] Ogden, R. W. (1972). Large deformation isotropic elasticity - on the correlation of theory and experiment for incompressible rubberlike solids. *Proceedings of the Royal Society of London. A. Mathematical and Physical Sciences*, 326:565–584.

[Oliferuk *et al.*, 2001] Oliferuk, W., Korbel, A. et Bochniak, W. (2001). Energy balance and macroscopic strain localization during plastic deformation of polycrystalline metals. *Materials Science and Engineering : A*, 319:250–253.

[Oliferuk *et al.*, 1996] Oliferuk, W., Korbel, A. et Grabski, M. W. (1996). Mode of deformation and the rate of energy storage during uniaxial tensile deformation of austenitic steel. *Materials Science and Engineering : A*, 220:123–128.

[Oliferuk *et al.*, 2004] Oliferuk, W., Maj, M. et Raniecki, B. (2004). Experimental analysis of energy storage rate components during tensile deformation of polycrystals. *Materials Science and Engineering : A*, 374:77–81.

[Pajani, 1989] Pajani, D. (1989). *Mesure par thermographie infrarouge*. ADD Ed.

[Pajani, 2011] Pajani, D. (2011). Thermographie - principes et mesures. *Techniques de l'ingénieur*, RC3, R2740, p16.

[Papini et Gallet, 1994] Papini, F. et Gallet, P. (1994). *Thermographie Infrarouge : Image et Mesure. Mesures physiques*. Masson.

[Patel, 2005] Patel, J. (2005). *Digital Image Correlation for Microscale and Nanoscale Deformation Measurements*. University of Illinois at Urbana-Champaign.

[Perez, 2001] Perez, J. (2001). *Matériaux non cristallins et science du désordre*. Collection des sciences appliquées de l'INSA de Lyon : Matériaux. Presses polytechniques et universitaires romandes.

[Piasecka et Poniewski, 2004] Piasecka, M. et Poniewski, M. E. (2004). Hysteresis phenomena at the onset of subcooled nucleate flow boiling in microchannels. *Heat Transfer Engineering*, 25:44–51.

[Pina *et al.*, 2004] Pina, V., Ranc, N., Wagner, D., Hervé, P., Sutter, G. et Philippon, S. (2004). Étude des comportements statique et dynamique de matériaux métalliques par pyrométrie ultraviolet, visible ou infrarouge : Photomécanique. *Photoniques (Orsay)*, pages 42–45.

[Plueddeman, 1970] Plueddeman, E. (1970). Water is the key to new theory of resin-to-fiber-bonding. *Journal of Modern Plastics*, 3:92–98.

[Poncelet, 2007] Poncelet, M. (2007). *Multiaxialité, hétérogénéités intrinsèques et structurales des essais d'auto-échauffement et de fatigue à grand nombre de cycles*. Thèse de doctorat, École normale supérieure de Cachan - ENS Cachan.

[Potter et Greaves, 1987] Potter, R. T. et Greaves, L. J. (1987). The application of thermoelastic stress analysis techniques to fibre composites. *Proc. SPIE*, 817:134–146.

[Pottier *et al.*, 2013] Pottier, T., Toussaint, F., Louche, H. et Vacher, P. (2013). Inelastic heat fraction estimation from two successive mechanical and thermal analyses and full-field measurements. *European Journal of Mechanics - A/Solids*, 38:1–11.

[Quinn *et al.*, 2004] Quinn, S., Dulieu-Barton, J. M. et Langlands, J. M. (2004). Progress in thermoelastic residual stress measurement. *Strain*, 40:127–133.

[Ranc *et al.*, 2008] Ranc, N., Wagner, D. et Paris, P. (2008). Study of thermal effects associated with crack propagation during very high cycle fatigue tests. *Acta Materialia*, 56:4012–4021.

[Redjeb, 2007] Redjeb, A. (2007). *Simulation numérique de l'orientation de fibres en injection de thermoplastique renforcé*. Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure des Mines de Paris.

[Reimschuessel, 1978] Reimschuessel, H. K. (1978). Relationships on the effect of water on glass transition temperature and young's modulus of nylon 6. *Journal of Polymer Science : Polymer Chemistry Edition*, 16:1229–1236.

[Rittel, 1999] Rittel, D. (1999). On the conversion of plastic work to heat during high strain rate deformation of glassy polymers. *Mechanics of Materials*, 31:131–139.

[Rittel, 2000] Rittel, D. (2000). Experimental investigation of transient thermoplastic effects in dynamic fracture. *International Journal of Solids and Structures*, 37:2901–2913.

[Rivlin, 1948a] Rivlin, R. S. (1948a). Large elastic deformations of isotropic materials. i. fundamental concepts. *Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A*, 240:459–490.

[Rivlin, 1948b] Rivlin, R. S. (1948b). Large elastic deformations of isotropic materials. iv. further developments of the general theory. *Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences*, 241:379–397.

[Rocca et Bever, 1950] Rocca, R. et Bever, M. (1950). The thermoelastic effect in iron and nickel (as a function of temperature). *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, 188:327–333.

[Rosakis *et al.*, 2000] Rosakis, P., Rosakis, A., Ravichandran, G. et Hodowany, J. (2000). A thermodynamic internal variable model for the partition of plastic work into heat and stored energy in metals. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 48:581–607.

[Rosencwaig, 1982] Rosencwaig, A. (1982). Thermal-wave imaging. *Science*, 218:223–228.

[Rudzinski *et al.*, 2011] Rudzinski, S., Haussler, L., Harnisch, C., Mader, E. et Heinrich, G. (2011). Glass fibre reinforced polyamide composites : Thermal behaviour of sizings. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 42:157–164.

[Sato *et al.*, 1991] Sato, N., Kurauchi, T., Sato, S. et Kamigaito, O. (1991). Microfailure behaviour of randomly dispersed short fibre reinforced thermoplastic composites obtained by direct sem observation. *Journal of Materials Science*, 26:3891–3898.

[Saurel, 1999] Saurel, J.-L. (1999). *Etude thermodynamique d'une famille d'élastomères thermoplastiques*. Thèse de doctorat, Universite Montpellier II.

[Scambos *et al.*, 1992] Scambos, T. A., Dutkiewicz, M. J., Wilson, J. C. et Bindschadler, R. A. (1992). Application of image cross-correlation to the measurement of glacier velocity using satellite image data. *Remote Sensing of Environment*, 42:177–186.

[Schmidt *et al.*, 2003] Schmidt, T., Tyson, J. et Galanulis, K. (2003). Full-field dynamic displacement and strain measurement using advanced 3d image correlation photogrammetry : Part 1. *Experimental Techniques*, 27:47–50.

[Schreier *et al.*, 2000] Schreier, H. W., Braasch, J. R. et Sutton, M. A. (2000). Systematic errors in digital image correlation caused by intensity interpolation. *Optical Engineering*, 39:2915–2921.

[Seignobos, 2009] Seignobos, E. M. (2009). *Compréhension des mécanismes physiques de fatigue dans le polyamide vierge et renforcé de fibres de verre*. Thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon.

[Shuang, 2012] Shuang, W. (2012). *Identification expérimentale de modèles de zones cohésives à partir de techniques d'imagerie thermomécanique*. Thèse de doctorat, Université Montpellier II - Sciences et Techniques du Languedoc.

[Sperling, 2005] Sperling, L. (2005). *Introduction to Physical Polymer Science*. Wiley.

[Sutton *et al.*, 1986] Sutton, M., Mingqi, C., Peters, W. H., Chao, Y. J. et McNeill, S. R. (1986). Application of an optimized digital correlation method to planar deformation analysis. *Image and Vision Computing*, 4:143–150.

[Sutton *et al.*, 2009] Sutton, M., Orteu, J.-J. et Schreier, H. (2009). *Image Correlation for Shape, Motion and Deformation Measurements - Basic Concepts, Theory and Applications*. Hardcover.

[Sutton *et al.*, 1983] Sutton, M. A., Wolters, W. J., Peters, W. H., Ranson, W. F. et McNeill, S. R. (1983). Determination of displacements using an improved digital correlation method. *Image and Vision Computing*, 1:133–139.

[Taylor et Quinney, 1934] Taylor, G. I. et Quinney, H. (1934). The latent energy remaining in a metal after cold working. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A*, 143:307–326.

[Thomson, 1857] Thomson, W. (1857). On the thermo-elastic and thermo-magnetic properties of matter, part i. *Quarterly Journal of Mathematics*, pages 57–77.

[Treloar, 1944] Treloar, L. R. G. (1944). Stress-strain data for vulcanized rubber under various types of deformation. *Rubber Chemistry and Technology*, 17:813–825.

[Treloar, 1973] Treloar, L. R. G. (1973). The elasticity and related properties of rubbers. *Reports on Progress in Physics*, 36:755–826.

[Treloar, 1975] Treloar, L. R. G. (1975). *The physics of rubber elasticity. 3ème édition*. Oxford University.

[Tresca, 1879] Tresca, H. (1879). *Annales du Conservatoire des Arts et Métiers*, 4.

[Vigneron, 2009] Vigneron, S. (2009). *Analyse thermomécanique multiéchelle de la transformation de phase dans les alliages à mémoire de forme*. Thèse de doctorat, Université Montpellier II - Sciences et Techniques du Languedoc.

[Wattrisse, 1999] Wattrisse, B. (1999). *Étude cinématique des phénomènes de localisation dans des aciers par intercorrélation d'images*. Thèse de doctorat, Université Montpellier II - Sciences et Techniques du Languedoc.

[Wattrisse *et al.*, 2001a] Wattrisse, B., Chrysochoos, A., Muracciole, J.-M. et Némoz-Gaillard, M. (2001a). Analysis of strain localization during tensile tests by digital image correlation. *Experimental Mechanics*, 41:29–39.

[Wattrisse *et al.*, 2001b] Wattrisse, B., Chrysochoos, A., Muracciole, J.-M. et Némoz-Gaillard, M. (2001b). Kinematic manifestations of localisation phenomena in steels by digital image correlation. *European Journal of Mechanics - A/Solids*, 20:189–211.

[Weber, 1830] Weber, W. (1830). Uber die spezifische warne fester korper insbesondere der metalle. *Annalen der Physik und Chemie*, 96:177–213.

[Williams *et al.*, 1955] Williams, M. L., Landel, R. F. et Ferry, J. D. (1955). The temperature dependence of relaxation mechanisms in amorphous polymers and other glass-forming liquids. *Journal of the American Chemical Society*, 77:3701–3707.

[Wong *et al.*, 1987] Wong, A., Jones, R. et Sparrow, J. (1987). Thermoelastic constant or thermoelastic parameter ? *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 48:749–753.

[Wong *et al.*, 1988a] Wong, A., Sparrow, J. et Dunn, S. (1988a). On the revised theory of the thermoelastic effect. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 49:395–400.

[Wong *et al.*, 1988b] Wong, W., Dunn, S. A. et Sparrow, J. G. (1988b). Residual stress measurement by means of the thermoelastic effect. *Nature*, 332:613–615.

[Wunderlich, 1973] Wunderlich, B. (1973). *Macromolecular Physics : Crystal structure, morphology, defects*. Macromolecular Physics. Academic Press.

[Wyzgoski et Novak, 1995] Wyzgoski, M. G. et Novak, G. E. (1995). Fatigue fracture of long fiber reinforced nylon 66. *Polymer Composites*, 16:38–51.

[Zanella et Lucas, 2014] Zanella, G. et Lucas, P. (2014). Mise en oeuvre des composites tp, compounds à fibres courtes et longues. *Techniques de l'ingénieur Plasturgie : procédés spécifiques aux composites*.

[Zener, 1937] Zener, C. (1937). Internal friction in solids. i. theory of internal friction in reeds. *Physical Review*, 52:230–235.

[Zener, 1938a] Zener, C. (1938a). Internal friction in solids. ii. general theory of thermoelastic internal friction. *Physical review*, 53:90–99.

[Zener, 1938b] Zener, C. (1938b). Internal friction in solids. iv. relation between cold work and internal friction. *Physical review*, 53:582–586.

[Zener, 1938c] Zener, C. (1938c). Internal friction in solids. v. general theory of microscopic eddy currents. *Physical review*, 53:1010–1013.

[Zheng *et al.*, 1999] Zheng, R., Kennedy, P., Phan-Thien, N. et Fan, X.-J. (1999). Thermoviscoelastic simulation of thermally and pressure-induced stresses in injection moulding for the prediction of shrinkage and warpage for fibre-reinforced thermoplastics. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 84:159–190.

Analyse énergétique du comportement thermomécanique du PA6.6 renforcé de fibres de verre

Résumé : Cette étude présente une analyse thermomécanique du comportement en fatigue oligocyclique du polyamide 6.6 vierge et renforcé de fibres de verre courtes. Des bilans d'énergie sont réalisés en utilisant, de façon combinée, des techniques d'imagerie quantitative visible et infrarouge. Les champs de température sont obtenus par thermographie et les champs de déformation par corrélation d'images. Sur un cycle de chargement, on estime séparément les sources de chaleurs moyennes par cycle : on distingue les sources associées aux mécanismes dissipatifs et celles induites par les effets de couplage thermomécanique. On montre ensuite, pour différentes fréquences de chargement, l'évolution du bilan de puissance moyen par cycle sur une zone matérielle correspondant à la partie utile de l'éprouvette. Ce bilan prend en compte le taux de l'énergie de déformation, les chaleurs mises en jeu et les variations d'énergie interne. On observe que la forme du bilan de puissance est très fortement dépendante, pour un rapport de charge donné, de la fréquence de sollicitation, de la teneur en eau, de l'orientation des fibres de verre et des niveaux de contrainte appliqués.
Mots-clés : Dissipation, inversion thermoélastique, fatigue oligocyclique, polyamide 6.6, fibres de verre, thermodynamique des processus irréversibles, thermographie infrarouge

Energy analysis of the thermomechanical behavior of PA6.6 reinforced with short glass fibers

Abstract : This study presents a thermomechanical analysis of fatigue behavior of pure and short glass-reinforced polyamide 6.6. The energy balances are drew up using the combined application of visible and infrared quantitative imaging techniques. Temperature fields are obtained by thermography and strain fields by image correlation. Over one complete cycle, we show how it is possible to separately estimate the heat sources averaged over the cycle, associated with dissipative mechanisms and induced by thermomechanical coupling source effets. Then we show, for different loading rates, the time courses of the energy rate balance of a physical area corresponding to the gage part of the specimen. This balance takes into account the deformation energy rate, the heat sources and the internal energy variations. It is observed that the shape of the energy rate balance is highly dependent, for a given load ratio, to the load rate, the water content, the orientation of the glass fibers and the applied stress levels.
Key words : Dissipation, thermoelastic inversion, low cycle fatigue, polyamide 6.6, glass fibers, thermodynamics of irreversible processes, infrared thermography

Discipline : Mécanique et Génie Civil

Laboratoire de Mécanique et Génie Civil - UMR 5508
Université Montpellier II
CC 048 Place Eugène Bataillon
34095 MONTPELLIER cedex 5