



HAL
open science

Comportement mécanique de la plaque de plâtre étudié par tomographie et essais mécaniques in-situ

Amine Bouterf

► **To cite this version:**

Amine Bouterf. Comportement mécanique de la plaque de plâtre étudié par tomographie et essais mécaniques in-situ. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. École normale supérieure de Cachan - ENS Cachan, 2014. Français. NNT : 2014DENS0010 . tel-01118773

HAL Id: tel-01118773

<https://hal.science/tel-01118773v1>

Submitted on 19 Feb 2015

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.



ENSC-20XX/XXX



**THÈSE DE DOCTORAT
DE L'ÉCOLE NORMALE SUPÉRIEURE DE CACHAN**

Présentée par

Amine Bouterf

pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'ÉCOLE NORMALE SUPÉRIEURE DE CACHAN

Domaine

MÉCANIQUE - GÉNIE MÉCANIQUE - GÉNIE CIVIL

Sujet de la thèse

**Comportement mécanique de la plaque de plâtre étudié
par tomographie et essais mécaniques in-situ**

Soutenue à Cachan le 28 Mars 2014 devant le jury composé de :

Luc Salvo	Professeur, Université de Grenoble	Rapporteur
Stephen A. Hall	Professeur, Université de Lund	Rapporteur
Gioacchino Viggiani	Professeur, Université de Grenoble	Examineur
Sylvain Meille	Maître de conférences, INSA de Lyon	Examineur
Dominique Bernard	Directeur de recherche, ICMCB (Bordeaux)	Examineur
Stéphane Roux	Directeur de recherche, LMT-Cachan	Directeur de thèse
Eric Maire	Directeur de recherche, MATEIS (INSA de Lyon)	Co-encadrant
René Gy	Directeur du département TMM, Saint-Gobain Recherche	Co-encadrant

LMT-Cachan

ENS Cachan / CNRS / PRES UniverSud Paris
61 avenue du Président Wilson, 94235 Cachan cedex, France

Table des matières

1	Introduction	8
1.1	Objectifs de la thèse	9
1.2	Organisation du manuscrit	10
2	Revue bibliographique	12
2.1	Caractérisation mécanique des matériaux poreux	13
2.1.1	Test de compression uniaxiale	14
2.1.2	Essai de traction	19
2.1.3	Essai d'indentation	22
2.1.4	Essai de flexion	24
2.1.5	Essais multiaxiaux	24
2.2	Modélisation du comportement mécanique	34
2.2.1	Microstructure régulière	34
2.2.2	Microstructure irrégulière	35
2.3	Matériau d'étude « plaque de plâtre »	41
2.3.1	Origine de la plaque de plâtre	42
2.3.2	Procédé de fabrication	43
2.3.3	Plâtre	44
2.3.4	Papier	53
2.3.5	Adhésion papier-plâtre	55
2.4	Techniques expérimentales	56
2.4.1	Tomographie aux rayons X	57
2.4.2	Mesure de champs cinématiques	60
2.5	Conclusions	66
3	Comportement de la plaque de plâtre en flexion	68
3.1	Revue bibliographique	69
3.2	Etude expérimentale	71
3.3	Résultats expérimentaux	72
3.4	Procédure d'identification	76
3.4.1	Modélisation	76

3.4.2	Identification élastique	77
3.4.3	Identification d'endommagement	78
3.5	Essais de flexion trois points	81
3.6	Conclusions	85
4	Essais de flexion <i>in-situ</i>	86
4.1	Essais de flexion <i>in-situ</i>	87
4.2	Etude expérimentale	90
4.3	Résultats expérimentaux	91
4.3.1	Flexion quatre points	92
4.3.2	Flexion trois points	100
4.4	Conclusions	110
5	Essai d'arrachement « Nail pull test »	112
5.1	Caractérisation mécanique de la plaque de plâtre	113
5.2	Résistance à l'arrachement	113
5.3	Etude expérimentale	119
5.3.1	Résultats et discussion du mécanisme de rupture	123
5.3.2	Mesures de champs cinématiques	127
5.3.3	Influence de la taille de la tête du clou	131
5.3.4	Influence du papier supérieur	137
5.3.5	Influence du roller coating	141
5.4	Conclusions	145
6	Indentation de plâtre	147
6.1	Essai d'indentation	148
6.1.1	Indentation sphérique	150
6.2	Indentation de matériaux poreux	151
6.2.1	Indentation de plâtre moussé	155
6.3	Etude Expérimentale	158
6.3.1	Résultats expérimentaux	160
6.3.2	Estimation de la contrainte d'effondrement de la porosité	166
6.3.3	Mesures de champs cinématiques	167
6.3.4	Base réduite	171
6.3.5	Identification d'un critère de ruine local	182
6.4	Analyse d'un essai d'indentation <i>in-situ</i> à haute résolution	186
6.4.1	Résultats expérimentaux	188
6.4.2	Mesure de champs de déplacement	189
6.5	Conclusions	191

7	Comportement triaxial du plâtre moussé	193
7.1	Essais multiaxiaux sur ASTRÉE	194
7.2	Critères de plasticité usuels pour les sols	196
7.2.1	Critère de Mohr-Coulomb	196
7.2.2	Critère de Drucker-Prager	198
7.3	Etude expérimentale	200
7.3.1	Machine d'essai	200
7.3.2	Montage de compaction	201
7.3.3	Echantillons	202
7.3.4	Trajets de chargement	203
7.4	Résultats expérimentaux	206
7.4.1	Chargement œdométrique	206
7.4.2	Chargement multiaxial à confinement variable	208
7.4.3	Chargement hydrostatique	211
7.4.4	Compression simple	214
7.4.5	Surface limite de charge	215
7.4.6	Validité de critère de Drucker-Prager	218
7.4.7	Tomographie d'une éprouvette comprimée de manière hydro- statique	219
7.5	Conclusions	221
8	Conclusion et perspectives	223
8.1	Perspectives	227

Remerciements

Avant de vous parler du comportement de la plaque de plâtre je souhaite remercier l'ensemble des nombreuses personnes qui ont participé à ce travail.

Pour commencer, je remercie Stéphane Roux et François Hild, la réussite de cette thèse doit beaucoup à vous deux. Je vous exprime toute ma gratitude pour votre réactivité, votre pédagogie et votre disponibilité. Merci à vous pour la confiance que vous m'avez témoigné au cours de ces trois ans.

Je tiens également à témoigner ici ma profonde reconnaissance aux personnes qui m'ont accueilli au centre d'essai. Je remercie Boubou et Omar grâce à qui les essais sur ASTREE ont pu être réalisés dans d'excellentes conditions. Une pensée particulière à l'équipe tomographie "Benjamin et T³". Je pense à ceux qui ont pris du temps pour m'écouter en UTR "Eikologie" ou en réunion de secteur. Je suis également très reconnaissant aux personnes qui m'ont permis de préparer ma soutenance : Aveline D., Florent M., Pierre G., Edouard W., T³ et François H.

Ensuite, je tiens à remercier les personnes avec qui j'ai pu travailler au MATEIS et qui m'ont permis de mener à bien ce travail. Un grand merci à Eric Maire, Jérôme Adrien, Sylvain Meille et Jean-Yves Buffière qui m'ont formidablement accueilli plusieurs fois au MATEIS. Ils ont tous grandement contribué à la réalisation des tests in situ ; leurs différents savoir-faire m'ont été précieux. Je tiens à remercier également Damien V., Emmanuelle G., Elodie B. et toute l'équipe "Experiment MA-1281" grâce à eux j'ai pu réaliser mes tests à l'ESRF dans de bonnes conditions.

Du côté industriel, je tiens tout particulièrement à remercier Philippe Eribeau. Après avoir m'encadrer en stage à Saint-Gobain Recherche. Il a initié ce projet et il a conservé un intérêt constant pour mes travaux. Mes discussions avec lui ont toujours été enrichissantes et constructives, d'un point de vue professionnel comme personnel. Je souhaite remercier également Guillaume Vivier, Xavier Brajer et René Gy qui m'ont encadré durant ces trois ans. Merci également à Jérémie D. "la campagne des bouteilles restera un très bon souvenir ! Valider malgré tout !" et Thomas L. qui m'ont aidé à l'élaboration des échantillons et la réalisation des essais mécaniques. Je pense ensuite à Gregory Caratini et Roxane Marull avec qui j'ai pu échanger à de nombreuses reprises.

Je remercie sincèrement Dominique Bernard qui m'a fait le grand plaisir de présider mon jury de thèse. Je remercie également Luc Salvo et Stephen Hall pour avoir accepté de rapporter sur mon manuscrit. Mes remerciements vont également à Gioacchino Viggiani et Sylvain Meille pour m'avoir fait l'honneur d'accepter d'examiner mon travail.

Enfin, je tiens à adresser une pensée toute particulière à ma famille. Je ne te remercierai jamais assez *Yama* pour tout ce que tu fais pour moi. Aucun mot ne saurait exprimer ma gratitude, mon amour et mon profond respect. Puisse Dieu t'accorder santé et longue vie. Je pense ensuite à ma sœur, grâce à toi j'ai pu surmonter toutes les difficultés. Pour finir, je souhaiterais dédier cette thèse à ma femme Chahrazed.

Abstract

Lightweight plasterboard is a product composed of a "plaster foam" core whose porosity can reach 75% lined with two sheets of paper. To optimize the compromise between thermal resistance and mechanical strength, it is important to understand and characterize the mechanical behavior of the plasterboard. In the present work, specific methodologies for digital image correlation and identification of the mechanical behavior in highly nonlinear regimes (damage, collapse of porosity, macroscopic cracking ...) have been developed and implemented.

A first set of mechanical properties, crucial for handling and placarding, concerns the bending strength. Three and four points bending tests were performed until failure. Digital image correlation was used to follow the kinematic of the test. The behavior of the plasterboard has been identified through a homogenized continuum description based on plate kinematic where the progressive degradation of bending stiffness is described through a damage law. A specific procedure for identification is presented where experimental imperfections and symmetry breakdown are tolerated and accounted for. The analysis shows that the mechanical behavior of the plasterboard in bending test is controlled primarily by the mechanical properties of the paper lining and the quality of gypsum / paper interface. The failure mechanism in bending test was also identified through in-situ tests performed inside the tomograph.

A second category of mechanical properties relates to a normative test "Nail pull test". Through tests conducted inside the tomograph and the analysis of the kinematics by digital volume correlation, the different key stages of the failure mechanism have been identified. The compaction of the core by the collapse of porosity in compression has been recognized as the limiting factor.

In order to better understand the compaction mechanism in-situ spherical indentation tests were performed on foamed samples prepared from the board core. The results from the in-situ experiment show that a compacted zone develops under the indenter, displaying a very sharp boundary with the undamaged material that behaves elastically. To meet the need for estimating accurately the state of multiaxial strain that characterizes this transition, a new methodology is presented. It is an integrated digital volume correlation based on a library of fields adapted to the spherical indentation test and computed from commercial finite element software. Coupling in-situ mechanical tests, digital volume correlation and numerical simulations on the one hand, and integration a priori known information in the identification process on the other hand allowed us to identify a local failure criterion. The behavior of porous plaster was also characterized via homogeneous triaxial tests, by following different loading paths. The triaxial behavior of foamed plaster has been identified. The results are in agreement with those obtained via the identification procedure conducted on the spherical indentation tests.

Résumé

Une plaque de plâtre allégée est un produit constitué d'un cœur, « mousse de plâtre » dont la porosité peut atteindre 75% et de revêtements de carton. Il est important de comprendre et de caractériser le comportement mécanique de la plaque de plâtre pour optimiser le compromis résistance thermique / tenue mécanique. Pour répondre à cet objectif, des méthodologies spécifiques de corrélation d'images et d'identification du comportement mécanique dans des régimes fortement non-linéaires (endommagement, effondrement de la porosité, fissuration macroscopique...) ont été développées et mises en œuvre.

Une première classe de propriétés mécaniques, conditionnant la manutention et la pose des plaques, concerne la tenue à la flexion. Des essais de flexion trois et quatre points ont été réalisés jusqu'à rupture. La corrélation d'images 2D a été utilisée pour suivre la cinématique de l'essai. Le comportement de la plaque de plâtre en flexion a été identifié grâce à une description continue et homogénéisée de type poutre où la dégradation progressive de la rigidité de la plaque est décrite par une loi d'endommagement. Une procédure d'identification spécifique est présentée où imperfections expérimentales et ruptures éventuelles de symétrie sont prises en compte. L'analyse montre que le comportement de la plaque en flexion est essentiellement piloté par les propriétés mécaniques de la face cartonnée et de la qualité de l'interface papier-plâtre. Le mécanisme de rupture en flexion a été également identifié par des essais in-situ dans un tomographe.

Une deuxième catégorie de propriétés mécaniques concerne un essai normatif d'arrachement. Grâce à des tests réalisés au sein d'un tomographe et à l'analyse de la cinématique par corrélation d'images volumiques, les différentes étapes clefs ont été identifiées et la compaction du cœur par effondrement de la porosité sous compression a été reconnu comme le facteur limitant.

Dans le but de mieux comprendre ce mécanisme de ruine, des essais d'indentation sphérique tomographiés ont été réalisés sur des échantillons de mousse constitutive du cœur de la plaque. Sous l'indenteur, une transition brutale entre comportement élastique et compaction forte accompagnée d'un effondrement de la porosité est visible. Pour répondre à la nécessité d'estimer finement l'état de déformation multiaxial qui caractérise cette transition, une procédure originale de corrélation d'images volumiques intégrée a été développée. Elle s'appuie sur un code commercial d'éléments finis comme moyen de générer une base cinématique adaptée à l'essai d'indentation sphérique. Le couplage d'essais mécaniques in-situ, de corrélation d'images volumiques et de simulation numérique d'une part, et l'intégration d'informations connues a priori dans la démarche d'identification d'autre part ont permis d'identifier un critère de ruine local. Le comportement triaxial du plâtre poreux a été également caractérisé par des essais triaxiaux homogènes en suivant différents trajets de chargement. Le comportement triaxial du plâtre moussé a été identifié. Les résultats obtenus sont en accord avec ceux de l'identification conduite sur l'essai d'indentation.

Chapitre 1

Introduction

Les évolutions économiques et technologiques ont donné naissance à des besoins de plus en plus exigeants en termes de sécurité, de confort, de fonctionnalité et de consommation d'énergie. Ces exigences imposent le développement ou l'amélioration de nouveaux concepts. C'est dans ce contexte que la plaque de plâtre a été inventé par A. Sackett en 1894. Depuis sa création, le processus de fabrication de la plaque de plâtre a été régulièrement amélioré afin de satisfaire aux normes. La tendance actuelle se dirige d'une part vers l'allègement de la plaque de plâtre afin de minimiser la consommation d'énergie tout en optimisant les propriétés mécaniques et d'autre part vers la multifonctionnalité des matériaux combinant par exemple de bonnes caractéristiques mécaniques à des propriétés comme l'isolation thermique et acoustique.

Les panneaux de gypse sont des sandwichs composés d'un cœur de plâtre coulé entre deux papiers. Ils représentent aujourd'hui le produit de finition intérieure le plus utilisé en construction. Le plâtre est un matériau particulièrement adapté à une utilisation en intérieur, grâce à ses propriétés d'isolation thermique et acoustique et sa résistance au feu. La consommation d'énergie représente 25% environ des coûts de production de la plaque de plâtre. Avec l'augmentation des prix du pétrole, les efforts ont redoublé pour réduire la consommation d'énergie dans le processus de fabrication de la plaque. La direction la plus évidente pour diminuer les coûts de fabrication est la réduction du poids de la plaque. Afin d'alléger la plaque de plâtre, il est courant d'introduire de l'air dans la pâte en ajoutant une mousse. Cet allègement conduit malheureusement à un affaiblissement des propriétés mécaniques de la plaque. Outre la résistance au feu qu'elle doit vérifier, une plaque légère doit satisfaire à des exigences dont la plus sévère est la résistance à l'arrachement. Les textes réglementaires stipulent, d'effectuer des essais d'arrachement d'une plaque de plâtre avec un clou de fixation. L'essai consiste à mesurer la résistance maximale qu'oppose la plaque de plâtre à l'enfoncement de la tête du clou, ce qu'il est convenu d'appeler le « Nail Pull Test » ou résistance à l'arrachement [1]. Les caractéristiques mécaniques des plaques de plâtre sont évaluées également par la résistance en flexion, propriété mécanique cruciale pour le transport, la manutention et

la pose de la plaque. La compréhension fine du comportement mécanique et la physique de l'endommagement de la plaque de plâtre lors du chargement est un élément clé dans la définition de la microstructure optimale de la plaque de plâtre compatible avec les exigences des normes.

La plaque de plâtre moderne possède un cœur de porosité contrôlée, des couches de plâtre dense à l'interface papier-plâtre. Le travail original sur ce sujet a été réalisé par Bruce *et al.* [2] en démontrant qu'une plaque de plâtre légère avec des bonnes propriétés mécaniques peut être obtenue en contrôlant la distribution de la mousse de telle manière que des couches plus denses se produisent aux interfaces papier-plâtre. La figure 1.1 présente des micrographies du cœur de la plaque de plâtre standard et allégée. Soulignons que, bien que le poids de la plaque soit un facteur important pour les propriétés mécaniques de la plaque, il y a peu (voire pas) de résultats publiés sur le comportement mécanique de la plaque de plâtre allégée. De plus, très peu d'informations sont disponibles concernant la liaison mécanique carton-plâtre. Dans ce contexte Saint-Gobain Recherche a souhaité explorer cette problématique, en finançant participant au développement du présent sujet de recherche qui a pour finalité d'une part, une meilleure compréhension des mécanismes de rupture des plaques de plâtre allégées lors d'essais mécaniques d'arrachement, de flexion et d'indentation suivis par la tomographie aux rayons X, et d'autre part, le développement d'outils permettant l'identification des propriétés mécaniques du plâtre moussé sur la base de mesures de champs cinématiques.

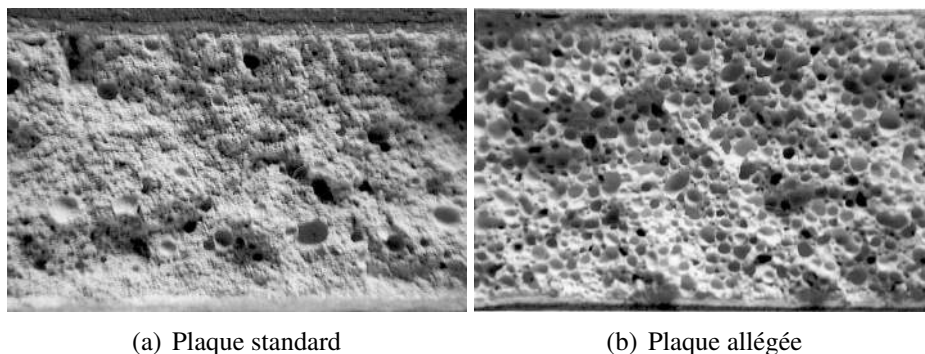


FIGURE 1.1: Micrographies du cœur de la plaque de plâtre [3].

1.1 Objectifs de la thèse

Ce travail s'inscrit dans une démarche d'identification de la loi de comportement des matériaux fragiles à fort taux de porosité. L'objectif de cette thèse étant, d'une part de comprendre les mécanismes de rupture et d'endommagement de la plaque de plâtre al-

légée à partir d'essais mécaniques *in-situ* (essais de flexion, arrachement, indentation), et d'autre part, de développer une approche et des outils combinant les essais mécaniques *in-situ*, la corrélation d'images et la simulation numérique afin d'identifier le comportement mécanique macroscopique du plâtre moussé.

Pour répondre à ces objectifs une méthodologie d'identification du comportement mécanique dans des régimes fortement non-linéaires (endommagement, effondrement de la porosité, fissuration macroscopique ...) a été développée et mise en œuvre. La démarche scientifique qui a été développée a pour objet de répondre à cette question en exploitant une procédure d'identification innovante s'appuyant sur des moyens d'analyse très fins. D'une part, le matériau est imagé par tomographie aux rayons X ce qui renseigne sur la microstructure tridimensionnelle. D'autre part, l'imagerie successive du même spécimen sollicité *in-situ* à différents niveaux de chargement donne accès par corrélation d'images volumiques à des champs de déplacement tridimensionnels. Enfin, à partir de ces mesures il est possible de conduire une identification inverse qui permet de déterminer des propriétés mécaniques.

1.2 Organisation du manuscrit

Après avoir présenté le contexte et les objectifs de ce travail nous présentons dans ce qui suit l'organisation du rapport de thèse, il s'articule en sept chapitres de la manière suivante :

- Le premier chapitre expose une revue bibliographique sur la caractérisation des matériaux poreux. Les différentes approches de modélisation existantes qui permettent de décrire le comportement mécanique de ces matériaux sont exposées. Ensuite, la plaque de plâtre est introduite, le procédé de fabrication, les différents composants de la plaque sont présentés. Enfin, les techniques expérimentales (tomographie aux rayons X et mesure de champs cinématiques) utilisées dans cette étude sont détaillées.
- Le deuxième chapitre est dédié à l'analyse des essais de flexion effectués sur des échantillons de plaques de plâtre jusqu'à rupture. La corrélation d'images numériques est utilisée pour suivre la cinématique de l'essai et la dégradation progressive associée de la raideur de flexion. Il est proposé d'identifier le comportement de la plaque de plâtre grâce à une description continue et homogénéisée (de type poutre) où la dégradation progressive de la rigidité de la plaque est décrite par un paramètre d'endommagement. Une forme algébrique simple avec seuil a été choisie pour décrire l'évolution de l'endommagement en fonction de la courbure locale de la poutre. Une procédure spécifique est également présentée où les imperfections expérimentales sont prises en compte.
- Le troisième chapitre est consacré à l'analyse des essais de flexion *in-situ* effectués sur des échantillons de plaques de plâtre jusqu'à rupture. Grâce à l'associa-

tion des observations tomographiques avec la corrélation d'images volumiques régularisée le mécanisme de rupture de la plaque en flexion a été identifié.

- Le quatrième chapitre présente l'essai d'arrachement réalisé sur des échantillons préparés à partir de plaques de plâtre allégées. Une méthodologie complète d'analyse du test a été proposée. Grâce à l'apport de la tomographie aux rayons X le mécanisme de rupture de la plaque en arrachement a été identifié dans l'ordre d'apparition chronologique de différentes dégradations.
- Le cinquième chapitre décrit l'essai d'indentation sphérique *in-situ* réalisé sur des échantillons extraits à partir du cœur de la plaque de plâtre. Nous proposons d'aller plus loin dans l'analyse de cet essai en développant une nouvelle version de corrélation d'images volumiques intégrée basée sur une base cinématique générée numériquement via un code de calcul de type EF. La méthodologie proposée est un moyen d'intégrer des informations connues *a priori* dans la procédure de corrélation. Cette nouvelle stratégie a permis l'identification d'un critère de ruine local.
- Le sixième chapitre s'inscrit dans une démarche d'identification de la loi de comportement du cœur de la plaque de plâtre. Des essais triaxiaux sur des échantillons du cœur de la plaque sont présentés. L'exploitation de ces essais permet l'identification de la surface limite de charge et également son évolution pour le plâtre moussé pour de fortes pressions de confinement.
- Le septième chapitre conclut ce manuscrit en résumant les principaux résultats obtenus et les perspectives que suggèrent ce travail dans l'étude du comportement de la plaque de plâtre.

Chapitre 2

Revue bibliographique

Cette revue de la littérature résume l'état de l'art des différents domaines qui ont servi aux travaux présentés dans ce manuscrit. Tout d'abord, les différents essais de caractérisation mécanique des matériaux à fort taux de porosité sont exposés. Puis, les diverses approches qui servent à la modélisation du comportement mécanique de ce type de matériaux sont introduites. Ensuite, le matériau d'étude (i.e. plaque de plâtre) est introduit, le procédé de fabrication, les différents composants (plâtre, papier et interface papier-plâtre) sont présentés. Enfin, les techniques expérimentales (tomographie aux rayons X et mesure de champs cinématiques) utilisées dans cette étude sont détaillées.

2.1 Caractérisation mécanique des matériaux poreux

Dans de nombreux domaines, afin de suivre les évolutions économiques et technologiques, différents matériaux ont été développés dans le but d'avoir des propriétés améliorées par rapport aux matériaux constitutifs. C'est dans ce contexte que les structures sandwichs ont été introduites. Elles augmentent la rigidité en séparant les deux peaux en y insérant une âme légère, où le poids du sandwich est réduit au minimum en utilisant des âmes de faible densité. Dans ce type d'application, les matériaux cellulaires se présentent comme des candidats idéaux comme élément de base pour le cœur. Les modes de rupture des sandwichs peuvent avoir différentes formes selon le type de chargement, la géométrie et les propriétés mécaniques des composants. Les modes de rupture les plus courants sont présentés sur la figure 2.1 :

- *Indentation au point de chargement*, ce mécanisme de rupture est une conséquence des effets de chargement localisé. Lors d'un test de flexion trois (ou quatre) points, il est possible de voir ce phénomène au niveau des appuis.
- *Rupture de la peau*, la peau peut être rompue si elle est sollicitée au-delà de sa limite en traction.
- *Plis de la peau*, lors d'un test de compression, le phénomène de flambement de la peau peut se produire.
- *Rupture du cœur*, elle se produit généralement en cisaillement, mais la rupture en traction ou en compression est possible.
- *Perte d'adhérence*, l'adhérence entre le cœur et la peau peut être rompue par rupture fragile.

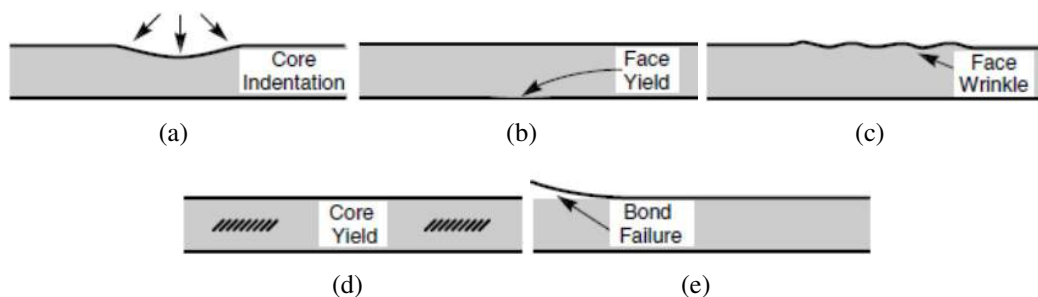


FIGURE 2.1: Modes de rupture dans les panneaux sandwichs [4].

Les propriétés mécaniques des matériaux cellulaires sont mesurées par différents tests de caractérisation qui seront exposés dans cette partie. Dans un premier temps la caractérisation du comportement uniaxial sera présentée, puis on s'intéressera à la caractérisation du comportement multiaxial.

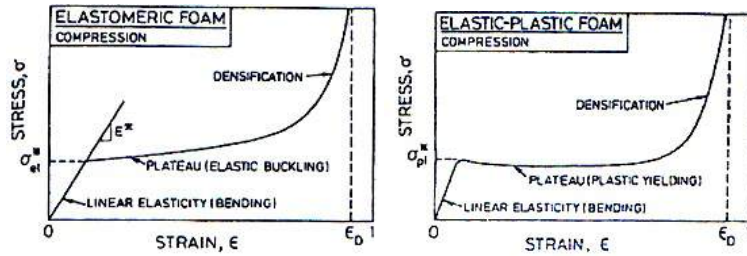
2.1.1 Test de compression uniaxiale

L'essai de compression uniaxiale sur les matériaux cellulaires est le plus souvent étudié dans la littérature. Cela est dû d'une part aux différentes applications de ces matériaux qui les amènent à être chargés en compression et d'autre part à la facilité de mise en œuvre de l'essai. Les seules précautions à prendre en compte sont le parallélisme entre les plateaux de compression, la planéité des deux surfaces de l'échantillon et les conditions de frottement entre l'échantillon et les plateaux. La géométrie des éprouvettes est souvent un cylindre ou un parallélépipède. Ce test permet d'obtenir rapidement la courbe contrainte-déformation décrivant le comportement macroscopique du matériau et sur laquelle le module d'Young est déduit directement. La réponse force-déplacement ou contrainte-déformation est caractérisée par trois régimes (figure 2.2) : (i) une élasticité linéaire à faible déformation, (ii) un plateau d'effondrement et (iii) une phase de densification.

La première partie linéaire des courbes correspondant aux faibles niveaux de chargement, est celle de l'élasticité linéaire. Cette phase est contrôlée par la flexion des bords de cellules. Dans le cas de cellules fermées l'élasticité est contrôlée par l'étirement des parois des cellules [5]. Le module d'Young E^* correspond à la pente de cette première partie linéaire. Ce domaine n'est pas forcément réversible pour tous les types de mousses. Des études sur des mousses d'aluminium [6] ont montré que lors d'un cycle chargement-déchargement, la pente initiale est modifiée (figure 2.3). Ceci laisse à penser que des mécanismes irréversibles et localisés comme la micro-plasticité ou la micro-fissuration apparaissent dès les premiers stades de chargement. Néanmoins, une bonne partie des mécanismes qui interviennent lors de cette phase est élastique linéaire. Du fait de ces remarques, le module d'Young ne peut pas être déterminé correctement à partir de la pente initiale de la courbe de traction ou de compression. Il est préférable de le déterminer à partir de la pente de décharge [7].

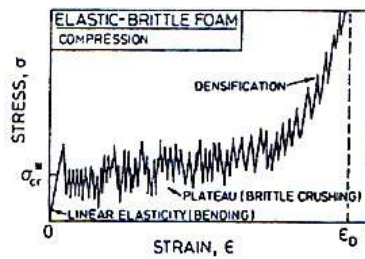
Le plateau correspond à l'effondrement des cellules par flambage élastique des bords de cellule pour une mousse élastomère (figure 2.4(a)), pour une mousse élastoplastique par formation de rotules plastiques (figure 2.4(b)), et pour les mousses fragiles telles que les mousses céramiques par écrasement des cellules par rupture fragile des parois (figure 2.4(c)). Il est à noter que lors d'une décharge pendant la phase de plateau, certaines mousses en polymère recouvrent leur état initial sans avoir subi de dommages significatifs. Ceci s'explique par un micro-flambement réversible des parois des alvéoles [8]. Les équations présentées à la figure 2.4 nous donnent la contrainte nécessaire pour endommager la structure suivant le mode de déformation des cellules. La dépendance de la contrainte au plateau avec la densité relative du matériau est calculée en déterminant la contrainte locale qui entraîne l'apparition du phénomène d'effondrement des cellules (rupture, plastification ou flambement). Ce calcul est possible dans le cas d'une microstructure régulière, hypothèse très souvent utilisée pour décrire les propriétés mécaniques des matériaux cellulaires.

La phase de densification est observée lorsque les cellules sont fortement comprimées par l'un des mécanismes évoqués ci-dessus (flambement, plastification ou rupture fragile) et retrouvent une réponse élastique lorsque les parois reviennent en contact les unes avec les autres.



(a) Mousse élastomère

(b) Mousse élasto-plastique



(c) Mousse fragile

FIGURE 2.2: Courbes schématiques de compression sur différents types de mousse [5].

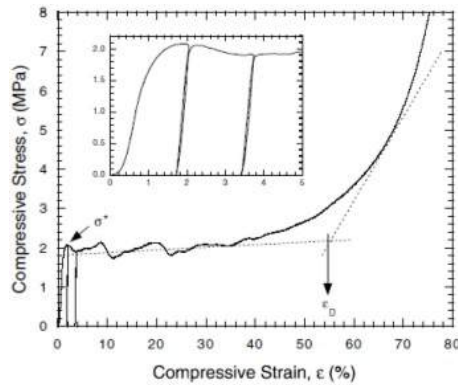


FIGURE 2.3: Réponse typique contrainte-déformation des mousses Alporas[®] sous compression uniaxiale montrant trois régimes distincts de déformation avec une vue agrandie des premiers stades de la déformation [6].

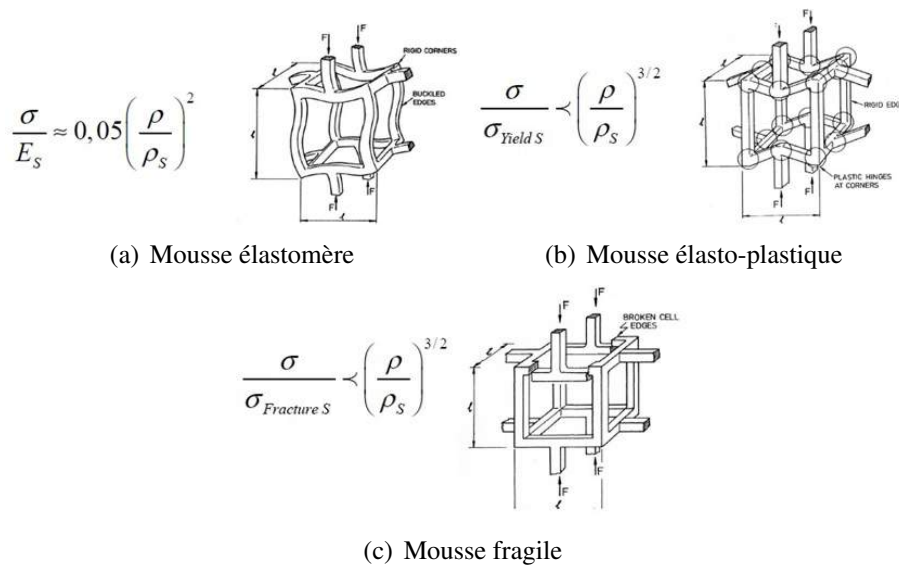


FIGURE 2.4: Différents modes de déformation des mousses [5], où ρ est la densité du matériau, ρ_s la densité du solide, E_s le module d'Young du solide, σ contrainte à l'endommagement, $\sigma_{yield\ s}$ la limite d'élasticité du solide et $\sigma_{fracture\ s}$ la limite de rupture du solide.

Shaw et Sata [9] ont observé l'existence d'un « pic » sur la courbe contrainte-déformation lors d'un essai de compression uniaxiale sur une mousse polystyrène (fi-

gure 2.5). Le pic sur la figure correspond au passage de la partie élastique au plateau. La valeur au pic correspond à la charge nécessaire pour qu'une première rangée de cellules s'effondre, affaiblissant immédiatement les rangées adjacentes. La contrainte nécessaire à l'effondrement des cellules suivantes est donc plus faible et se stabilise à la valeur du plateau. La figure 2.5(b) présente le schéma de cellules à l'état initial, les cellules effondrées sont présentées à la figure 2.5(c).

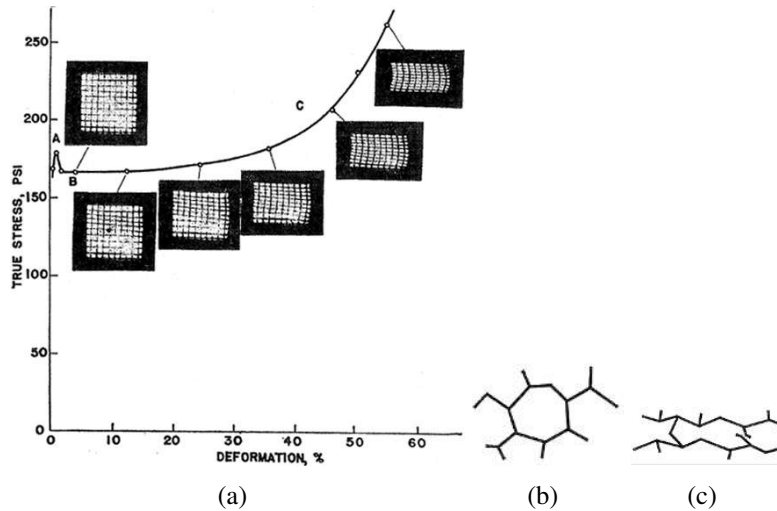


FIGURE 2.5: (a) Courbe de compression d'une mousse polystyrène. Schéma de cellules (b) totalement expansées et (c) effondrées d'un matériau à forte porosité [9].

Bart-Smith *et al.* [10] ont utilisé la tomographie aux rayons X et la mesure de champ de déformation en surface afin de déterminer les modes de déformation en compression des mousses d'aluminium. Les cartes de déformations principales incrémentales à des niveaux entre le début de la réponse non-linéaire et l'entrée du plateau (figure 2.6) révèlent que les bandes de déformation localisées s'initient au début de la non-linéarité avec une largeur égale au diamètre d'une cellule. En dehors de la bande, les déformations moyennes sont faibles et restent essentiellement dans le domaine élastique.

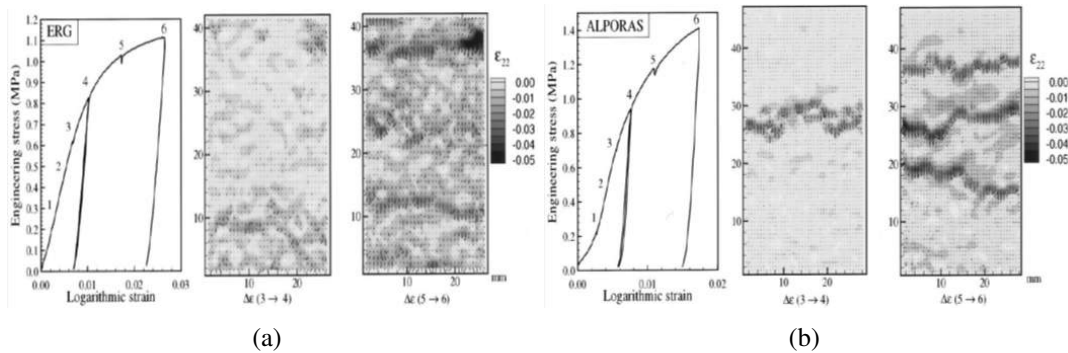


FIGURE 2.6: Cartes de déformations principales incrémentales lors d'un essai de compression. Les courbes contrainte-déformation sont également montrées pour (a) une mousse Duocel[®] (ERG), (b) une mousse Alporas[®] [10].

Maire *et al.* [11] ont réalisé un test de compression *in-situ* sur une mousse Alporas[®] dans un tomographe. La figure 2.7 illustre les observations tomographiques *in-situ* obtenues. On voit clairement que la déformation n'est pas uniforme dans tout l'échantillon, elle se localise dans des bandes plus ou moins perpendiculaires à la direction du chargement. Le flambement et la flexion de certaines parois sont également constatés.

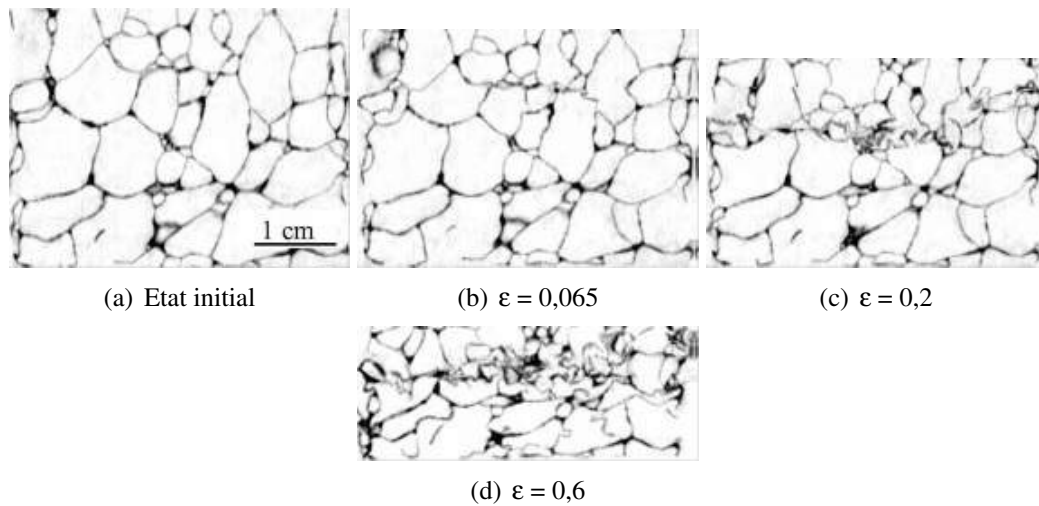


FIGURE 2.7: Compression *in-situ* d'une mousse Alporas[®]. Les coupes tomographiques montrent l'évolution de la microstructure à différents niveaux de déformation [11].

Bastawros *et al.* [12] ont utilisé la corrélation d'images numériques afin d'étudier

les mécanismes de déformation qui se produisent au cours de la déformation plastique initiale dans des mousses d'aluminium en compression. Trois étapes ont été identifiées impliquant la distorsion des parois et la formation de bandes de déformation. La réponse de cinq mousses d'aluminium différentes en compression a été étudié également par Andrews *et al.* [13], en comparant les observations expérimentales avec les valeurs calculées à partir de modèles théoriques pour les matériaux cellulaires [5]. Les propriétés mesurées sur les mousses à cellules fermées se sont révélées être inférieures aux prévisions théoriques. La présence de défauts tels que la courbure de la paroi cellulaire et les ondulations, ainsi que des variations de densité, sont des causes probables pour cette réduction. Le comportement de mousses polymères hyperélastiques a été identifié à partir de mesures de champs par corrélation d'images appliquée à un essai de compression uniaxiale [14]. Récemment, Meille *et al.* [15] ont réalisé des essais de compression *in-situ* sur des échantillons de céramique poreuse (porosité allant de 35 à 75%). Les auteurs notent l'existence d'une transition du comportement de l'échantillon sous compression avec le taux de porosité. Le mode de rupture est de type fragile à faible taux de porosité à un comportement endommageable à fort taux de porosité. La figure 2.8 montre une représentation schématique en deux dimensions du changement de mode de rupture en compression en fonction de taux de porosité.

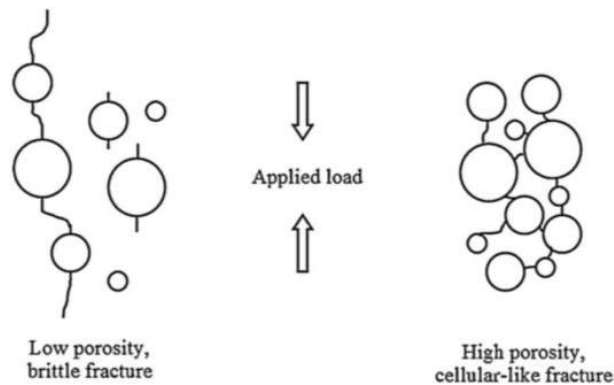


FIGURE 2.8: Représentation schématique en deux dimensions des deux modes de rupture de l'alumine poreuse en compression [15].

2.1.2 Essai de traction

Les essais de traction sur des mousses sont beaucoup moins fréquents dans la littérature. La figure 2.9 illustre la réponse de différents types de mousses en traction. D'après Gibson et Ashby [5], la partie linéaire élastique est toujours due à la flexion des arêtes et à l'étirement des parois. Le comportement non-linéaire est dû en partie à la réorgani-

sation de la structure. En effet les arêtes qui se trouvaient initialement à un certain angle de l'axe de traction se réorientent pour s'aligner avec ce dernier. Cette zone existe rarement dans les mousses fragiles de type céramique où après la zone élastique la rupture fragile se produit directement.

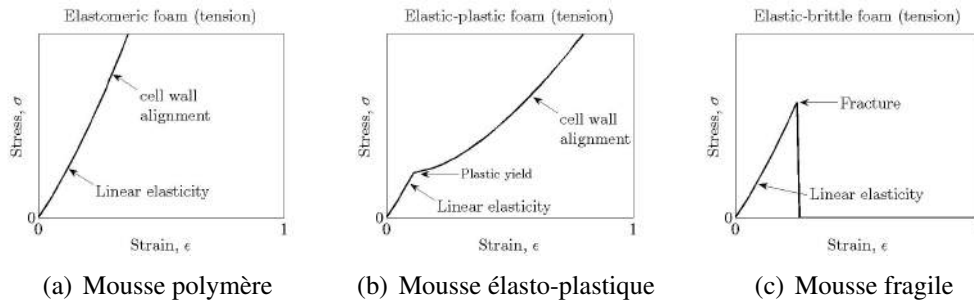


FIGURE 2.9: Courbes contrainte-déformation de traction de trois types de mousse (figures extraites de la Ref. [5]).

Deschanel [16] a analysé les mécanismes de déformation pour un essai de traction *in-situ* sur une mousse polyuréthane de densité relative 0,9. Plusieurs scans ont été réalisés : à l'état initial et à différents taux de déformation nominale. Les observations tomographiques sont présentées sous forme de coupes 2D (figure 2.10). Tout d'abord, les pores s'allongent sans qu'aucune paroi ne casse. L'image à 8,8% de déformation montre une première fissure amorcée sur un pore de taille plus importante. L'image à 15,4% de déformation illustre l'apparition de fissures à divers endroits de la mousse. A partir de 18,8% de déformation, des avancées de fissure se localisent essentiellement en deux endroits privilégiés. Par ailleurs, d'autres fissures apparaissent. Puis, ces deux fissures vont croître et percoler, engendrant la rupture du matériau.

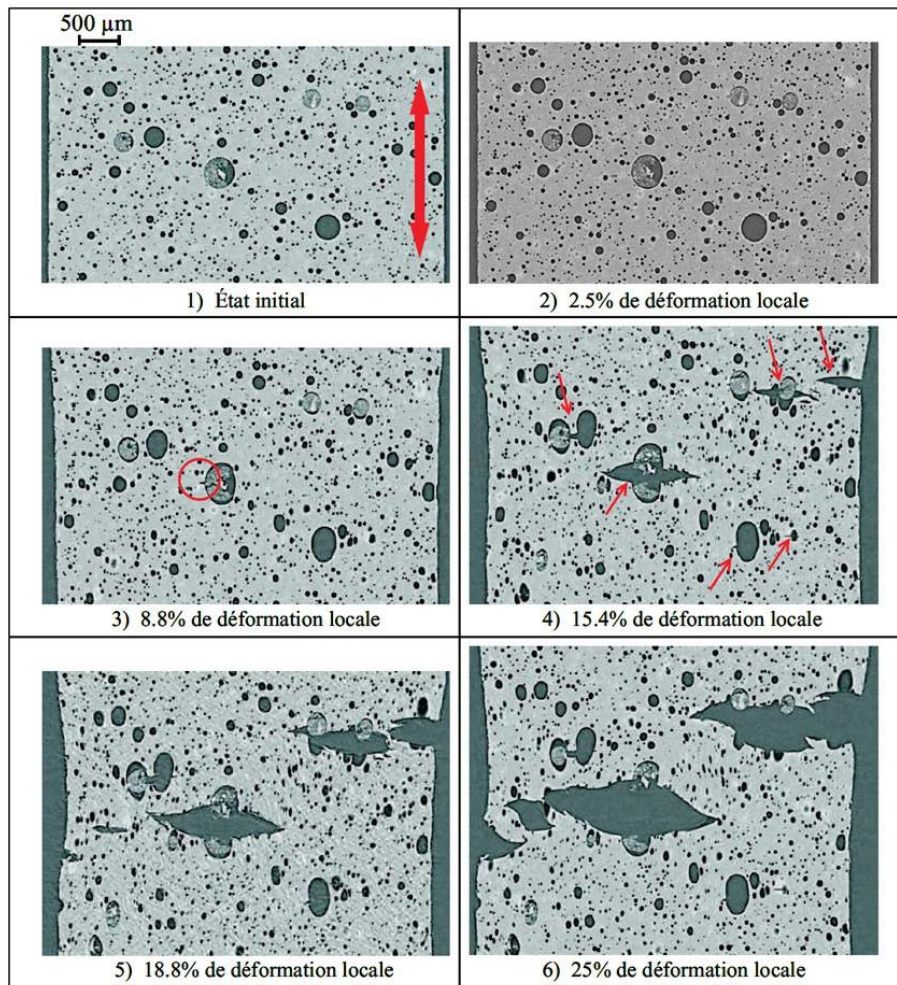
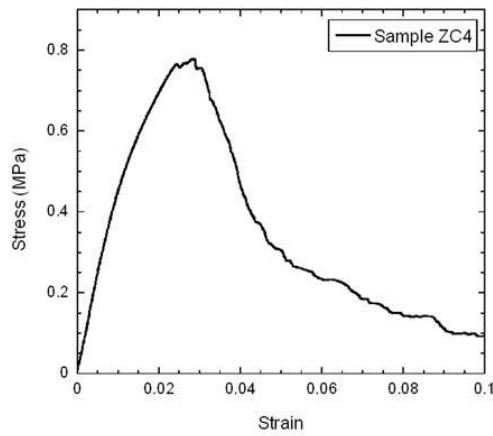


FIGURE 2.10: Coupes tomographiques extraites d'un volume 3D d'une mousse polyuréthane de densité relative 0,9 sollicitée en traction *in-situ* selon l'axe z. L'état initial est suivi de cinq états de déformation [16].

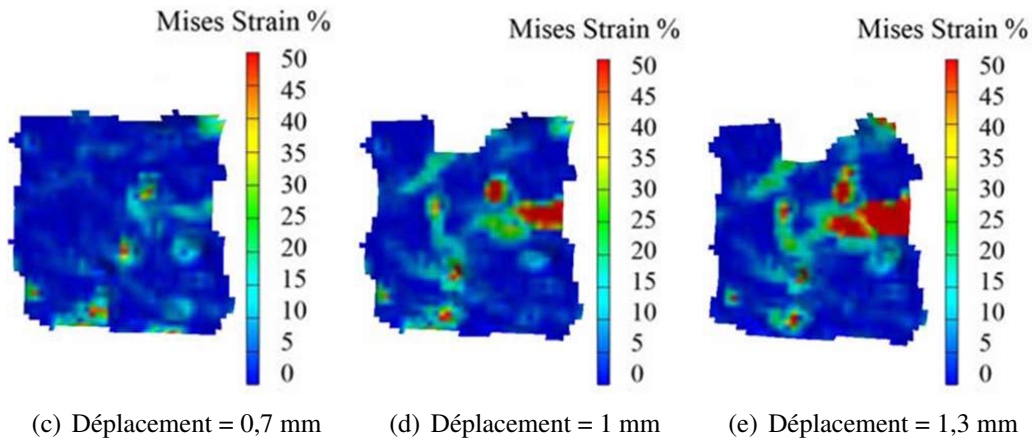
Plusieurs auteurs ont réalisés des essais de traction sur des mousses d'aluminium [13, 17, 18]. Le module d'Young est mesuré à partir de la partie de déchargement de la courbe. Contrairement aux essais de compression, les auteurs n'ont pas observé de bandes de déformation, seulement dans la dernière étape du chargement où une seule bande est visible. Styles [18] a utilisé la corrélation d'images numériques pour suivre le processus de déformation d'une mousse d'aluminium en traction (figure 2.11).



(a) Courbe contrainte-déformation



(b) Expérience



(c) Déplacement = 0,7 mm

(d) Déplacement = 1 mm

(e) Déplacement = 1,3 mm

FIGURE 2.11: (a) et (b) présentent respectivement la courbe contrainte-déformation et l'échantillon à la fin du test de traction. (c), (d) et (e) présentent les champs de déformation mesurés à des différents niveau du chargement [18].

2.1.3 Essai d'indentation

Les matériaux cellulaires une fois en service peuvent subir plusieurs types de chargements dont l'indentation. En conséquence, une bonne compréhension du mécanisme d'indentation des matériaux cellulaires est incontournable. La technique d'indentation a été largement utilisée pour caractériser les matériaux très poreux tels que les mousses métalliques. Contrairement aux matériaux ductiles denses, la zone affectée par l'indentation dans les mousses métalliques ou polymères est limitée à une zone densifiée près de l'indenteur. Une autre différence est la violation de la relation classique entre la du-

reté (contrainte moyenne d'indentation) et la limite élastique du matériau en sollicitation uniaxiale. Le rapport de la contrainte moyenne d'indentation et la limite élastique est proche de 3 pour les métaux [19] et tend vers 1 pour les matériaux cellulaires [20]. Selon Shaw *et al.* [9], cela est relié à la tendance des matériaux à forte porosité à ne pas se déformer latéralement par effet de Poisson lors de l'indentation, ce qui va limiter l'effet de la déformation plastique sous l'indenteur. Le cas d'indentation a également été décrit par Gibson et Ashby [5] pour les mousses à la fois plastiques et fragiles. Ils considèrent que l'indentation d'une mousse, contrairement à celle d'un solide dense, n'est pas un vrai test multiaxial. Le coefficient de Poisson effectif proche de zéro pendant l'effondrement plastique ou l'écrasement fragile signifie que le matériau sous le l'indenteur subit de la compression simple.

Olurin *et al.* [21] ont caractérisé la résistance à l'indentation des mousses métalliques pour différentes géométries d'indenteur. On peut voir sur la figure 2.12 que la déformation d'une mousse d'aluminium se limite exclusivement à la région située directement en dessous de l'indenteur. Cela est lié à l'absence de propagation latérale de la déformation (*i.e.* coefficient du Poisson proche de zéro) [22]. Le reste de l'échantillon reste dans un régime élastique. La forme de la pointe de la zone densifiée dans les deux cas (indenteur sphérique et plat) est hémisphérique, l'indenteur plat conduit à un volume compacté plus grand que celui obtenu avec l'indenteur sphérique et à une déchirure latérale du matériau. Ramamurty *et al.* [6] ont démontré que les propriétés telles que la résistance au cisaillement et l'énergie de déchirure peuvent être extraites à partir d'exploitation des essais d'indentation conique.

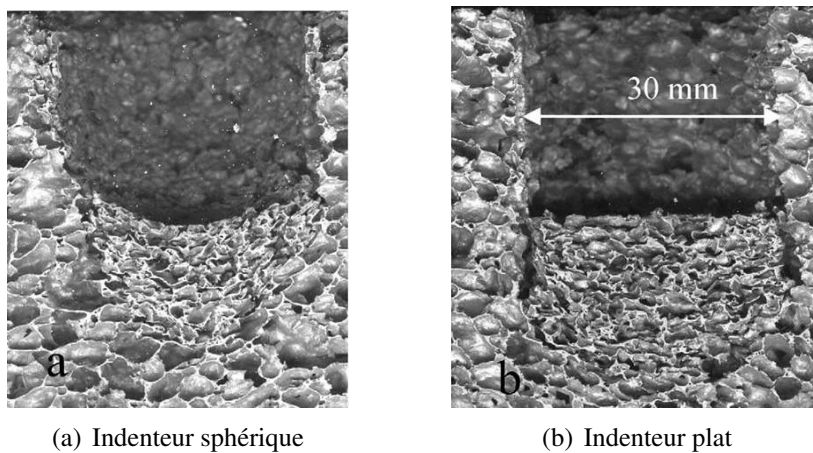


FIGURE 2.12: Coupes verticales montrant la forme de la zone indentée d'une mousse d'aluminium [22].

L'essai d'indentation sera discuté en détail dans le sixième chapitre, une revue biblio-

graphique sur l'indentation des matériaux poreux fragiles sera également présentée.

2.1.4 Essai de flexion

McCormack *et al.* [23] ont comparé les prévisions analytiques avec les observations expérimentales pour des poutres sandwich en aluminium sollicitées en flexion trois points. Les mécanismes de rupture (rupture du cœur, indentation et délaminage) ont été analysés. Une étude similaire a été réalisée par Bart-Smith *et al.* [24] en utilisant l'essai de flexion trois points pour élaborer des cartes de défaillance. Des simulations numériques ont été également réalisées et comparées aux résultats expérimentaux, montrant des mécanismes de défaillance similaires. Styles [25, 18] a caractérisé le comportement en flexion quatre points de sandwichs de mousse d'aluminium. La figure 2.13 montre une comparaison entre la déformation de Von Mises mesurée par corrélation d'images et celle calculée par le modèle EF. Les deux sous-figures indiquent que la déformation est concentrée principalement sous les points d'application du chargement où le cœur est écrasé au contact avec les deux appuis.

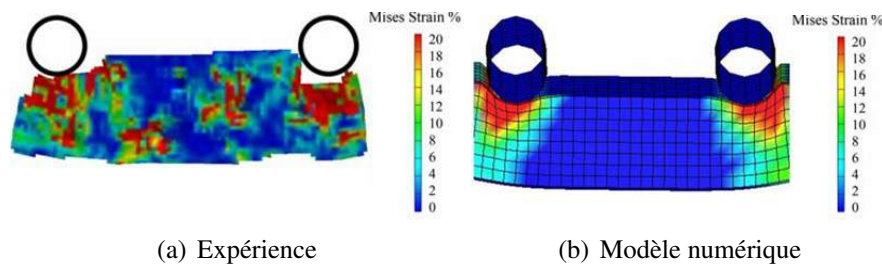
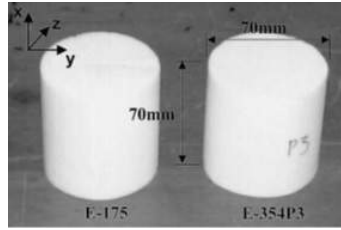


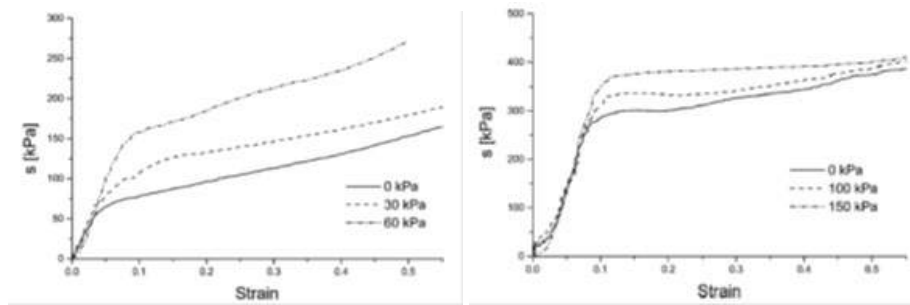
FIGURE 2.13: Cartes de déformation mesurées (a) et simulées (b) pour un essai de flexion quatre points [18].

2.1.5 Essais multiaxiaux

Kim et Kang [27] ont étudié le comportement de mousses polyuréthanes sous compression hydrostatique. La géométrie des échantillons testés est illustrée à la figure 2.14(a). Ils ont développé un montage constitué d'une chambre de pression hydraulique, la pression et la déformation volumique sont mesurées indirectement à partir du piston de la presse hydraulique. Cette étude a démontré la dépendance de la limite d'élasticité du matériau étudié à la pression hydrostatique appliquée (figure 2.14(b) et (c)).



(a)



(b)

(c)

FIGURE 2.14: (a) Géométrie des échantillons testés. (b) et (c) présentent respectivement les courbes contrainte-déformation pour différents niveaux de pression hydrostatique pour deux types de mousses polymères (E-175 et E-354P3) [27].

Moreu et Mills [28] ont développé un banc d'essai pour étudier le comportement des mousses polymères de faible densité (allant de 20 à 50 kg/m³) sous compression hydrostatique rapide. La figure 2.15 montre l'évolution des vues de la face frontale des échantillons sollicités en compression hydrostatique. Les photographies montrent que la face frontale (carrée à l'état initial) de la mousse polystyrène anisotrope est devenue rectangulaire au cours de la compression. Tandis que celle de la mousse polypropylène quasi-isotrope est restée carrée. Lorsque la pression appliquée est de 0,5 MPa, la déformation volumique de la mousse polystyrène est de 0,35. Lors du retour à la pression atmosphérique, la déformation volumique résiduelle est de 0,10. Alors que la mousse polypropylène se déforme d'avantage ($\epsilon_v = 0,44$) sous la même pression (0,5 MPa), la déformation volumique résiduelle est de 0,05.

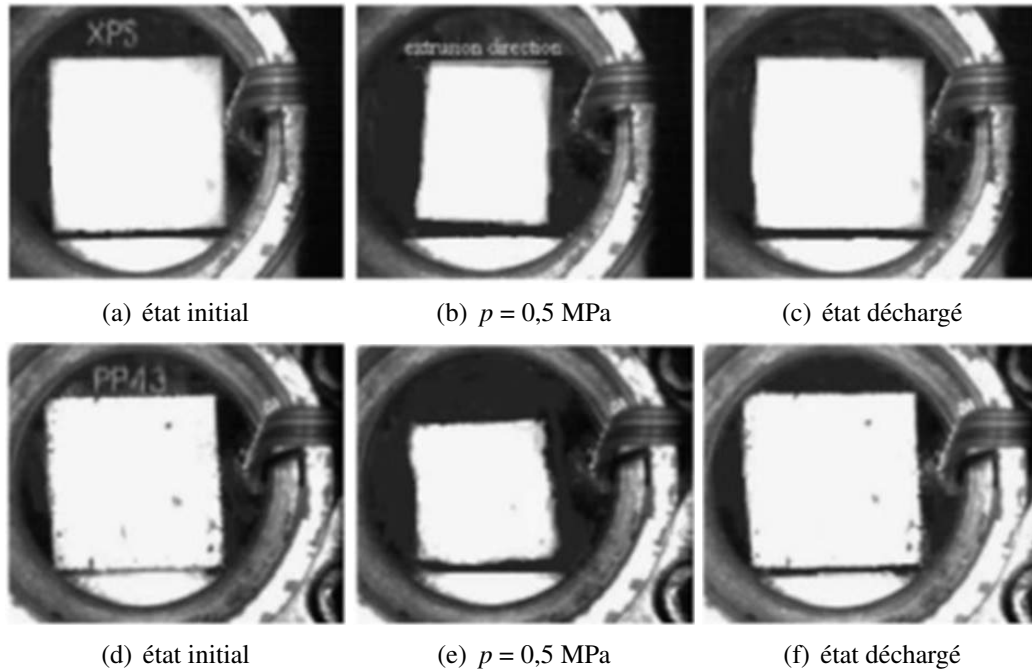


FIGURE 2.15: Déformation des mousses sous chargement hydrostatique (p). Ligne supérieure : mousse de polystyrène anisotrope (densité = 35 kg/m^3), la direction d'extrusion est horizontale. Ligne inférieure : mousse polypropylène quasi-isotrope (densité = 43 kg/m^3) [28].

Viot [29] a également étudié le comportement de mousses polypropylènes en compression hydrostatique, à des vitesses de déformation à la fois quasi-statiques et élevées. La réponse contrainte-déformation volumique a été déterminée sur des échantillons de densité variant de 35 à 120 kg/m^3 . Afin d'obtenir une meilleure précision sur la mesure de la déformation volumique, le processus de déformation de la mousse a été enregistré à l'aide d'une caméra rapide. Ensuite, par traitement numérique des films enregistrés la hauteur et le diamètre d'échantillons sont déterminés en fonction du temps. Les expériences ont été menées après l'enrobage des échantillons dans des couches minces de gel de silicone (figure 2.16). Le comportement de la mousse sous compression hydrostatique montre une réponse élastique non-linéaire suivie d'un plateau plastique et de la densification 2.17 (a). Le plateau plastique est non-linéaire, avec une pente croissante avec la déformation, probablement en raison de la pression croissante du gaz à l'intérieur des cellules de la mousse et de la progression d'endommagement des cellules plus rigides. Les résultats expérimentaux montrent que la réponse de la mousse sous compression hydrostatique possède un comportement transverse isotrope. La figure 2.17(b) illustre l'évolution de la forme de l'échantillon à différents niveaux de chargement.

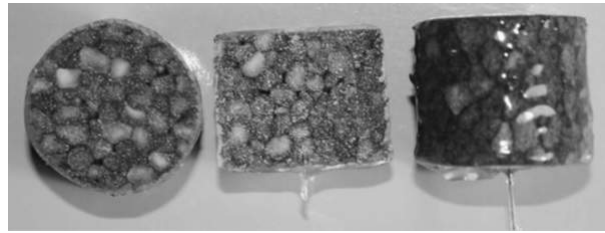


FIGURE 2.16: Echantillons de mousse de polypropylène enrobés dans une couche de gel de silicone [29].

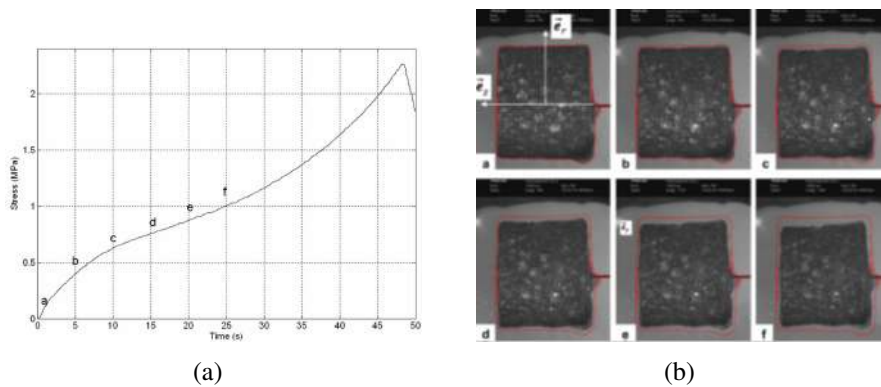


FIGURE 2.17: (a) Courbe contrainte-temps d'une mousse polypropylène de densité 114 kg/m^3 en compression hydrostatique quasi-statique. Les repères sur la courbe (a,b,c,...) précisent les instants de prise de vue des images exposées sur la figure (b). (b) Photographies extraites du film de la compression illustrant le changement de forme de l'échantillon de mousse à différents pas de chargement. L'intervalle de temps entre deux images est de 5 s [29].

La tomographie aux rayons X a été employée pour cartographier la structure interne des géomatériaux après sollicitation mécanique. Desrues *et al.* [30] ont réalisé des essais triaxiaux de compression *ex-situ* dans un scanner médical sur des échantillons de sable avec plusieurs valeurs de densité initiale. Ils ont montré que la localisation peut s'organiser suivant des chemins complexes (figure 2.18(a)) en fonction de la densité initiale du matériau et de la géométrie de l'échantillon. Les mêmes observations ont été faites par Alshibili *et al.* [31] lors des essais triaxiaux *in-situ* dans un scanner industriel sur des échantillons de sable (figure 2.18(b)). Dans les deux études citées précédemment, il a été montré que les mesures globales sont généralement insuffisantes pour caractériser l'indice des vides (ou la densité locale moyenne) des matériaux denses sollicités en essai triaxial en grande déformation (figure 2.18(c)). Les auteurs ont montré l'existence d'une valeur commune de l'indice des vides égale à la valeur de l'état critique dans la

zone de localisation, cette dernière étant sensiblement différente de celle déduite via les mesures globales.

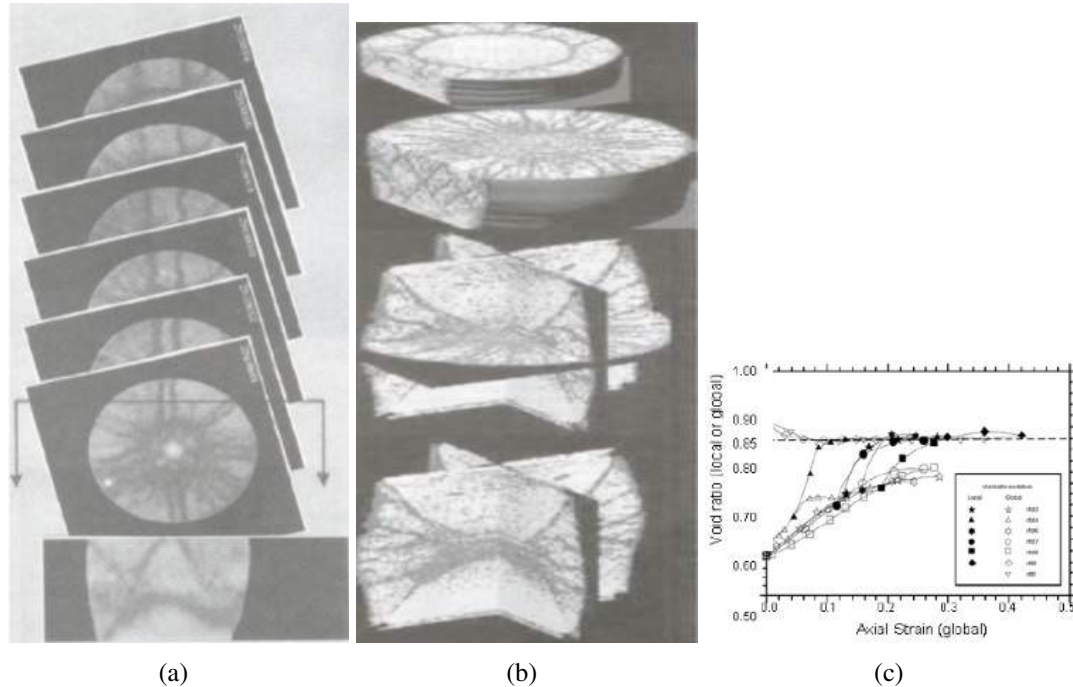


FIGURE 2.18: Coupes tomographiques montrant le réseau complexe de bandes de cisaillement observé sur des sables en fin d'essai de compression triaxial : (a) d'après [30], (b) d'après [31]. (c) Variation du taux des vides, les symboles pleins et vides présentent respectivement la mesure locale et globale [30].

Wong *et al.* [32] ont décrit plusieurs expériences menées sur des grès poreux (porosité variant de 15 % à 35 %). Les échantillons initialement secs et saturés ont été étudiés sous chargements hydrostatiques et non dans une large gamme de pression. Les résultats obtenus sont illustrés à la figure 2.19(a). On observe que les enveloppes des surfaces de charge ont des formes sensiblement elliptiques. Pour de faibles pressions moyennes, le comportement est fragile et le maximum de contrainte est modélisé par un critère de Drucker-Prager. Pour des pressions moyennes plus importantes, le comportement est ductile et la limite d'élasticité est modélisée par un modèle de cap. Le comportement fragile peut être décrit par le critère de Drucker-Prager. Cela se traduit dans le plan pression moyenne-contrainte déviatorique par une droite de rupture. Cependant les données de Wong *et al.* [33], semblent indiquer que le comportement tend à suivre une parabole. Les mêmes observations ont été faites par Boutéca *et al.* [34].

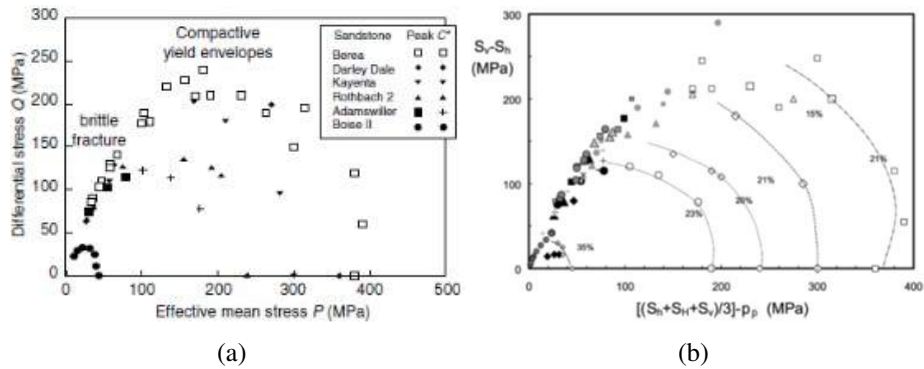


FIGURE 2.19: (a) Synthèse des données expérimentales obtenues sur six grès (porosité variant de 15 % à 35 %) [32]. (b) Données expérimentales pour 24 types de grès [35].

Baud *et al.* [36] ont étudié le comportement de grès poreux (porosité variant de 13 % à 24 %) sous chargement triaxial. Quatre expériences triaxiales ont été menées avec une même pression de confinement $P_c = 300$ MPa, mais arrêtées à des déformations axiales différentes. Après une déformation axiale $\epsilon_{ax} = 1,4$ %, la photographie de l'échantillon après déchargement (figure 2.20(a)) montre que la compaction n'est pas homogène mais localisée. On peut voir sur cette image différentes bandes (qui apparaissent en noir) en pied et à la tête de l'échantillon. Ces bandes sont formées perpendiculairement à la contrainte principale. Pour une déformation axiale $\epsilon_{ax} = 3,1$ % (figure 2.20(b)) d'autres bandes apparaissent. Ces localisations semblent se propager de la tête et du pied de l'échantillon vers son centre. Cette observation est confirmée par la figure 2.20(c). Pour une déformation axiale $\epsilon_{ax} = 6$ % l'ensemble de l'échantillon est couvert de bandes de compactations (figure 2.20(d)). Il faut cependant noter que l'amorçage de la première bande de compaction semble être influencée par des effets de bord.

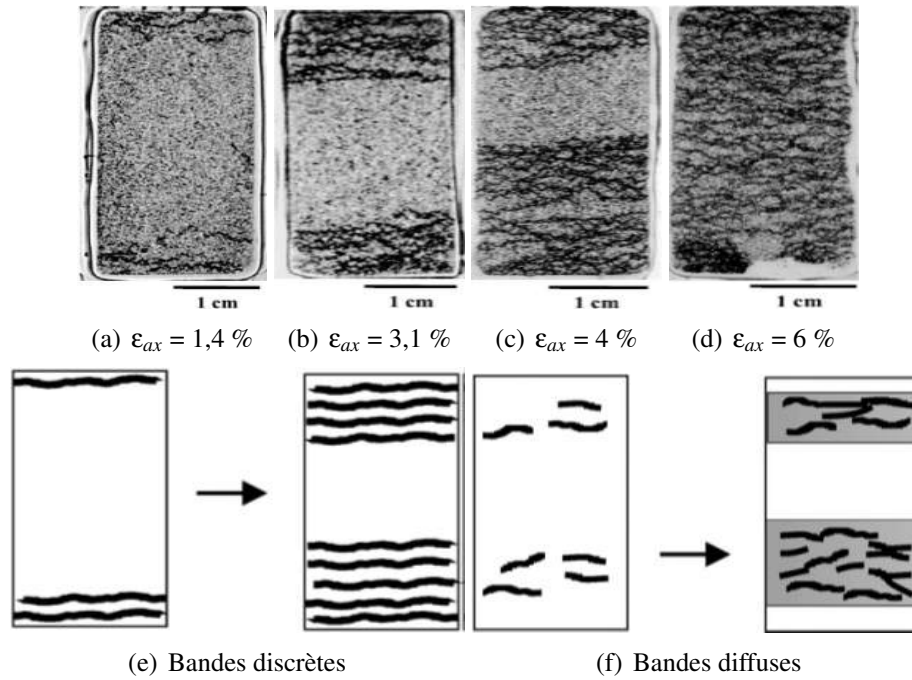


FIGURE 2.20: (a), (b), (c) et (d) micrographies optiques d'échantillons de grès Bentheim pour quatre essais triaxiaux menés à une même pression de confinement $P_c = 300$ MPa, puis arrêtés à des déformations axiales différentes. Les bandes de compaction sont associées à un broyage important. (e) et (f) présentent les modèles conceptuels pour l'amorçage et le développement des bandes de compaction [36].

La figure 2.21(a) montre l'évolution de la contrainte moyenne en fonction de la déformation volumétrique du grès Bentheim sec pour des pressions de confinement comprises entre 90 MPa et 350 MPa. C^* correspond à la contrainte critique à partir de laquelle les courbes des essais triaxiaux contrainte moyenne-déformation volumique divergent de la courbe caractérisant le comportement sous chargement hydrostatique. Le domaine élastique semble être délimité par une ellipse et l'échantillon présente plusieurs bandes de compaction.

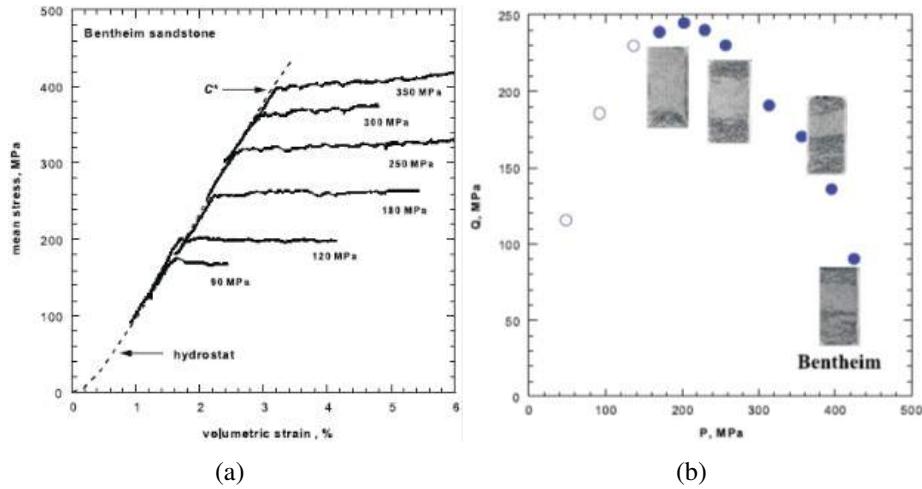


FIGURE 2.21: (a) Evolution de la contrainte moyenne (p) en fonction de la déformation volumique (ϵ_v) pour six essais triaxiaux menés sur le grès de Bentheim à des pressions de confinement variant de 90 MPa à 350 MPa. (b) Domaine élastique dans une représentation $p - q$ [36].

Plusieurs études sur le comportement triaxial du grès ont mis en évidence l'existence de deux types de bandes de localisation. Le premier mode consiste en des bandes discrètes perpendiculaires à la direction de compression maximale (figure 2.20(e)) et le deuxième mode correspond à des bandes de localisation diffuses (figure 2.20(f)). La fraction de porosité ne peut pas être considérée comme étant le seul paramètre microstructural qui favorise le développement des bandes de localisation discrètes. Les données d'émission acoustique indiquent que le mode de localisation consiste en des bandes de compaction diffuses et non discrètes, même si l'échantillon présente une porosité initiale plus élevée (28 %) [37]. Klein *et al.* [38] ont émis l'hypothèse que la bande de localisation discrète est prédominante dans le grès de Bentheim probablement en raison de sa minéralogie relativement homogène (avec 95 % de quartz) et des tailles de grains bien triés. Cependant, Baud *et al.* [36] ont observé des bandes de compaction discrètes ceci implique que l'homogénéité minéralogique ne peut pas être nécessaire pour l'apparition de bandes de localisation discrètes.

Récemment, Ambuludi *et al.* [40, 39] ont étudié le comportement triaxial de basalte poreux (porosité = 18 %). Il a été observé qu'une bande de compaction semble être principalement le résultat de l'effondrement des pores. Les fissures semblent coalescer d'abord autour de la circonférence de pores et ensuite les fragments remplissent l'espace des pores (figure 2.22(a)). Une bande de compaction dans le basalte apparaît suite à l'effondrement de plusieurs pores alignés dans une direction perpendiculaire à l'axe de compression principale. Sa structure est plus proche des bandes de compaction observées dans un matériau poreux comme des nids d'abeille [41] qu'à des bandes de

compaction observées dans les grès [36]. Selon les mêmes auteurs cette différence peut être liée au rapport entre la taille des grains et la taille des pores.

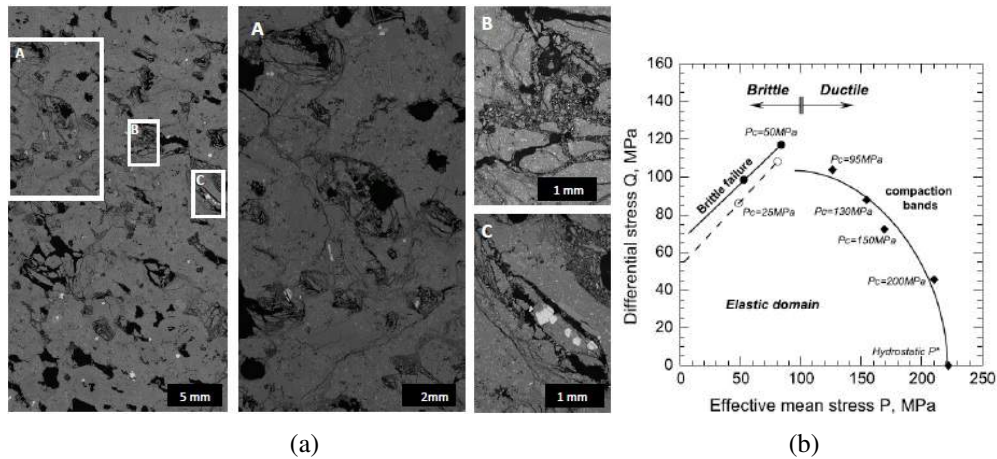


FIGURE 2.22: (a) Image MEB de l'échantillon déformé sous compression hydrostatique. Les sous-figures A, B, et C présentent des zooms révélant l'effondrement des pores et l'endommagement autour des pores [39]. (b) Surface de l'enveloppe du domaine élastique pour le basalte poreux. Les cerles pleins et vides correspondent respectivement à la rupture fragile et au seuil de dilatance, tandis que les losanges pleins correspondent au seuil de compaction [40].

Les états de contrainte pour la rupture, le début de dilatance et le début de compaction induite par le cisaillement sont tracées dans le plan $p - q$ sur la figure 2.22(b). Comme les auteurs ne disposent que de deux points pour la contrainte à rupture dans le domaine fragile, l'enveloppe de Mohr-Coulomb reste incertaine. Cependant, ces deux résultats montrent une dépendance positive avec la pression. Au contraire, pour les expériences réalisées à forte pression, le début de la compaction induite par le cisaillement montre une dépendance négative avec la pression et les données tracées suivent une forme sensiblement elliptique « cap ».

La limitation de la tomographie par rayons X à l'étude des phénomènes qui présentent un changement significatif de densité peut être surmontée en complétant cette technique avec la mesure de champs tridimensionnels. L'exploitation des observations tomographiques *in-situ* sur les géomatériaux par corrélation d'images volumiques (DVC) a fait l'objet de plusieurs publications. Bésuelle *et al.* [42] ont utilisé la microtomographie par rayons X pour évaluer l'apparition et l'évolution de la localisation des déformations dans les argilites sous chargement déviatorique. Une séquence de champs de déformation incrémentale 3D a été obtenue en exploitant les volumes reconstruits via DVC. La caractérisation de bandes de cisaillement dans un grès poreux (porosité = 22 %) sous chargement triaxial a été effectuée par Charalampidou *et al.* [43]. Les

échantillons testés sont des cylindres de 40 mm de diamètre et 80 mm de hauteur. Deux méplats opposés ont été réalisés sur toute la longueur des éprouvettes pour faciliter les mesures de tomographie par ultrasons. Pour éviter le développement de bandes de cisaillement conjuguées et ainsi forcer la localisation à se produire dans le milieu de l'échantillon (où les techniques d'observation sont les plus efficaces), deux entailles à extrémités arrondies ont été usinées sur les méplats. Les deux principaux mécanismes impliqués dans l'apparition de bandes de cisaillement/compaction ont été à la fois bien captés par la combinaison de plusieurs techniques expérimentales. La figure 2.23 présente les résultats de mesure par DVC. Les différentes cartes montrent d'abord le développement de deux bandes qui se rencontrent dans la zone centrale de l'échantillon (sous-figures (a), (b) et (c)). La sous-figure 2.23(d) montre une coupe où la bande de cisaillement est entièrement développée.

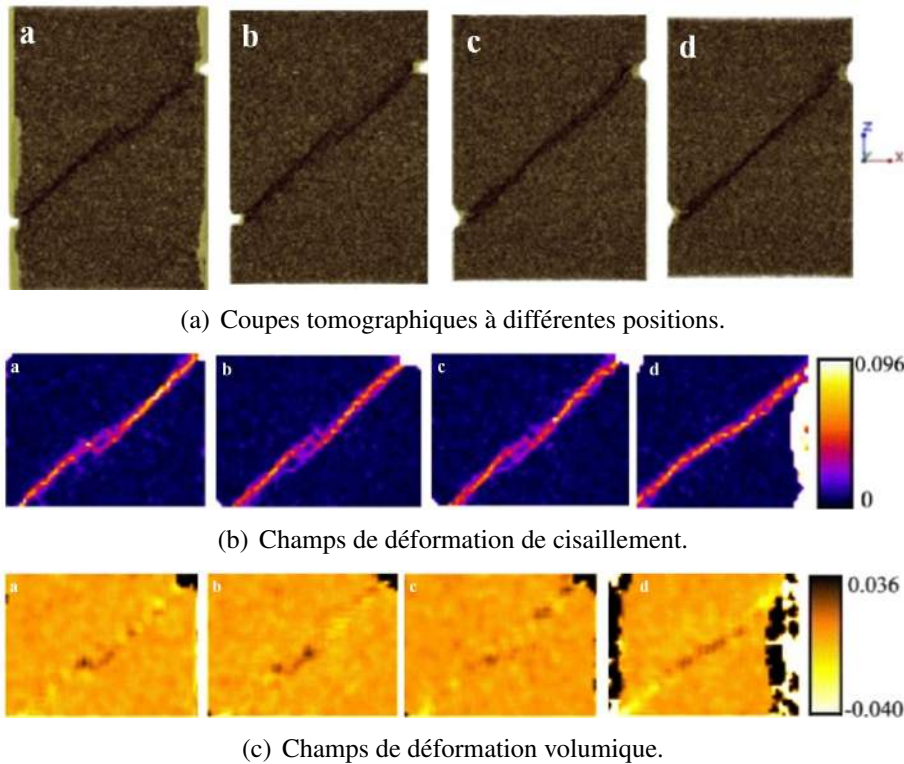


FIGURE 2.23: Résultats de mesure par DVC sur un échantillon de grès des Vosges déformé sous compression triaxiale à 50 MPa de pression de confinement [43].

Andò *et al.* [44] ont proposé une nouvelle alternative de corrélation d'images volumiques locale. Cette approche repose sur le concept de suivi des grains proposé initialement par Hall *et al.* [45]. Une fois qu'on a attribué à chaque grain une étiquette unique, on peut identifier les grains individuellement en fonction de leurs caractéristiques géo-

métriques. Le fait que les grains soient suivis entre images en se basant sur quelques caractéristiques géométriques qui permettent leur identification unique, cette nouvelle technique se révèle être rapide, donnant de bonnes mesures de déplacement, mais elle est moins performante dans la mesure des rotations par rapport à la DVC. Cette nouvelle technique a été appliquée à l'analyse d'essais triaxiaux *in-situ* sur deux types de sable qui présentent des formes de grains différentes. Elle permet de mesurer la cinématique de grains de sable (translations et rotations), bien qu'une partie des grains ne soit pas suivie (6 à 8 % par incrément) la cinématique globale est cependant bien captée et les bandes de cisaillement sont visibles sur les champs de déplacement et de rotation pour les deux types de sable testés.

2.2 Modélisation du comportement mécanique

2.2.1 Microstructure régulière

Dans le cas de microstructures régulières, les mousses peuvent être décrites par un assemblage de poutres représentant les arêtes des cellules ouvertes avec en plus des parois si la mousse est à cellules fermées. Pour obtenir des résultats à coût numérique raisonnable, ces structures sont le plus souvent supposées périodiques. Elles sont construites à partir de la répétition d'une cellule élémentaire généralement représentée par un polyèdre. Il est possible d'établir la forme de la dépendance des propriétés mécaniques de la mousse en fonction de ses paramètres morphologiques, des propriétés du matériau constitutif et de paramètres ajustables. Les deux types de structures régulières habituellement étudiés dans la littérature sont des cellules élémentaires, une de forme cubique (figure 2.24(a) et (b)) et l'autre de forme tétrakaidécaédrique (figure 2.24(c)). Ces modèles sont bien adaptés à des mousses suffisamment régulières et fournissent des estimations intéressantes. Ils sont cependant insuffisants pour prendre en compte la variabilité des structures ou des défauts de structures.

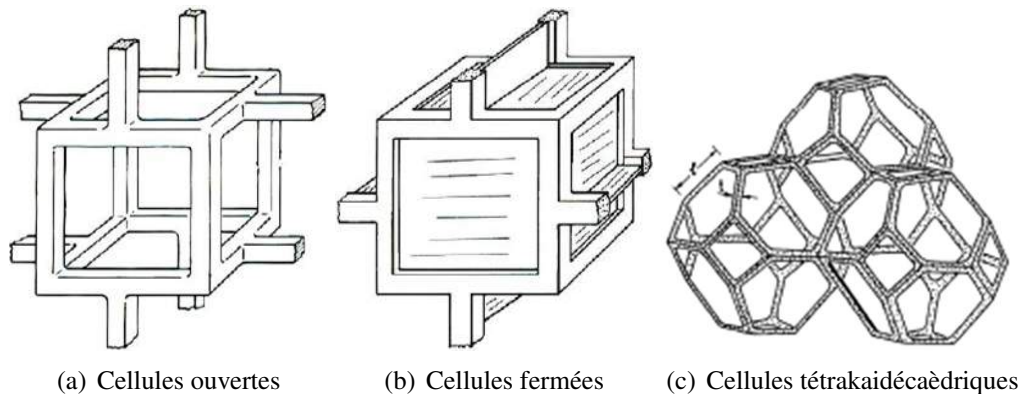


FIGURE 2.24: Cellules élémentaires proposées par Gibson et Ashby pour modéliser (a) les mousses à cellules ouvertes, (b) les mousses à cellules fermées et (c) cellules de forme tétrakaidécédrique [5].

2.2.2 Microstructure irrégulière

Les modèles basés sur l'analyse de microstructures régulières et l'analyse dimensionnelle ont permis d'établir des lois d'échelles décrivant les propriétés mécaniques des matériaux cellulaires. Cependant, dans la pratique peu de microstructures sont régulières. La plupart des modèles théoriques ont été développés afin d'analyser des structures simples avec des microstructures idéales dont l'arrangement est périodique. Cependant, plusieurs études récentes sur des matériaux cellulaires indiquent que certaines améliorations au niveau des modèles précédents sont nécessaires pour tenir compte des écarts entre les prévisions et les mesures expérimentales. On distingue deux méthodes pour générer la microstructure des matériaux poreux. La première consiste à générer numériquement la structure poreuse en contrôlant des paramètres comme la forme des cellules et la dispersion de leurs tailles. La deuxième méthode consiste à exploiter directement les images tomographiques. Dans les deux approches, le comportement de la structure est souvent modélisé par la méthode des éléments finis.

Génération de structures aléatoires

Il a été souligné par Garboczi et Roberts [48] qu'une microstructure aléatoire nécessite une étape d'homogénéisation nécessairement approximative ou bien un échantillonnage statistique très lourd et coûteux à mettre en œuvre [47]. Les mêmes auteurs ont utilisé la méthode des éléments finis (EF) pour estimer les propriétés élastiques de différents modèles cellulaires aléatoires. Ils ont montré que la relation théorique entre la densité et le module d'élasticité est plus complexe en particulier pour les matériaux cellulaires aléatoires que la relation empirique couramment utilisée [5]. Les figures 2.25

et 2.26 montrent des exemples de microstructures aléatoires générées suivant différents modèles.

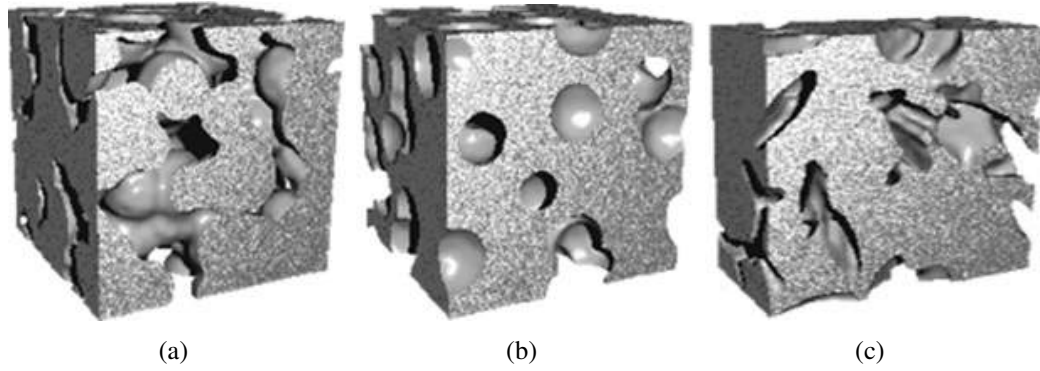


FIGURE 2.25: Modèles booléens de milieux poreux. (a) Inclusion sphérique inversée (ou empilement de grains sphériques), (b) inclusion sphérique et (c) inclusion ellipsoïdale [48].

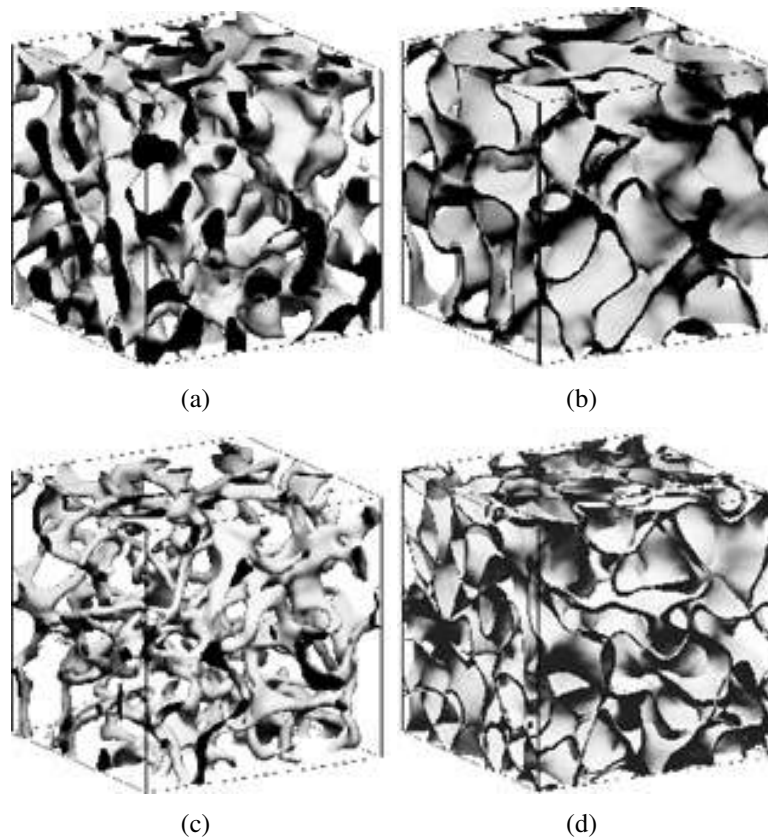


FIGURE 2.26: Modèle de champ gaussien aléatoire, (a) : single cut, (b) : double cut, (c) : à cellules ouvertes et (d) : à cellules fermées [48].

Roberts et Garboczi [49] ont utilisé la méthode des EF pour calculer le module d'Young et le coefficient du Poisson de diverses mousses irrégulières à cellules fermées isotropes basées sur des modèles de Voronoï (figure 2.27). Les résultats prévus ont montré un accord raisonnable avec les données expérimentales. De même, Zhu *et al.* [50] ont utilisé des modèles aléatoires périodiques de Voronoï pour étudier l'influence de la régularité des cellules sur les propriétés élastiques des mousses à cellules ouvertes. Les résultats ont montré que les mousses de faible densité avec une grande irrégularité ont un module d'élasticité et de cisaillement plus élevés que ceux prédits pour une microstructure idéale ayant la même densité relative. Les résultats indiquent également que les valeurs de coefficient de Poisson sont peu sensibles à la régularité de la cellule.

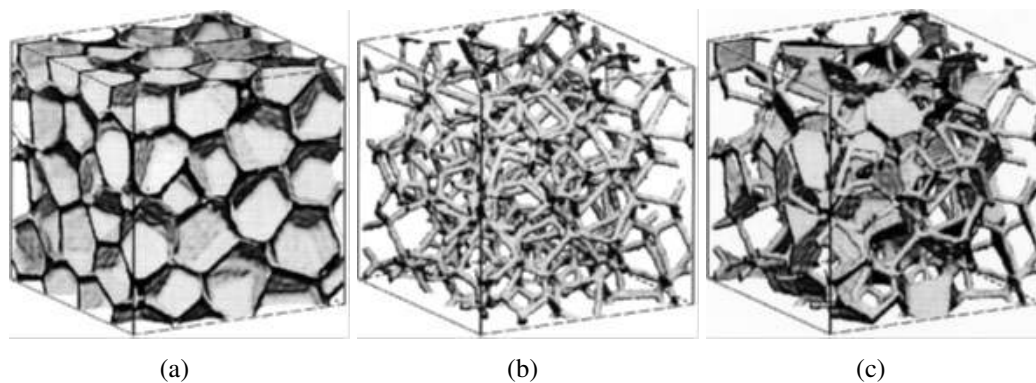


FIGURE 2.27: Modèles de Voronoï à (a) cellules fermées, (b) cellules ouvertes et (c) avec 70% des faces supprimées [49].

Génération de microstructures réelles

La tomographie aux rayons X est apparue récemment comme un outil très puissant permettant de caractériser la microstructure de matériaux poreux. Sa nature non-destructive permet de fournir la microstructure réelle de l'échantillon. Le nombre d'articles publiés à l'aide de cette technique a fortement augmenté dans les dernières années [51]. Les acquisitions tomographiques peuvent également être utilisées pour produire des modèles EF basés sur des descriptions géométriques plus réalistes de l'architecture du matériau imagé (modèle de référence). La discussion qui suit sera limitée à l'étude des propriétés mécaniques. On notera que d'autres propriétés peuvent être recherchées par exemple le calcul du tenseur de perméabilité et la caractérisation de la rugosité des fractures produites en fonction de la distribution des hétérogénéités initialement présentes dans les roches [52]. Basée sur la méthode des EF, la génération de microstructures réelles est classée selon la nature des EF utilisés en deux familles :

Modélisation par éléments structuraux

Les éléments structuraux (poutres et plaques) sont bien adaptés au maillage du modèle de Voronoï et les matériaux cellulaires de très faible densité. Cette approche fournit des maillages plus légers car la microstructure est décrite de façon simplifiée. Les arêtes des cellules sont assimilées à des éléments poutres (mousse ouverte) et les parois à des éléments plaques (mousse fermée). La méthode peut être utilisée dans les deux cas de structure aléatoire générée numériquement ou de structure réelle. La figure 2.28 montre une comparaison de la contrainte de Von Mises calculée respectivement avec un maillage tétraédrique (figure 2.28(a)) et des éléments coques (figure 2.28(a)) d'un

empilement de sphères creuses pour les mêmes conditions de chargement [53].

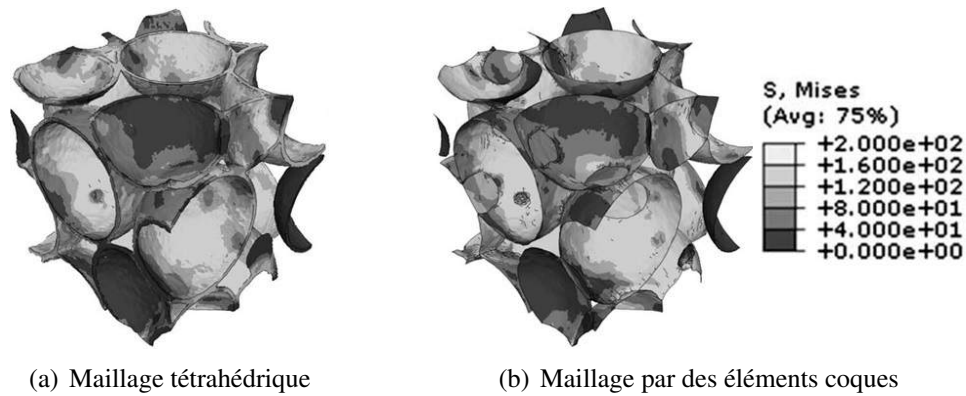


FIGURE 2.28: Comparaison de la contrainte de Von Mises d'un empilement de sphères creuses pour les mêmes conditions de chargement [53].

Modélisation par éléments volumiques

A partir des volumes acquis, on peut transcrire directement chaque voxel de l'image en un élément cubique [54, 49, 11]. Ce type de maillage est communément appelé voxel/élément, le principe consiste à remplacer chacun des voxels constituant la phase solide par un élément cubique de même dimension. Tous les éléments ainsi construits sont par la suite affectés de la même loi de comportement correspondant à celle du matériau dense. Un calcul réalisé sur une mousse d'aluminium est présenté en figure 2.29. Toutefois, l'application de cette méthode à de grands volumes génère des maillages avec un nombre excessif de nœuds, qui nécessitera un temps de calcul considérable. Une première simplification consiste à sous-résoudre l'image initiale en regroupant les voxels. En outre, cette méthode est incapable de décrire des limites entre les différentes phases d'une manière satisfaisante (elle génère des limites dentelées).

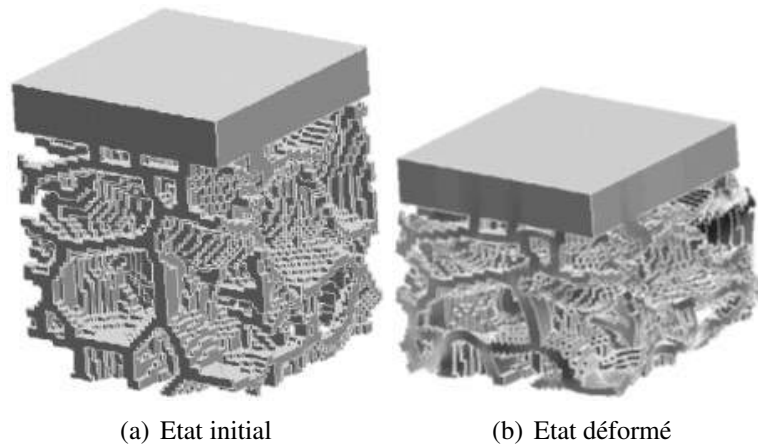


FIGURE 2.29: Modèle EF, compression d'une mousse d'aluminium simulée par la technique voxel/éléments [11].

Une autre approche consiste en première étape à générer des surfaces séparant les différentes phases, ces surfaces sont en général composées d'éléments triangulaires. Un algorithme performant et classiquement utilisé est le « Marching cube » [55]. Cet algorithme permet de construire, à partir d'une image 3D, une surface discrétisée (décrite par des triangles) qui constitue une frontière entre la partie solide et la porosité. Dans une deuxième étape, un maillage tétraédrique non structuré est construit à partir des surfaces triangulaires. Cette approche est *a priori* plus précise puisqu'elle vise à décrire le plus fidèlement possible les détails de la microstructure. Le maillage par des éléments tétraédriques permet de lisser les surfaces et donc d'éviter une présentation en « marches d'escalier ». Ce type d'approche a été d'abord développé en biomécanique [56]. Récemment, elle a été appliquée à la modélisation de différents matériaux [7, 57, 58].

L'analyse des données de tomographie en rapprochant modélisation et microstructure et les progrès sont spectaculaires. Un point dur reste encore la validation de l'approche. Cela est une dimension que nous essaierons d'intégrer au plus près dans notre démarche.

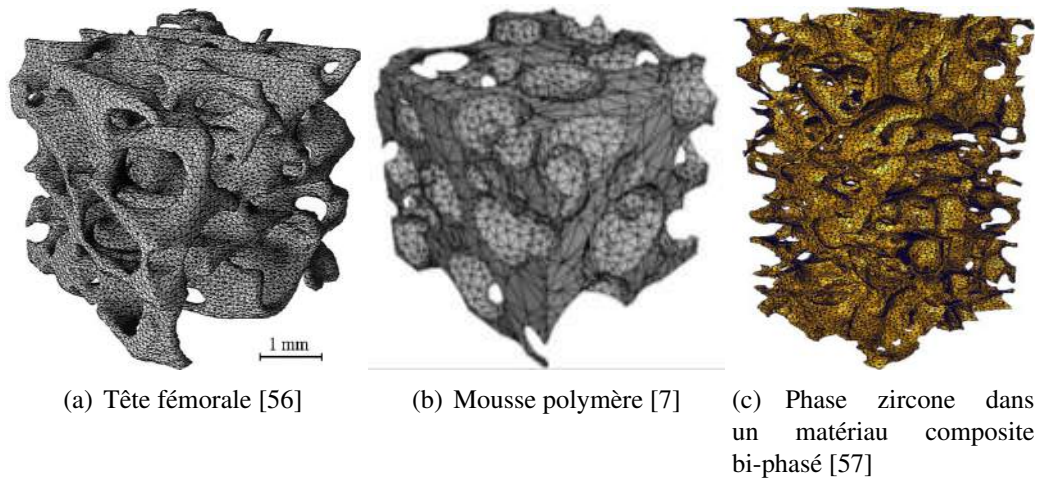


FIGURE 2.30: Exemples de volumes maillés avec des éléments tétraédriques.

2.3 Matériau d'étude « plaque de plâtre »

La plaque de plâtre est un sandwich plat composé d'un élément interne, le plâtre, entre deux peaux en papier. La fonction principale des deux papiers est de supporter les efforts de traction et protéger le cœur de la plaque. Ce dernier contribue principalement à la rigidité du sandwich et il reprend les efforts de cisaillement. La transition entre le cœur de la plaque et le papier pour les plaques allégées est assurée par une couche de plâtre dense « non moussé », nommée dans le monde de l'industrie du gypse le « roller coating » ou couche dense. La figure 2.31 montre une coupe tomographique obtenue dans le cadre de cette thèse révélant les différents composants d'une plaque de plâtre allégée observée à une résolution de $1,4 \mu\text{m}$.

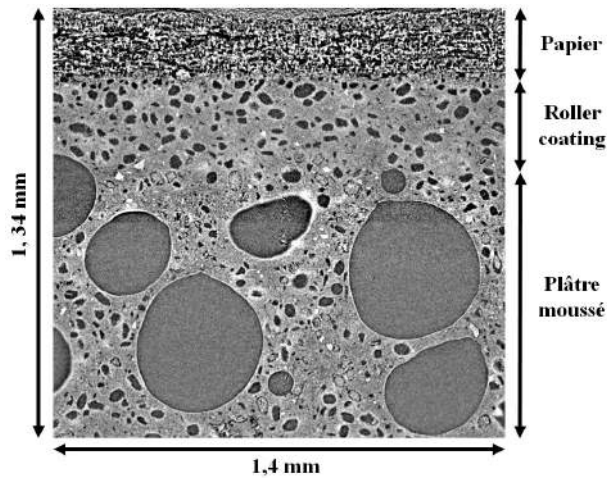


FIGURE 2.31: Coupe tomographique montrant les différents composants de la plaque de plâtre, résolution d'acquisition égale à $1,4 \mu\text{m}$.

2.3.1 Origine de la plaque de plâtre

Le concept de la plaque de plâtre « plasterboard » a été inventé en 1894 à New-York. A l'époque les maisons sont majoritairement en bois avec une étanchéité à l'air assurée par du carton bitumineux, qui comme le bois, brûle facilement. Pour assurer leur aménagement et leur protection contre l'incendie, Augustin Sackett, ingénieur dans une compagnie pétrolière, développe une première solution : une armature en bois recouverte de plaques constituées de bandes de papier collés entre elles par des couches de goudron. Cependant, cet assemblage ne résiste pas au feu et, en 1890, lui vient l'idée de couler du plâtre de Paris « réputé ininflammable » entre deux feuilles de cartons. Depuis sa création, le processus de fabrication de la plaque de plâtre a été régulièrement amélioré. US Gypsum, un grand industriel du plâtre va ensuite développer le produit, assurant la protection incendie. La société anglaise British PlasterBoard (BPB) achète le brevet en 1917 et introduit le plasterboard en Grande-Bretagne, suivi par Placoplatre en 1946. Aujourd'hui filiale de Saint-Gobain, Placoplatre, est le n° 1 français avec des parts de marchés de 45 à 55% selon les gammes de produits et une production globale annuelle de plus de 150 millions de m^2 de plaques de plâtre [59]. La production de plaques de plâtre n'a cessé d'augmenter grâce aux nombreux atouts de ce produit :

Résistance au feu : le gypse est un matériau incombustible, quand il est attaqué par le feu l'eau combinée chimiquement dans le cristal de gypse est libérée et se transforme en vapeur pour aider à retarder la propagation des flammes. La plaque de plâtre est une barrière au feu efficace.

Isolation thermique et phonique : les constructions de type creux entre deux plaques de

plâtre fournissent de larges cavités pour l'isolation thermique et phonique. Elles simplifient également la fixation et l'acheminement des fils, câbles ou tuyaux dans les murs.

Légèreté : les plaques de plâtre permettent d'utiliser des éléments de remplissage plus légers. Elles ont un poids nettement inférieur que celui des systèmes de maçonneries classiques.

Installation rapide et « bas-coût » : les panneaux de gypse offrent des coûts d'installation inférieurs à ceux des constructions massives. Les plaques de grandes dimensions sont prêtes à l'emploi, elles sont faciles à couper, adaptables à la plupart des contours et rapidement montées. Elles permettent également une construction « sèche », pas de gâchée à faire sur le chantier (à part les joints).

Facile à décorer : la construction avec les plaques de plâtre offre des surfaces lisses facilement décorable avec de la peinture, ou du papier peint,...

2.3.2 Procédé de fabrication

Une ligne moderne de plaques de plâtre n'a qu'une ressemblance lointaine à l'usine de fabrication de plaques breveté par Augustin Sackett en 1894. Le processus de fabrication ainsi que la composition et la structure de la plaque de plâtre ont été réinventés à plusieurs reprises depuis cette époque. En fait, depuis sa création, le processus est constamment amélioré par l'introduction de diverses modifications à la plupart des points clés du processus. Le but de ces changements a été d'augmenter la vitesse de ligne, d'améliorer l'adhésion cœur-papier et de rendre le processus de séchage plus efficace. Aujourd'hui le processus de fabrication de la plaque de plâtre à l'usine de Vaujours [60] est constitué essentiellement de quatre grandes étapes :

Première étape « *le mélangeur et la table-extrudeur* », le mélangeur réalise une opération de gâchage à partir du plâtre, d'eau et d'ajouts spécifiques selon les plaques à fabriquer. La table-extrudeur assure ensuite l'injection de la gâchée entre deux parements en carton. Ces cartons ont des propriétés très particulières en termes de résistance mécanique, porosité et reprise en eau. Cette gâchée est ensuite vibrée et sa hauteur réglée suivant l'épaisseur de la future plaque de plâtre.

Deuxième étape « *la bande de formation* », pouvant aller jusqu'à 450 mètres à Vaujours, la longueur de la bande de formation prend en compte la vitesse de la chaîne et le temps nécessaire au plâtre pour sa prise (3 minutes environ). En fin de chaîne, un couteau sépare des panneaux de deux plaques à la volée. Ils sont accélérés, retournés, positionnés sur le transfert humide puis introduits dans le séchoir par un ascenseur.

Troisième étape « *le séchoir* », cet équipement assure le séchage en ligne des plaques tout en permettant leur passage simultané sur plusieurs étages. Il est essentiel de contrôler ce processus de séchage, le défi est d'obtenir un séchage rapide, sans brûlure du produit, tout en consommant le minimum d'énergie (gaz naturel). Le temps de séchage est de l'ordre de 35 à 40 minutes pour des plaques de 12,7 mm d'épaisseur.

Quatrième étape « le conditionnement », à leur sortie, les plaques sont sciées à leur cote définitive, palettisées et bénéficient d'un marquage apportant les informations utiles : désignation, dimensions, conformité NF, nombre et avantages produit.

Une représentation schématique de la ligne de production est donnée à la figure 2.32. Le temps de prise du plâtre étant en moyenne de 3 minutes, la capacité de production est directement liée à la vitesse de défilement de la bande de formation et à sa longueur. Différenciées par la couleur de leur carton et leur marquage, les gammes sont très larges en termes d'épaisseurs 6, 10, 13, 15, 18 et 25 mm, de largeur 600, 900 et 1 250 mm et de longueurs allant de 2 à 4 m. En faisant varier l'épaisseur de la plaque de plâtre, la composition du cœur ainsi que les caractéristiques du papier, une très large gamme de produits peut être fabriquée.

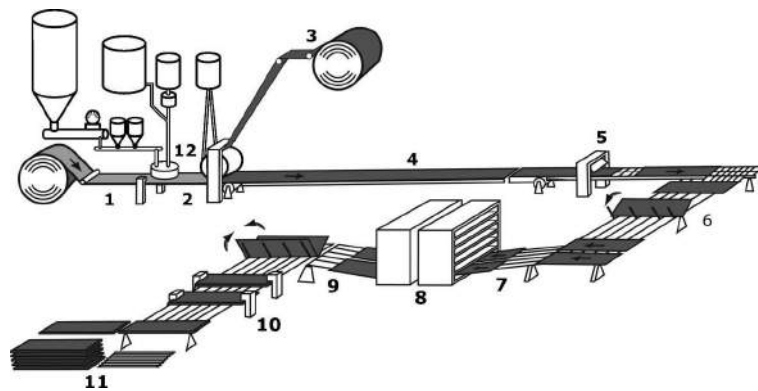


FIGURE 2.32: Représentation schématique d'une ligne de production de plaques de plâtre. (1) Papier de face, (2) table de formation, (3) papier arrière, (4) tapis roulant, (5) couteau, (6) inverseur de plaques, (7) entrée de séchoir, (8) séchoir, (9) booker, (10) transport, (11) paquets de produits finis, (12) préparation de la suspension [3].

Les propriétés du produit composite final sont dictées par l'interaction papier-plâtre, papier-additif et les interactions additif-gypse qui ont lieu lors de la fabrication de la plaque [62]. Dans les paragraphes suivants, chaque composant de la plaque sera décrit en détail.

2.3.3 Plâtre

Le sulfate de calcium, CaSO_4 , est la matière première pour le cœur de la plaque. Dans la nature, le sulfate de calcium se trouve sous plusieurs formes. Le tableau 2.1 indique le nom commun, nom chimique abrégé et la formule moléculaire pour les trois formes de sulfate de calcium présents dans la nature. Le dihydrate lorsqu'il est chauffé

aux alentours de 128°C passera à la forme de semihydrate. L'hémihydrate (ou semihydrate) lui même passera à la forme anhydre aux alentours de 163°C [63].

Appellation commune	Appellation chimique	Formule moléculaire
Anhydrite	Anhydre	CaSO ₄
Stucco/plâtre	Hemihydrate	CaSO ₄ . $\frac{1}{2}$ H ₂ O
Gypse	Dihydrate	CaSO ₄ .2H ₂ O

TABLE 2.1: Nomenclature et formule moléculaire.

Il est également important de noter que l'hémihydrate de gypse a deux formes morphologiques, α et β . Bien que les deux nuances aient la même structure minéralogique, la distinction entre les deux est due à des différences de taille des cristaux, de la surface, et le degré de perfection du réseau crystallographique. L'hémihydrate α a une structure en forme de tiges et de prismes de faces planes, tandis que l'hémihydrate β a une structure en forme d'aiguilles, avec des pores et de fins cristaux [64]. L'hémihydrate α nécessite un taux de gâchage faible (rapport massique initial entre eau et poudre de plâtre $E/P \approx 0,4$) et conduit à des plâtres de faible porosité ayant de bonnes caractéristiques mécaniques (plâtre de moulage, biomatériaux). L'hémihydrate β se gâche à $E/P \approx 0,8$. Ce semihydrate est produit en plus grande quantité et utilisé en tant que matériau de construction.

Dans la forme de dihydrate, la structure cristalline de sulfate de calcium reflète un rapport entre une molécule de sulfate de calcium à deux molécules d'eau, d'où son nom chimique. La structure de la cellule unitaire est une couche de treillis, dans laquelle les ions de calcium Ca²⁺ et de sulfate SO₄²⁻ de forme tétraédrique forment une liaison forte sous forme de feuillets. Ces feuillets sont séparés par des doubles couches d'eau de cristallisation (figure 2.33). L'eau est incorporée dans des plans entre les couches de sulfate de calcium et constitue environ 21% de la masse totale du dihydrate, mais elle ne représente qu'environ 50% de son volume.

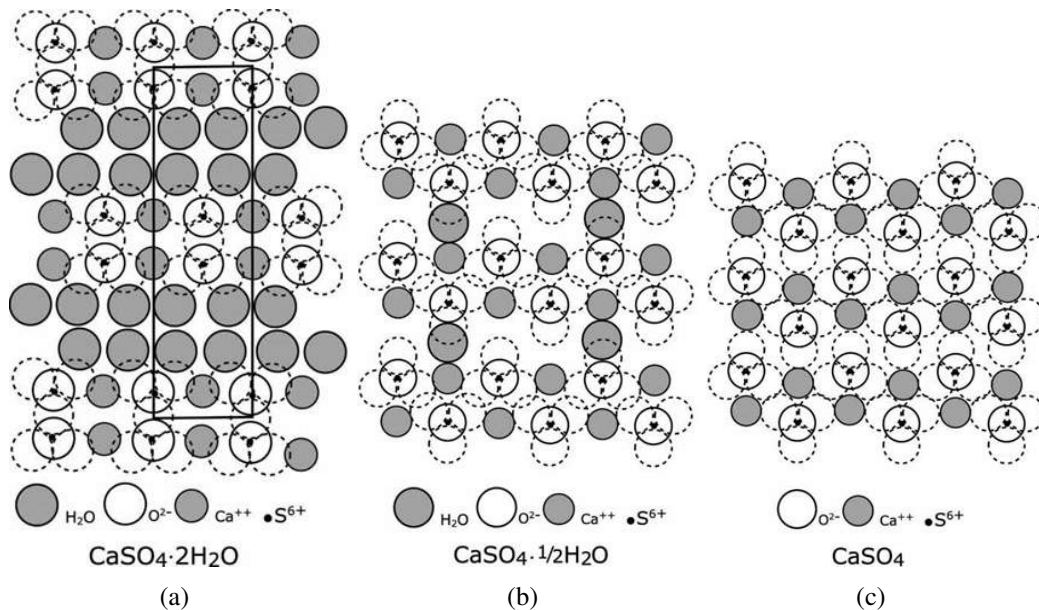
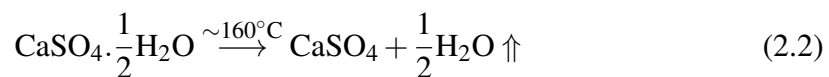
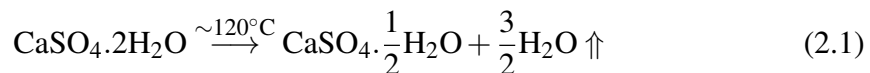


FIGURE 2.33: Structure cristalline : (a) dihydrate , (b) semihydrate, (c) anhydrite insoluble [3].

Le processus de déshydratation se déroule en plusieurs étapes. Le dihydrate commence à perdre de l'eau d'hydratation entre 42°C et 49°C [62]. L'équation (2.1) présente le passage du dihydrate (le gypse) à la forme hémihydrate. L'équation (2.2) montre la déshydratation du semihydrate en anhydre. Le plâtre pris est issu de la réhydratation d'hémihydrate dans l'eau suivant le chemin inverse de l'équation (2.1).



Microstructure du plâtre

Le plâtre pris est un matériau poreux constitué principalement de cristaux de gypse enchevêtrés. Sa microstructure finale dépend de la porosité totale, de la distribution de tailles de pores, de la texture cristalline (enchevêtrement, taille et faciès des cristaux) et des forces d'adhésion mises en jeu [65, 66, 67]. La tendance actuelle de l'industrie du gypse est la réduction du poids de la plaque. A la fois le papier et le cœur de gypse représentent un défi particulier (adhésion papier-plâtre, porosité contrôlée ou maîtrisée, ...) vis-à-vis de la satisfaction des normes imposées. Pour y arriver, les producteurs

de plaques de plâtre s'appuient fortement sur l'ajout d'additifs. Ceux-ci sont destinés à optimiser le processus de fabrication (maniabilité de la suspension, taux de porosité et le processus de séchage) et d'assurer les propriétés physiques adéquates de la plaque durcie. La figure 2.34 présente des images MEB illustrant la microstructure du cœur de la plaque de plâtre allégée (densité relative $\approx 75\%$). Une porosité ouverte est présente à différentes échelles, des parois minces entre les grosses bulles sont également observées. A une échelle plus petite la nature enchevêtrée des cristaux de gypse est clairement observée.

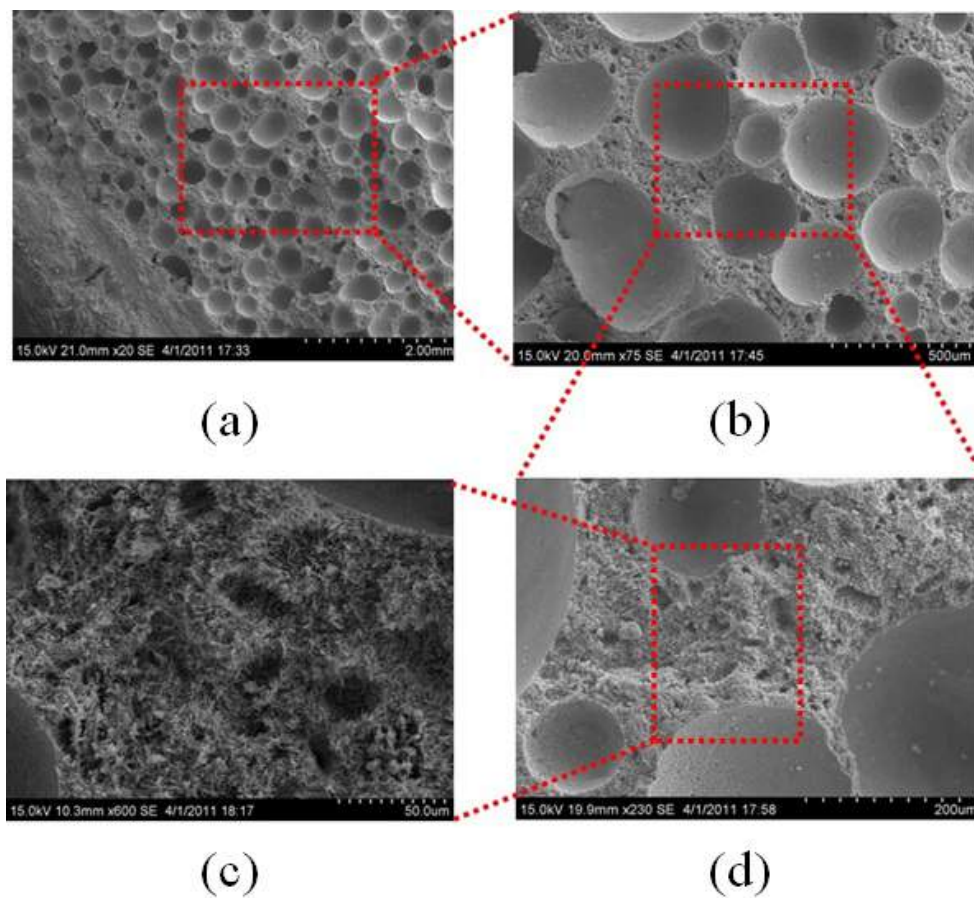


FIGURE 2.34: Images MEB montrant la microstructure du cœur de la plaque de plâtre à différentes échelles.

Diverses formulations existent selon le type de plaque à fabriquer et les exigences qu'elle doit satisfaire. Une variété de composants peut être combinée pour produire des plaques de plâtre avec des propriétés spécifiques. Le tableau 2.2 donne un exemple

d'ingrédients utilisés dans la formulation. On remarque que l'eau présente une quantité élevée alors que le pourcentage des différents additifs est de l'ordre de 1%.

Ingredients	Weight Percent
Stucco	100
Water	94–98
Accelerator (HRA, heat resistant accelerator, sugar coated)	1.1–1.6
Starch (HI BOND, acid modification starch, non-pregelatinized)	0.5–0.7
Dispersant (DILOFLO, naphthalene sulfonate)	0.20–0.22
Paper fiber (hammer milled)	0.5–0.7
Set retarder (Versenex 80=DTPA)	0.07–0.09
Foaming agent (Witcolate 12760)	0.02–0.03
Recalcination inhibitor (Cerelese, dextrose)	0.13–0.14

TABLE 2.2: Exemple de formulation d'une plaque de plâtre [3].

Les figures 2.35(a), (b) et (c) montrent des coupes tomographiques illustrant la microstructure du cœur de la plaque observée pendant cette thèse respectivement à 10 μm , 2 μm et 25 nm de résolution. La figure 2.35(c) met en évidence la microstructure complexe du plâtre, elle montre en particulier les aiguilles de gypse enchevêtrées. La porosité piégée entre les cristaux est également visible à cette résolution.

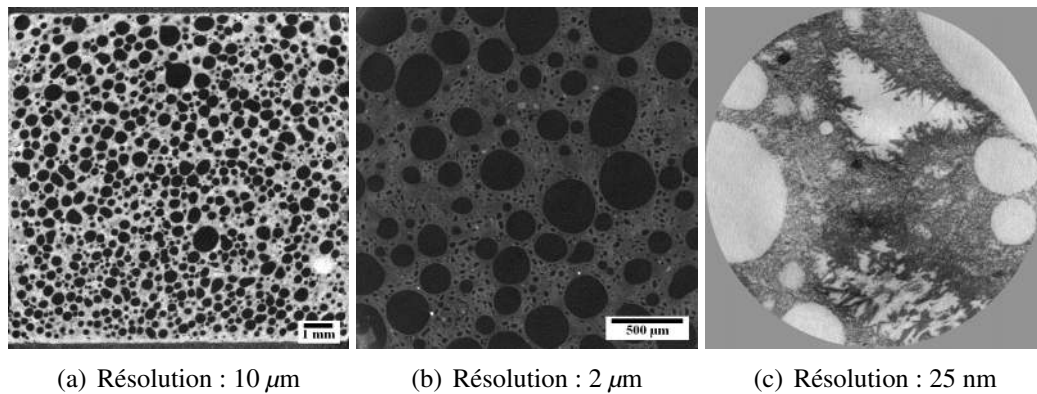


FIGURE 2.35: Images tomographiques montrant la microstructure du plâtre moussé à différentes échelles (densité relative $\approx 75\%$).

Placer une couche de plâtre de densité plus élevée « roller coating » à l'interface du

papier et le cœur moussé est la technique généralement utilisée dans la production des plaques de plâtre légères. Cette couche est visible sur les figures 2.31 et 2.34(a), son rendu 3D est présenté sur la figure 2.36. La suspension du roller coating est préparée dans un mélangeur séparé. Puis, elle est déposée sur le verso de la feuille du papier ivoire. Ensuite, la suspension du cœur est déversée sur le papier [3].

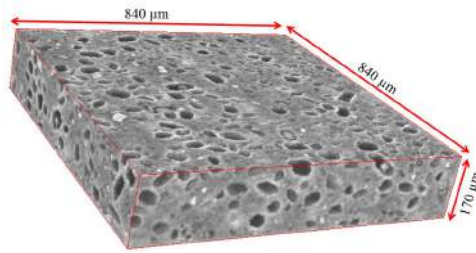


FIGURE 2.36: Rendu 3D montrant la microstructure du roller coating observée à une résolution de $1,4 \mu\text{m}$.

Comportement mécanique du plâtre

Le plâtre est l'un des plus anciens matériaux de construction avec la chaux et la terre cuite. De récentes découvertes archéologiques ont montré que l'emploi du plâtre remontait au 8^e millénaire avant J.C. (fouilles en Syrie et en Turquie). Si son utilisation date de plusieurs millénaires, son comportement mécanique reste à clarifier et le nombre de travaux publiés dans ce domaine reste limité et parfois ces travaux sont contradictoires. Kirk et Othmer [63] ont déclaré en 1964 ce qui suit : « *This substance is probably the subject of more confused and discordant statements, misinterpretations and persistent lack of exact information than any other compound in the category of inorganic materials* ». Près de 50 ans plus tard, la situation a peu changé. Cela est lié en grande partie à la sensibilité de ce matériau aux conditions expérimentales dans lesquelles les expériences sont réalisées.

D'après plusieurs travaux [65, 68, 66], la prise de ce matériau peut être expliquée par l'existence de deux types de liaisons principales : (i) les ancrages mécaniques : ce sont des liaisons de type « tenon-mortaise » résultant de contraintes résiduelles suite aux variations dimensionnelles subies par le matériau lors de la prise (figure 2.37), (ii) Les interactions entre cristaux au sein d'agrégats formés de plusieurs aiguilles ou entre aiguilles de différents agrégats : ce sont des forces d'adhésion de surface qui peuvent être électrostatiques, d'interaction ionique, capillaires ou de Van der Waals. Plusieurs auteurs [69, 66] pensent que ce sont les points de contacts entre cristaux qui gouvernent la tenue mécanique de ce matériau. Ce phénomène est confirmé par la présence de cristaux de gypse désenchevêtrés et non cassés sur les faciès de rupture des échantillons de

plâtre pris. En effet, au cours de la prise, les cristaux de gypse apparaissent, croissent et s'enchevêtrent pour former une structure solide continue et résistante. L'analyse des faciès de rupture des échantillons ne montre pas de cristaux fracturés, les ruptures se produisent donc au niveau des liaisons inter-cristallines [66, 70].

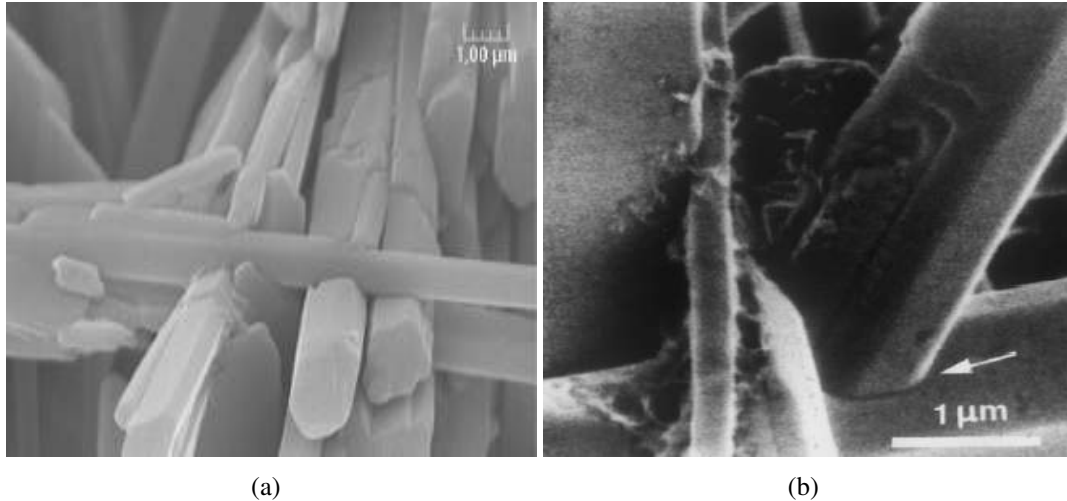


FIGURE 2.37: (a) Image MEB d'une fracture de plâtre pris ($E/P=0,8$) montrant des points d'ancrages mécaniques entre plusieurs cristaux [67]. (b) Image MEB du contact Tenon-Mortaise entre cristaux de gypse [72].

La relation entre la microstructure du plâtre et ses propriétés mécaniques a été étudiée par la commission de la RILEM (Réunion Internationale des Laboratoires d'Essais sur les Matériaux et les constructions) de 1973 à 1980 [71]. Cette étude a discuté différents paramètres pouvant influencer sur le comportement macroscopique (forme et taille des cristaux, utilisation d'adjuvants, effet de l'humidité). Les conclusions laissent apparaître que les propriétés mécaniques sont meilleures quand les cristaux sont petits, et que les mâcles sont nuisibles à la résistance macroscopique. Murat *et al.* [73] ont également étudié la relation texture cristalline-propriétés mécaniques des plâtres durcis. Les auteurs pensent que les propriétés mécaniques d'un assemblage de gros cristaux sont moins bonnes que celles d'un assemblage de micro-cristallites. La formation des cristaux maclés plats n'est pas souhaitable car ils sont plus fragiles que les cristaux massifs ou aciculaires. Il semble que les propriétés mécaniques d'un assemblage de gros cristaux soient inférieures à celles d'un assemblage de micro-cristallites. Cette taille des cristaux est influencée par le nombre de germes de cristallisation et par la vitesse de prise. Plus le nombre de germes est grand, plus les cristaux formés sont petits. De même, plus la vitesse de croissance cristalline est grande, moins les cristaux sont bien formés, et

moins l'édifice est organisé. La texture cristalline et les résistances mécaniques sont également influencées par la forme des cristaux, par leur plus ou moins grande imbrication et par la présence d'impuretés. La morphologie de cristal et la géométrie des pores ont un effet significatif sur les modules élastiques. Une structure ordonnée avec intercroissance et interconnexion des cristaux donne des valeurs élevées des modules élastiques [74]. Amathieu [75] conclut que les pores les plus petits entraînent une rigidité plus importante, mais il s'agit seulement d'une corrélation empirique, vérifiée sur quelques nuances uniquement. Une description plus précise de la microstructure doit être effectuée pour comprendre les différences de propriétés observées. La densité, donc la porosité, est aussi un paramètre très influant sur la contrainte à la rupture. Des plâtres plus denses ayant donc plus de points de contact, présentent logiquement une contrainte à la rupture beaucoup plus importante [66].

Le comportement du plâtre pris sec est caractérisé habituellement via des essais de flexion trois et quatre points. Le comportement obtenu est linéaire, avec une rupture fragile. Le module d'Young, la dureté et la contrainte à la rupture sont les propriétés mécaniques mesurées traditionnellement. Afin de les relier à la structure du matériau, le paramètre le plus couramment utilisé est la porosité totale. Le module d'Young E a fait l'objet de nombreuses études. Son évolution avec la porosité totale p a souvent été représentée par des lois empiriques du type linéaire ($E = E_0(1 - Cp)$) ou exponentiel ($E = E_0 \exp(-Cp)$) où E_0 le module d'Young du plâtre non-poreux et C une constante. Plusieurs modèles reliant E à la porosité ont été proposés dans la littérature [76, 74] dans lesquels la microstructure complexe du plâtre pris n'est pas prise en compte.

Coquard [65] a utilisé la statistique de *Weibull* pour analyser la contrainte à rupture du plâtre pris en flexion. La figure 2.38 montre que la statistique de *Weibull* s'applique bien dans un domaine de porosité allant de 25 à 70%. Une valeur du module de *Weibull* (m) égal à 9 est trouvée, traduisant une distribution de taille de défauts amorceurs de la rupture (souvent sous la forme de bulles d'air entraîné).

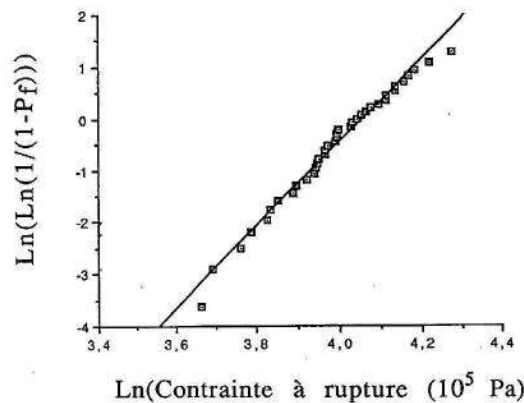


FIGURE 2.38: Ajustement des valeurs expérimentales au modèle de Weibull pour le plâtre pris [65].

D'autres approches comme l'utilisation de la méthode des éléments finis pour modéliser le comportement élastique effectif en décrivant les cristaux de gypse par des parallélépipèdes [77], ou l'application de schémas d'homogénéisation auto-cohérents aboutissent également à d'excellents résultats en modifiant le seuil de percolation et en intégrant un facteur de forme des cristaux [70]. Dans la même étude les paramètres du critère de Drucker-Prager ont été identifiés par homogénéisation sur du plâtre pris en fonction de la porosité. Très récemment, Clément *et al.* [78] ont identifié les paramètres du critère de Drucker-Prager par le biais d'une approche inverse conduite sur des essais d'indentation sphérique sur le plâtre poreux. Les résultats obtenus dans cette dernière étude seront discutés en détail dans le cinquième chapitre.

Différents travaux ont mis en évidence l'influence de l'eau sur la résistance mécanique du plâtre [65, 68, 66]. Le comportement mécanique du plâtre pris est très sensible à l'humidité. La loi de comportement, linéaire à l'état sec, devient fortement non-linéaire en présence d'eau. La contrainte de rupture est divisée par deux entre l'état sec et la saturation totale (figure 2.39(a)). L'apparition de glissements entre cristaux de gypse est le facteur responsable de la non-linéarité du comportement mécanique du plâtre pris humide (figure 2.39(b)). Une variation importante de la réponse du plâtre en présence d'eau a été observée [65, 68]. Le plâtre sec présente un comportement élastique qui devient élastoplastique avec l'augmentation de la quantité d'eau adsorbée. De très petites quantités d'eau détériorent les propriétés mécaniques du plâtre et au-delà de 2% par rapport à la masse les propriétés se stabilisent [66].

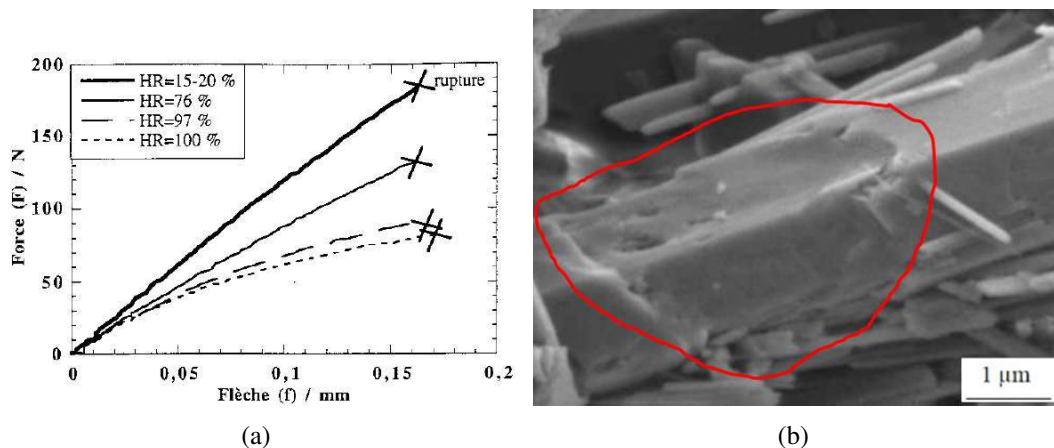


FIGURE 2.39: Courbes effort-déplacement du plâtre pris ($E/P = 0,8$) à quatre humidités relatives différentes [68]. (b) Image MEB du faciès de rupture d'une éprouvette saturée en eau. Un contact déchaussé entre deux cristaux de gypse est observé [66]. La trace de déchaussement est entourée en rouge.

2.3.4 Papier

Pour la fabrication de plaques de plâtre, deux rouleaux de papier sont disponibles, le premier pour la face avant (de couleur crème) et le second pour la face arrière (de couleur grise). Au cours des dernières années, la qualité du papier utilisé a été améliorée. Les principales améliorations sont dues à l'utilisation de moins de plis de papiers recyclés. Ces évolutions se sont produites en dépit d'une diminution du grammage de 380 GSM en 1965 à 190 GSM en 1996. Pendant la même période, la vitesse de la machine a été augmentée de 110 à 650 m/min, ce qui a entraîné une augmentation de la cadence de production de 7 à 21 tph [3]. La figure 2.40 présente des coupes tomographiques montrant la microstructure du papier observée à une résolution de $1,4 \mu\text{m}$. Sur la figure 2.40(b) les fibres de cellulose sont clairement visibles. Les acquisitions tomographiques de la microstructure du papier ont été réalisées dans ce travail sur la ligne synchrotron ID19 à Grenoble (ESRF).

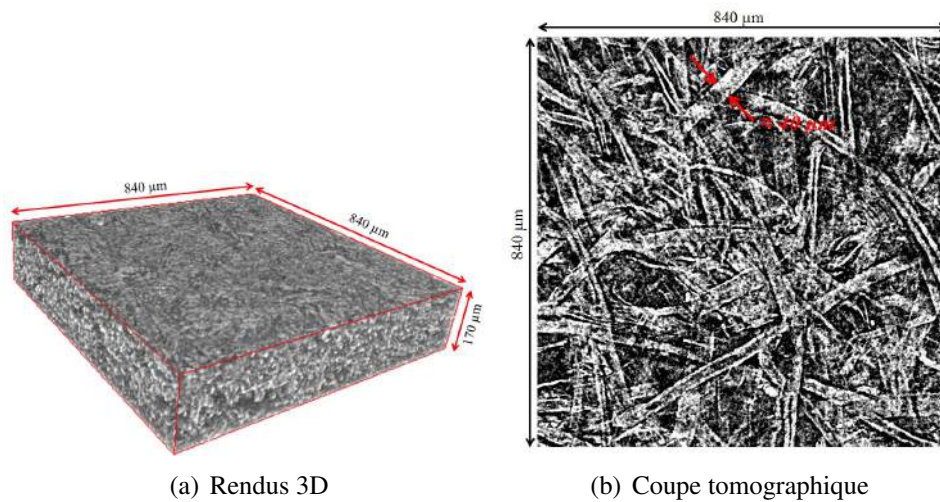


FIGURE 2.40: Coupes tomographiques montrant la microstructure du papier, résolution d'acquisition $1,4 \mu\text{m}$.

Les deux propriétés les plus critiques pour le papier sont sa résistance à la traction et sa capacité d'absorption d'eau. La résistance à la traction du papier améliore la résistance à la flexion et celle à la traction de la plaque. La capacité d'absorption d'eau est un facteur important, car lors du procédé de fabrication de la plaque la suspension du gypse est déversée sur le papier. Celui-ci doit être en mesure d'absorber une quantité d'eau pour créer une bonne interface avec le cœur. Cette liaison est primordiale afin d'empêcher le décollement du papier pendant la phase de séchage de la plaque. En outre, les propriétés suivantes sont un enjeu majeur sur le marché : (i) présentation de surface attractive (surface plane, sans plis, couleur, etc.), (ii) facilité de la décoration par la peinture ou le papier peint et acceptation d'autres produits. Les papiers modernes utilisés dans la fabrication de la plaque de plâtre se composent de trois à sept plis. Le papier typique se compose de 87% en masse de fibres de cellulose, de 10% d'eau pour contrôler l'expansion et la manipulation du papier et de 3% de produits chimiques de divers types [3]. De part le fait que les fibres de cellulose sont alignées de manière préférentielle dans la direction de la machine (figure 2.41), la résistance à la traction dans la direction machine est de deux ordres de grandeur plus grande que dans les deux autres directions [79].

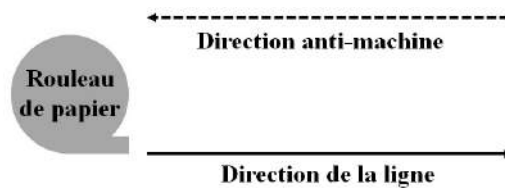


FIGURE 2.41: Présentation schématique de la direction machine et la direction anti-machine.

2.3.5 Adhésion papier-plâtre

L'amélioration des caractéristiques de la plaque de plâtre a été réalisée principalement grâce aux différents progrès au niveau du processus de fabrication et par l'utilisation d'additifs. La fonction des additifs est de modifier les matières premières et d'améliorer la qualité du produit final. Cependant, les interactions de liaison gypse-cellulose ne sont pas bien comprises. Une compréhension de la nature de la liaison entre ces deux matériaux peut conduire à une chaîne de production plus robuste d'une part et permet de mieux comprendre l'origine des propriétés mécaniques de la plaque notamment en flexion. Koubaa et Koran [80] ont présenté différentes méthodes de mesure de la résistance de liaison interne dans le papier.

Le délaminage papier-plâtre est un mode de rupture qui se produit souvent soit au cours du séchage de la plaque, soit une fois la plaque en service. Bastidas *et al.* [81] ont étudié la liaison entre les cristaux de gypse et les fibres de cellulose. Les auteurs suggèrent que les différences dans la force d'adhérence avec les différents cristaux de gypse peuvent être attribuées à des différences de composition chimique de surface. Un certain nombre d'hypothèses existe pour la génération d'une bonne ou d'une mauvaise liaison entre les cristaux de gypse et des fibres du papier. Alors que certaines d'entre elles font sens, il y a peu de preuves pour les soutenir. Par exemple, il est affirmé que les cristaux de gypse s'imbriquent avec les fibres du papier liant ainsi fermement le papier au cœur par une liaison mécanique. Diverses hypothèses ont été avancées à l'appui de ce concept pour expliquer le lien entre les cristaux de gypse et les fibres de papier. Dans une large mesure, ces hypothèses sont fondées sur le fait que dans le passé la plaque de plâtre a été produite avec un séchage lent et sans utilisation d'amidon. Cependant, récemment il a été trouvé que l'ajout d'amidon permet de monter à des températures de séchage beaucoup plus élevées sans rupture de la liaison papier-plâtre. Ce fut la découverte qui a permis la fabrication à grande vitesse de plaques de plâtre moderne. Les principales sources d'amidon sont le blé, le maïs, ... Chimiquement, l'amidon est un polymère à chaîne longue composé d'unités de glucose. Pingel [82] a conduit une étude expérimentale de caractérisation de l'interface plâtre-papier. Il a observé que l'amidon limite la

pénétration de la matière du gypse dans le papier, ce qui entraîne un lien plus fort. Deux additifs qui peuvent également produire les résultats souhaités sont des agents de couplage, le titanate et le zirconate. Tomasiowics [62] a conduit une étude sur l'adhésion papier-plâtre, il conclut que l'absence d'amidon dans les mélanges de base conduit à une mauvaise qualité d'adhésion entre le papier et le plâtre. En outre, l'ajout d'une grande quantité d'amidon conduit à une liaison adhésive de haute qualité. Cependant cela rend le processus du séchage plus long. Malgré ces efforts, la question de savoir comment l'amidon améliore l'adhésion papier-plâtre reste largement sans réponse. La plus commune des hypothèses suppose que lorsque la plaque entre dans le séchoir, le cœur de la plaque commence à chauffer et l'amidon (ou une fraction de celui-ci) se dissout dans l'eau libre de la suspension de base. Comme la plaque sèche, à la fois l'eau et l'amidon dissout migrent vers le papier de surface de la plaque. L'amidon précipite alors à l'endroit où l'eau se transforme en vapeur au niveau ou près de l'interface cœur-papier. Il forme un gel à cet endroit recouvrant les cristaux de gypse. Étant donné que ce gel a un pouvoir élevé de rétention d'eau, il maintiendra l'eau liquide autour des cristaux de gypse et les protège de la calcination. Cela suppose que la liaison entre le cœur et le papier est formée par des cristaux de gypse enchevêtrés avec les fibres de papier du pli inférieur du papier où l'amidon joue un rôle de protection. Une autre hypothèse tente de prendre en compte les performances des nouveaux types de papier. Il suggère que l'amidon seul assure la liaison entre le cœur et le papier. L'amidon produit la liaison parce que les papiers modernes ont une absorption d'eau inférieure. Par conséquent ils absorbent moins d'eau sursaturée en gypse. Pour cette raison, il est peu probable que des cristaux de gypse se forment à l'interface du papier pour créer une liaison. Pour cela, il est supposé que l'amidon établit un pontage entre les fibres de papier et des cristaux de gypse.

Quelle que soit l'hypothèse la plus correcte, l'ajout d'amidon est essentiel pour obtenir une bonne liaison entre le cœur et le papier, en particulier lorsque la plaque est produite à des vitesses et des températures de séchage élevées. De bons profils de migration de l'amidon sont estimés lorsque 75% à 85% de la fraction totale d'amidon se trouve dans le papier et à l'interface cœur-papier [3]. En résumé, la fonction principale des amidons est de protéger ou de créer la liaison papier-plâtre et dans une certaine mesure d'augmenter la résistance mécanique de la plaque. Pour cette raison, la quantité d'amidon est souvent augmentée comme une panacée pour résoudre les problèmes d'adhésion papier-plâtre. Il est clair que la qualité du mélange doit être optimisée de telle sorte que la plus faible quantité d'amidon soit utilisée.

2.4 Techniques expérimentales

Dans cette partie les différentes techniques expérimentales qui ont été utilisées dans ce travail sont présentées.

2.4.1 Tomographie aux rayons X

La tomographie aux rayons X est une technique d'imagerie non destructive qui consiste à reconstruire le volume 3D d'un objet à partir d'une série de radiographies 2D. Grâce aux progrès informatiques et technologiques, la technique a été perfectionnée et elle est maintenant utilisée en routine pour les applications médicales. Son principe s'est également étendu au monde industriel pour réaliser des contrôles non destructifs et de la mesure dimensionnelle. La plus grande variété des matériaux étudiés dans le monde industriel a permis de développer la technique pour différentes tailles d'échantillons et différentes résolutions. L'élargissement et l'amélioration des performances de la technique ont été très bénéfiques dans le domaine de la science des matériaux [61].

Principe de base

La tomographie aux rayons X tire profit des propriétés d'interaction d'un faisceau de rayons X avec la matière. Selon la loi d'absorption de Beer-Lambert (équation (2.3)), le nombre de photons transmis N par une tranche de matière traversée par un faisceau de rayons X dépend du nombre de photons incidents N_0 et du coefficient d'atténuation linéique μ de la tranche de matière traversée :

$$N = N_0 \exp \left[- \int_{\Delta x} \mu(x, y, z) dx \right] \quad (2.3)$$

Le long de la trajectoire du faisceau, le coefficient d'atténuation varie en fonction des propriétés de la matière traversée. En plaçant un détecteur derrière l'échantillon, les photons X transmis sont collectés, amplifiés et finalement enregistrés. L'information est retranscrite numériquement en un niveau de gris proportionnel à N . La mesure d'atténuation consistant à mesurer la réduction d'intensité des rayons X due au passage à travers l'objet permet ensuite d'en déduire la distribution du coefficient d'atténuation linéique μ . La projection de μ varie donc en fonction de la composition et de l'épaisseur du matériau traversé. Si le matériau est homogène, le nombre de photons reçus ne dépend que de l'épaisseur traversée. Si le matériau est hétérogène, ce nombre dépend de l'atténuation locale en tout point du matériau [61].

Cette technique combine les informations fournies par un très grand nombre de radiographies, chacune étant réalisée pour un angle différent de l'échantillon par rapport aux rayons X et au détecteur qui demeure fixe. Si l'angle entre chaque radiographie est suffisamment petit, il devient possible, à partir d'un ensemble complet de radiographies, de calculer par reconstruction numérique la valeur locale du coefficient μ en chaque point de l'échantillon. La taille de ce point « le voxel » est conditionnée par la résolution du système d'imagerie. L'algorithme qui est actuellement utilisé dans la plupart des applications tomographiques est celui de rétroprojection filtrée [83] qui n'est que la discrétisation de la transformée de Radon inverse [84]. La qualité de l'image 3D obtenue

nue est dégradée par différents artefacts liés à la chaîne d'acquisition et au processus de reconstruction. Nous listons les principaux artefacts ci-dessous :

- *Les anneaux* : souvent observés près de l'axe de rotation, ils résultent des inhomogénéités du détecteur. L'élimination de pixels défectueux réduit cet effet.
- *Durcissement du faisceau* : présent dans le cas d'un tomographe de laboratoire, est une conséquence de la polychromie de la source de rayons X. Son nom vient du fait que les photons plus énergétiques sont moins absorbés et donc le faisceau devient plus dur (ou plus énergétique) en traversant la matière. Le coefficient d'atténuation dépendant de la fréquence des photons, cet effet peut être réduit en filtrant le contenu de faible énergie du rayonnement incident avec des filtres métalliques placés entre la source de rayons X et l'objet à imager.
- *Contraste de phase* : L'interaction RX avec la matière ne se réduit pas à l'absorption du rayonnement. Le faisceau transmis subit également un déphasage (qui pourrait être vu comme résultant de la partie imaginaire de μ). L'effet de champ de phase inhomogène du faisceau en sortie d'échantillon est équivalent à une faible désorientation du rayon d'un angle proportionnel au gradient de phase [85].

Les tomographes progressent sur tous les fronts et offrent à la tomographie de nouveaux champs d'application. Dans le principe, pourtant, rien n'a changé. Tous les tomographes comprennent une source de rayons X, une platine de rotation sur laquelle est fixé l'échantillon à tomographier et enfin un détecteur de rayons X (figure 2.42). Ce dernier est relié à une électronique d'acquisition et à un PC équipé d'un logiciel de reconstruction et de visualisation en 3D de l'objet à imager. Les trois éléments de cette chaîne conditionnent la résolution finale de l'image. Actuellement, on trouve plusieurs types de tomographes selon le champ d'application. La différence essentielle se situe au niveau de la résolution spatiale du dispositif et de sa vitesse d'acquisition. Les dispositifs utilisant des tubes à rayons X avec microfoyer permettent d'atteindre au mieux une résolution de l'ordre de $1 \mu\text{m}$. Cela est dû au flux limité délivré par ces sources. Pour atteindre des résolutions plus importantes, il est nécessaire d'avoir une bonne brillance de la source de rayons X. Ceci est possible grâce au rayonnement synchrotron, les faisceaux produits sont très intenses et monochromatiques ce qui autorise des temps de pose très courts pour un bon rapport signal sur bruit qui fait défaut aux tomographes de laboratoire.

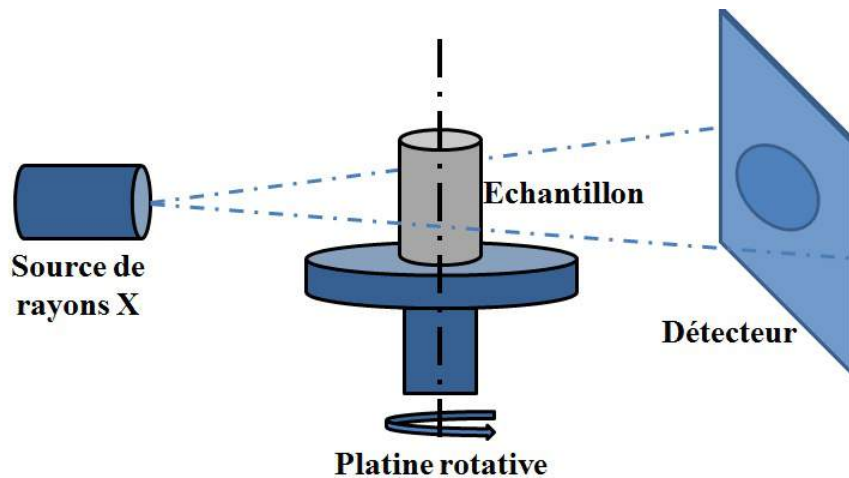


FIGURE 2.42: Principe de la tomographie 3D, configuration « Cone Beam ».

Tomographie locale

Dans le cas général, l'objet à imager reste complètement dans le champ de vue du détecteur sous tous les angles. Cependant dans le cas où il faut utiliser des résolutions plus élevées ou encore lors d'essais mécaniques *in-situ* au cours desquels la sollicitation d'un petit volume n'est pas toujours possible, la tomographie dite « locale » offre une alternative pour contourner ces difficultés. Elle consiste à imager un échantillon de dimensions plus importantes que le champ de vision de détecteur. Dans ce cas, les images enregistrées concernent uniquement un sous-volume situé au niveau de l'axe de rotation du plateau rotatif dans un cylindre commun à toutes les radios mais chaque radio contient l'intersection de l'objet avec le cône complet. La reconstruction de la région d'intérêt est perturbée par des hautes fréquences de moyenne nulle. Malgré cet inconvénient, cette technique s'avère très utile lors d'essais mécaniques *in-situ*. Elle permet le suivi de déformations locales affranchies des perturbations mécaniques dues aux effets de bord [86]. Les images brutes obtenues après reconstruction peuvent être visualisées soit en rendu volumique, soit en coupe 2D grâce à des logiciels comme Amira [87] ou ImageJ [88].

La figure 2.43 illustre deux coupes tomographiques de mousse de plâtre. En observant ces coupes, on remarque que l'image 2.43(b) est beaucoup plus bruitée que l'image 2.43(a). En effet, l'image (b) est le résultat d'une tomographie locale, d'où la présence de bruit uniformément réparti sur toute l'image, par contre les formes et les dimensions des objets restent clairement visibles.

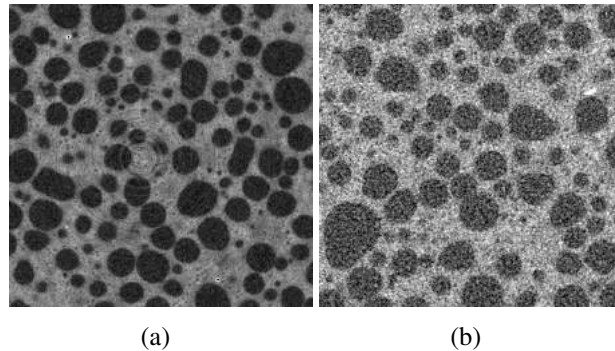


FIGURE 2.43: Deux coupes tomographiques de mousse de plâtre : (a) tomographie globale, (b) tomographie locale.

Avec le développement des détecteurs plans, les progrès accomplis dans les logiciels d'analyse et de reconstruction 3D et l'arrivée des générateurs à microfoyer, la tomographie à rayons X est devenue une technique expérimentale de plus en plus utilisée et le tomographe est un instrument de visualisation à part entière. Le but de ce paragraphe n'est pas de dresser une liste exhaustive des différentes études menées ces dernières années mais de rescenser quelques unes comme exemples. Cette technique a été utilisée par de nombreux laboratoires pour analyser la microarchitecture de l'os trabéculaire [89], pour révéler qualitativement les mécanismes d'endommagement dans les composites [90], pour caractériser la microstructure de matériaux cellulaires [91], pour visualiser la propagation de fissures en fatigue [92]. Son utilisation a été élargie à l'étude des géomatériaux pour déterminer la porosité dans les grès [93] et l'étude du comportement de roches argileuses [94].

2.4.2 Mesure de champs cinématiques

La corrélation d'images volumiques (DVC) est une extension de la corrélation d'images numériques [95, 96, 97]. Les premières implémentations ont consisté à suivre de petits volumes d'interrogation (ou sous-volumes) afin de déterminer leur mouvement de translation [89]. Les rotations locales ont été ajoutées plus tard [98]. La distorsion « warping » du volume d'interrogation a aussi été introduite dans les codes de DVC [99]. Toutes ces approches sont dites « locales », puisque chaque analyse est locale (*i.e.* à l'échelle du volume d'interrogation) et aucune contrainte cinématique est prévue avec les sous-volumes voisins. L'approche locale, dont le cadre théorique a été défini pour la première fois en deux dimensions par Sutton *et al.* [95], consiste à décomposer la ROI en sous-régions indépendantes, appelées fenêtres d'interrogation. Le déplacement moyen de chaque sous-région est affecté en son centre, par conséquent le champ de dé-

placement obtenu ne sera pas continu [100]. Afin de donner une certaine régularité à la mesure sur toute la ROI une interpolation de champ de déplacement estimé (discret) est faite. Cette interpolation, et le filtrage qui l'accompagne, se fait dans une seconde étape sans lien avec les images analysées. Ce qui constitue une faiblesse de cette approche car elle interdit une évaluation propre de la qualité du résultat obtenu. Néanmoins, c'est l'approche la plus utilisée aujourd'hui. Elle a l'avantage majeur de pouvoir être parallélisée très facilement et ne nécessite pas de stockages très importants en mémoire vive.

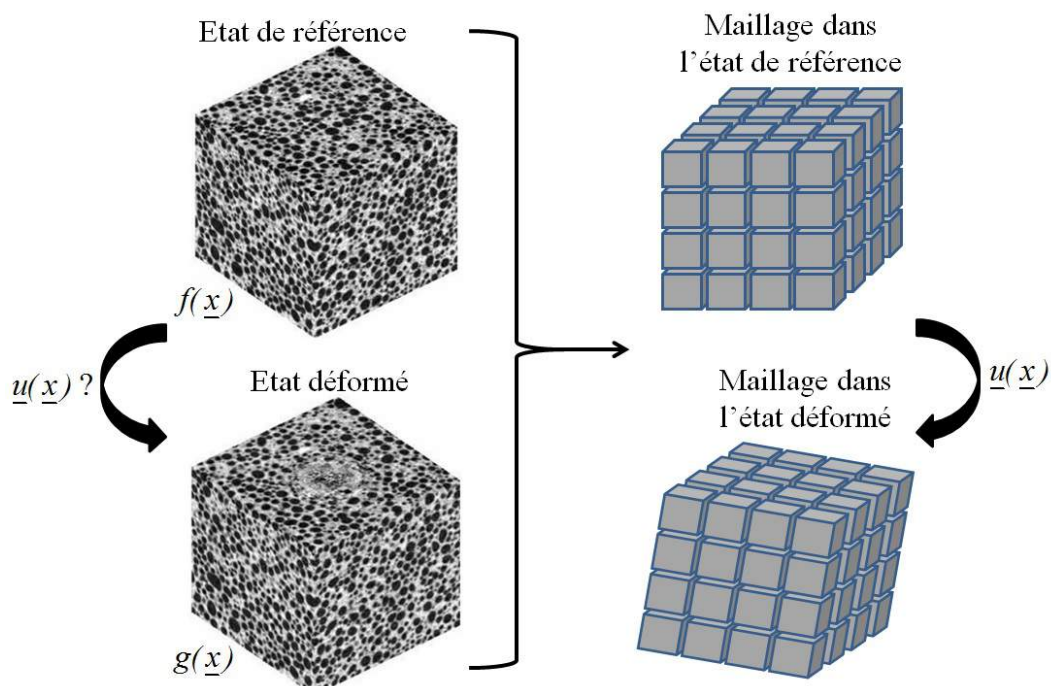


FIGURE 2.44: Organigramme simplifié montrant le principe de l'approche locale : \underline{x} et $\underline{x} + \underline{u}(\underline{x})$ se réfèrent aux coordonnées du même point matériel à l'état de référence et déformé, $\underline{u}(\underline{x})$ est le champ de déplacement recherché, f et g sont, respectivement, le volume dans l'état initial et déformé exprimés en voxels.

Approche globale

L'approche globale a été introduite par la suite [101]. Contrairement à l'approche locale, le champ de déplacement recherché est défini sur l'ensemble de la région d'intérêt. Par exemple, une cinématique est imposée en projetant le champ de déplacement recherché sur une base continue de type EF [101]. Si des fissures sont à analyser, des

cinématiques enrichies ont également été mises en place pour prendre en compte des discontinuités de déplacement [102, 103]. Une autre étape consiste à régulariser le problème de corrélation en exigeant que le champ de déplacement mesuré soit mécaniquement admissible [104, 105]. En particulier, dans les zones où la texture de l'image n'est pas suffisamment contrastée, la mécanique est utilisée pour interpoler (voir extrapoler) le champ de déplacement [106].

Si l'état de référence (respectivement, déformé) est représenté par une fonction tridimensionnelle de niveaux de gris, $f(\underline{x})$, (respectivement, $g(\underline{x})$), la conservation du niveau de gris exige

$$f(\underline{x}) = g(\underline{x} + \underline{u}(\underline{x})) \quad (2.4)$$

où $\underline{u}(\underline{x})$ représente le champ de déplacement recherché. La mesure du champ de déplacement consiste à minimiser le carré de résidu de la corrélation $\phi_c(x)$

$$\phi_c = |g(\underline{x} + \underline{u}(\underline{x})) - f(\underline{x})| \quad (2.5)$$

La minimisation de $\phi_c^2(x)$ est un problème non linéaire et mal posé. En particulier, si aucune information supplémentaire n'est disponible, il est impossible de déterminer le déplacement pour chaque voxel indépendamment puisqu'il y a trois inconnues pour un niveau de gris donné. Pour ces raisons, on restreint $\underline{u}(\underline{x})$ à un sous-espace vectoriel engendré par une base de champs $\underline{\psi}_n(\underline{x})$

$$\underline{u}(\underline{x}) = \sum_i u_n \underline{\psi}_n(\underline{x}) \quad (2.6)$$

où $\underline{\psi}_n$ sont des champs de vecteurs et u_n les degrés de liberté associés. Une formulation faible est préférable. Après intégration sur l'ensemble de la région d'intérêt (ROI : Region Of Interest) Ω , le résidu global de la corrélation Φ_c^2 s'écrit

$$\Phi_c^2 = \frac{1}{2} \int_{\Omega} (g(\underline{x} + \underline{u}(\underline{x})) - f(\underline{x}))^2 d\underline{x} \quad (2.7)$$

Le problème consiste alors à minimiser Φ_c^2 par rapport aux inconnues u_n . Une méthode itérative de Newton modifiée est utilisée pour contourner le caractère non linéaire du problème de minimisation.

Soit \underline{u}^i le déplacement à l'itération i et $\{u\}^i$ le vecteur contenant tous les degrés de liberté inconnus. L'image déformée corrigée par le champ \underline{u}^i est construite $\tilde{g}^i(\underline{x}) = g(\underline{x} + \underline{u}^i)$. En supposant de petits incréments $d\underline{u} = \underline{u}^{i+1} - \underline{u}^i$ de la solution, un développement de Taylor est utilisé pour linéariser $g(\underline{x} + \underline{u}^{i+1}(\underline{x})) \approx g(\underline{x} + \underline{u}^i(\underline{x})) + d\underline{u}(\underline{x}) \cdot \underline{\nabla} f(\underline{x}) = \tilde{g}^i(\underline{x}) + d\underline{u}(\underline{x}) \cdot \underline{\nabla} f(\underline{x})$ et $\partial \Phi_c^2 / \partial \{u\}^i = 0$ donne un système linéaire

$$\frac{\partial \Phi_c^2}{\partial \{u\}^i} = [M] \{du\} - \{b\}^i = \{0\} \quad (2.8)$$

avec

$$M_{mn} = \int_{\Omega} (\nabla f(\underline{x}) \cdot \underline{\Psi}_m) (\nabla f(\underline{x}) \cdot \underline{\Psi}_n) \, d\underline{x} \quad (2.9)$$

et

$$b_m^i = \int_{\Omega} (\nabla f(\underline{x}) \cdot \underline{\Psi}_m) (f(\underline{x}) - \tilde{g}^i(\underline{x})) \, d\underline{x} \quad (2.10)$$

A ce niveau de généralité, de nombreux choix peuvent être faits pour mesurer les champs de déplacements. Des éléments cubiques à huit nœuds avec des bases d'éléments finis classiques peuvent être utilisés [101]. La région d'intérêt est discrétisée par des éléments finis pour lesquels le champ de déplacement est interpolé avec des fonctions de forme trilineaire (figure 2.45).

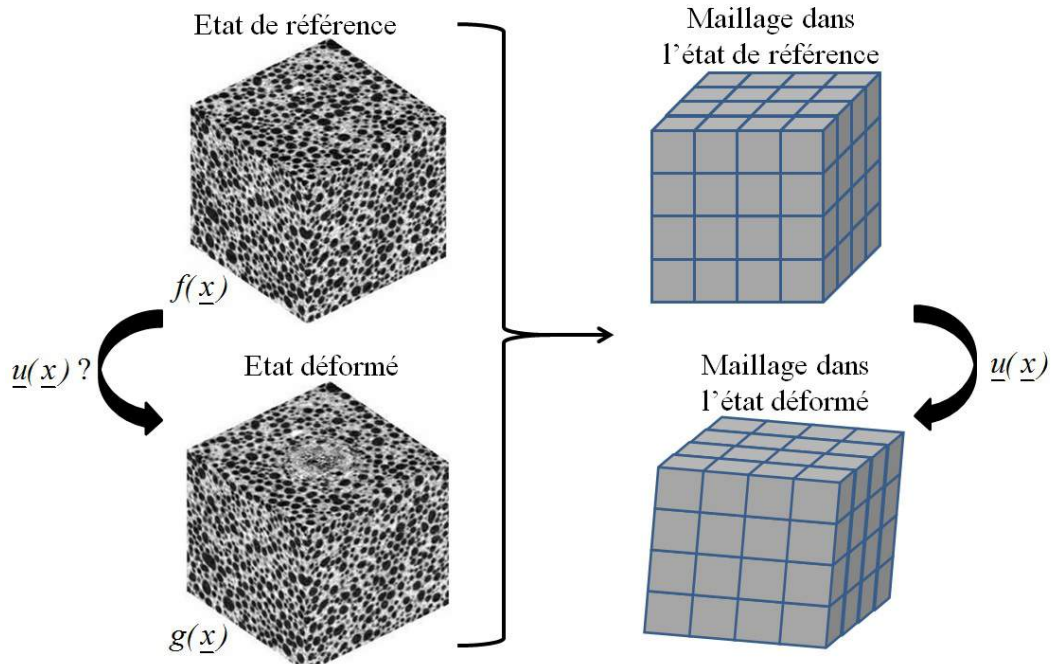


FIGURE 2.45: Organigramme simplifié montrant le principe de l'approche globale : \underline{x} et $\underline{x} + \underline{u}(\underline{x})$ se réfèrent aux coordonnées du même point matériel à l'état de référence et déformé, $\underline{u}(\underline{x})$ est le champ de déplacement recherché, f et g sont, respectivement, le volume dans l'état initial et déformé exprimés en voxels.

Résidus de corrélation

L'intégration spatiale de la différence entre la configuration déformée corrigée par le champ de déplacement estimé \tilde{g} et le volume dans la configuration de référence f est précisément la fonction objectif $\phi_c(\underline{u}^*)$ qui est minimisée (et dont le minimum est atteint pour $\underline{u} = \underline{u}^*$). Il traduit l'écart quadratique moyen du niveau du gris par voxel. Il est habituel de normaliser Φ par le nombre de voxels de la ROI et la dynamique de l'image de référence. Ce nombre adimensionnel appelé résidu global, il est de l'ordre de quelques pourcents dans les cas courants. Il donne des indications sur le non-respect d'hypothèses cinématiques sur lesquelles la détermination du champ de déplacement a été effectuée et sur le niveau de bruit. Par exemple, le champ de résidus va marquer la discontinuité (ou fissures), même si l'amplitude de la discontinuité est plus petite que la taille d'un voxel. Il permet également de détecter la présence des artefacts de reconstruction sous forme d'anneaux. Lors de l'appariement des deux états (initial et déformé) ils peuvent apparaître sur le champ de résidu [108].

Approche régularisée

La mesure de champs de déplacement par corrélation d'images est un problème mal posé. Pour contourner cette difficulté, la régularisation est souvent présentée implicitement par le choix d'une base cinématique continue particulière comme par exemple le choix précédent des fonctions de forme EF. La recherche de champs de déplacement avec une meilleure résolution spatiale est inévitablement accompagnée d'une dégradation de la qualité de mesure [105]. Cependant, une connaissance *a priori* sur le comportement mécanique est souvent disponible et cette information est beaucoup plus sûre que le choix de la base cinématique elle-même. L'intégration de ces informations dans la procédure de corrélation est appelée régularisation. Cette dernière consiste à ajouter des exigences mécaniques en introduisant des fonctionnelles supplémentaires, dont certaines sont basées sur la méthode de l'écart à l'équilibre [109], ce qui pénalise l'écart entre un champ de déplacement à la solution d'un problème d'élasticité. Le concept de corrélation d'images globale régularisée par un calcul mécanique [110, 111, 112, 113, 114, 115] consiste donc à introduire des connaissances sur le comportement mécanique dans la procédure de corrélation afin de réduire l'incertitude de mesure sur le champ de déplacement recherché. Dans le cas d'un matériau élastique linéaire, le champ de déplacement obéit aux équations d'équilibre suivantes

$$\underline{\nabla} \cdot (\underline{\underline{C}} : \underline{\nabla} \underline{u}) + \underline{f} = \underline{0} \quad (2.11)$$

où $\underline{\underline{C}}$ est le tenseur de Hooke et \underline{f} est la densité volumique de force, que l'on note sous la forme

$$\mathcal{L}(\underline{u}) + \underline{f} = \underline{0} \quad (2.12)$$

où \mathcal{L} est un opérateur différentiel d'ordre deux. Par la suite, la densité volumique de force est supposée nulle ($\underline{f} = \underline{0}$). Les équations (2.11) et (2.12) s'écrivent alors

$$\underline{\nabla} \cdot (\underline{\mathbb{C}} : \underline{\nabla} \underline{u}) = \underline{0} \quad (2.13)$$

$$\mathcal{L}(\underline{u}) = \underline{0} \quad (2.14)$$

L'équation (2.13) s'écrit pour les nœuds intérieurs

$$[\tilde{\mathbb{K}}] \{u\} = \{0\} \quad (2.15)$$

où $[\tilde{\mathbb{K}}]$ est la partie rectangulaire de la matrice de rigidité $[\mathbb{K}]$ contenant les nœuds intérieurs pour lesquels les forces correspondantes sont supposées nulles. $\{u\}$ contient les valeurs des inconnues cinématiques. La version discrète de l'équation (2.15) pour les nœuds intérieurs est

$$\Phi_m^2 = \{u\}^t [\tilde{\mathbb{K}}]^t [\tilde{\mathbb{K}}] \{u\} \quad (2.16)$$

Les bords du domaine ne peuvent pas être régularisés par cette stratégie. Une solution possible mais dont les fondements sont beaucoup moins solides que pour l'intérieur du volume consiste à introduire une fonctionnelle spécifique pour les nœuds de bords

$$\Phi_b^2 = \{u\}^t [\tilde{\mathbb{L}}]^t [\tilde{\mathbb{L}}] \{u\} \quad (2.17)$$

où $[\tilde{\mathbb{L}}]$ est l'équivalent de la matrice $[\mathbb{K}]$. A noter que contrairement à la régularisation intérieure, la régularisation sur les bords n'a pas de sens mécanique (*i.e.* régularisation numérique) sauf s'ils sont libres d'effort. Dans ce dernier cas ils sont traités comme les nœuds intérieurs.

Un champ de déplacement test est nécessaire pour normer chaque fonctionnelle ($\tilde{\Phi}_a(u) = \Phi_a(u)/\Phi_a(v)$ pour tous les indices a). Ce dernier est choisi comme une onde plane $\underline{v}(\underline{x}) = \underline{u}_0 e^{i\mathbf{k} \cdot \underline{x}}$, de vecteur d'onde \mathbf{k} et d'amplitude infinitésimale \underline{u}_0 . Les trois fonctionnelles normées sont sans dimension et on peut donc les combiner. Afin de résoudre la minimisation couplée des trois fonctionnelles Φ_c^2 , Φ_m^2 et Φ_b^2 une somme pondérée est introduite pour aboutir à une fonctionnelle totale à minimiser Φ_t^2 (*i.e.* résidu global)

$$(1 + \omega_m + \omega_b)\Phi_t^2 = \tilde{\Phi}_c^2 + \omega_m \tilde{\Phi}_m^2 + \omega_b \tilde{\Phi}_b^2 \quad (2.18)$$

avec $\tilde{\Phi}_c^2$, $\tilde{\Phi}_m^2$ et $\tilde{\Phi}_b^2$ les résidus normés,

$$\tilde{\Phi}_c^2 = \frac{\Phi_c^2}{\{v\}^t [\mathbb{M}] \{v\}} \quad , \quad \tilde{\Phi}_m^2 = \frac{\Phi_m^2}{\{v\}^t [\tilde{\mathbb{K}}] [\tilde{\mathbb{K}}]^t \{v\}} \quad , \quad \tilde{\Phi}_b^2 = \frac{\Phi_b^2}{\{v\}^t [\tilde{\mathbb{L}}]^t [\tilde{\mathbb{L}}] \{v\}} \quad (2.19)$$

ω_m et ω_b sont les poids associés respectivement à la régularisation des nœuds intérieurs et extérieurs ils s'écrivent sous la forme [114]

$$\omega_m = (|k|l_m/(2\pi))^4 \quad , \quad \omega_b = (|k|l_b/(2\pi))^4 \quad (2.20)$$

avec l_m et l_b les longueurs caractéristiques de la régularisation. A grande échelle la fonctionnelle de la corrélation d'images Φ_c^2 est dominante. Inversement, à petite échelle la fonctionnelle Φ_{reg}^2 est fortement pondérée et la régularisation mécanique est privilégiée. Au final, la régularisation mécanique joue le rôle d'un filtre mécanique pour les fluctuations de faible longueur d'onde dont le réglage est choisi par l'utilisateur.

En supposant de petits incréments $du = u^{i+1} - u^i$ de la solution, un développement de Taylor est utilisé pour linéariser le problème. La procédure de corrélation régularisée consiste à résoudre de manière itérative le système d'équations linéaires suivant

$$([M] + [N]) \{du\} = \{b\} - [N] \{u\} \quad (2.21)$$

avec

$$[N] = \omega_m \frac{\{v\}^t [M] \{v\}}{\{v\}^t [\tilde{K}]^t [\tilde{K}] \{v\}} [\tilde{K}]^t [\tilde{K}] + \omega_b \frac{\{v\}^t [M] \{v\}}{\{v\}^t [\tilde{L}]^t [\tilde{L}] \{v\}} [\tilde{L}]^t [\tilde{L}] \quad (2.22)$$

où $\{b\}$ est mis à jour à chaque itération, l'état déformé est corrigé également à l'aide de l'estimation courante du champ de déplacement $\{u\}$. Les matrices $[M]$ et $[N]$ sont calculées une seule fois. Le calcul de corrélation s'arrête lorsque l'incrément de déplacement $\{du\}$ atteint la limite choisie par l'utilisateur (de l'ordre de 10^{-4} voxel).

2.5 Conclusions

Dans ce chapitre, un état de l'art de la caractérisation des matériaux poreux a été présenté et les différentes approches de modélisation de leur comportement mécanique ont été rappelées. La tomographie aux rayons X est un outil permettant de caractériser la microstructure des matériaux. Sa nature non-destructive permet de suivre l'évolution de la microstructure au cours du chargement. La microstructure réelle de l'échantillon peut être exploitée afin de générer des maillages adaptés. Une fois la microstructure maillée, elle peut être injectée dans un code de calcul de type éléments finis avec la loi de comportement appropriée.

Le produit « plaque de plâtre » qui sert de base à cette étude a été présenté. Les propriétés mécaniques de la plaque sont dictées par celles du cœur, du papier et de l'interaction papier-plâtre. L'étude bibliographique a montré que le comportement du plâtre n'a reçu que peu d'attention en dépit de son usage extrêmement courant. La relation microstructure-propriétés mécaniques n'est souvent prise en compte qu'à travers la

porosité totale, les caractéristiques de la microstructure n'étant que très rarement considérées. L'étude a aussi confirmé la dégradation des propriétés mécaniques du plâtre en contact avec l'eau. Deux propriétés sont critiques pour le papier. La première est sa résistance à la traction et la deuxième est sa capacité d'absorption d'eau. La résistance à la traction du papier améliore la résistance à la flexion et celle à la traction de la plaque, alors que la capacité d'absorption d'eau est un facteur critique pour l'adhésion papier-plâtre. L'ajout d'amidon est essentiel pour obtenir une bonne liaison entre le cœur et le papier en particulier lorsque la plaque est produite à des vitesses et des températures de séchage élevées. La question concernant le mécanisme à l'origine de l'effet bénéfique de l'amidon sur l'adhésion papier-plâtre reste ouverte bien que quelques hypothèses aient été proposées.

La corrélation d'images globale est une technique de mesure qui permet de déterminer les champs de déplacement à différents niveaux de sollicitations. Elle permet également l'identification de réseaux de fissures grâce à l'analyse de différents champs en particulier celui des résidus de corrélation. A cela vient s'ajouter l'effet de la régularisation mécanique qui permet de diminuer fortement l'incertitude de mesure.

Dans la suite de ce manuscrit, la tomographie aux rayons X, les essais mécaniques (essais de flexion, d'arrachement et d'indentation), la corrélation d'images et la simulation numérique seront exploitées de manière couplée. Ceci permet à la fois de suivre l'évolution de la microstructure au cours du chargement et de mesurer les champs de déplacement correspondants. Le mécanisme de rupture de la plaque de plâtre sera analysé en relation avec les courbes de réponses macroscopiques, les observations tomographiques *in-situ* et les différents champs mesurés par corrélation d'images.

Les résultats des calculs de corrélation d'images présentés dans ce manuscrit sont issus de calculs réalisés avec les codes Correli-Q4 (code global, éléments Q4 [97]), Correli-C8 (code global, élément C8 [101]) et Correli-C8R (code global avec régularisation mécanique, éléments C8 [115]). Enfin des développements nouveaux seront également implémentés. Ils sont basés sur une nouvelle manière de construire la base cinématique.

Chapitre 3

Comportement de la plaque de plâtre en flexion

Des plaques de plâtre ont été testées en flexion 3 et 4 points jusqu'à rupture. La corrélation d'images numériques (CIN) est utilisée pour suivre la cinématique de l'essai et la dégradation progressive associée. Il est proposé d'identifier le comportement de la plaque de plâtre grâce à une description continue et homogénéisée de type poutre où la dégradation progressive de la rigidité de la plaque est décrite par un paramètre d'endommagement. Plusieurs formes algébriques pour décrire l'évolution de l'endommagement en fonction de la courbure locale de la poutre ont été testées, conduisant à une évaluation comparable de la loi d'endommagement. Une forme algébrique simple avec seuil est choisie pour illustrer les résultats d'identification. Une procédure spécifique est présentée où les imperfections expérimentales sont prises en compte. Le processus de rupture de la plaque de plâtre en flexion est discuté en relation avec la courbe effort-déflexion et les différents champs de déplacement mesurés par CIN. La fissuration du plâtre dans la zone tendue de l'éprouvette est détectée comme étant le premier événement de la séquence conduisant à la rupture de l'échantillon, mais le surfaçage (papier) est capable de supporter le transfert de charge. Juste avant rupture, l'échantillon contient de multiples fissures dans le cœur de la plaque. Le comportement de la plaque de plâtre est essentiellement piloté par les propriétés mécaniques du papier et de la qualité de l'interface papier-plâtre.

3.1 Revue bibliographique

Depuis sa création, le processus de fabrication de la plaque de plâtre a été régulièrement amélioré. Il est en effet essentiel pour les producteurs de plaques de plâtre de créer des produits légers qui passent des tests standards, par exemple l'essai de flexion, décrit dans la norme ASTM C11 pour la plaque de plâtre. Pour atteindre cet objectif, il est important de progresser sur la caractérisation du mécanisme de rupture de la plaque lors des tests de flexion et d'identifier les différents stades de la rupture. Les progrès dans ce sens ouvrent de nouvelles voies pour des panneaux de gypse légers optimisés.

La relation entre les propriétés mécaniques du plâtre et sa microstructure [117, 65, 66], ou l'évaluation de la résistance au feu des panneaux de gypse [118, 119] ont été soigneusement étudiées. Cependant, la plaque de plâtre en tant que matériau de construction n'a reçu que peu d'attention ; son comportement mécanique et sa résistance à la rupture sont très peu étudiés dans la littérature. De la fabrication à l'installation le comportement de la plaque en flexion est une propriété mécanique cruciale pour le transport, la manutention et la pose. La tendance actuelle vise à améliorer sa résistance à la flexion, pour éviter la rupture des plaques longues qui sont souvent manipulées et soulevées sur les chantiers par leurs extrémités. Benouis [120] a réalisé des essais d'identification des caractéristiques mécaniques des plaques multicouches CPC (Carton-Plâtre-Carton). La plaque de plâtre présente une anisotropie de comportement suivant les directions longitudinale et transversale. Cette orthotropie est une conséquence de l'anisotropie des cartons, de ce fait Benouis [120] a réalisé les essais de traction, compression et flexion selon deux directions (parallèle ou perpendiculaire au sens de déroulement des bobines de carton). Les principaux résultats de cette identification sont reportés dans les tableaux 1 à 3 :

Sens	σ_r (MPa)	σ_e (MPa)	E (MPa)
Longitudinal	1.84	1.08	1007
Transversal	0.76	0.53	2218

TABLE 3.1: Caractéristiques mécaniques en traction [120].

où σ_r , σ_e , E et ν sont respectivement la contrainte à la rupture, la limite d'élasticité et le module d'Young.

Sens	σ_r (MPa)	σ_e (MPa)	E (MPa)	ε_r (%)
Longitudinal	5,28	3,81	997	1,35
Transversal	4,47	3,54	924	1,31

TABLE 3.2: Caractéristiques mécaniques en compression [120].

où ε_r est la déformation à rupture.

Sens	F_r (N)	f_r (mm)	F_e (N)	E (MPa)
Longitudinal	827.5	12.24	314.7	2851
Transversal	300	4.22	201.3	2373

TABLE 3.3: Caractéristiques mécaniques en flexion [120].

où F_r , f_r et F_e sont respectivement la charge à rupture, la flèche à rupture et la flèche élastique.

Certaines études sur les propriétés mécaniques des sandwichs à âme en mousses syntactiques ont également montré que la peau (papier) contribue à une augmentation jusqu'à 40 % de la résistance à la flexion, selon la teneur en amidon ajouté afin d'améliorer l'adhésion entre le coeur et la peau [121, 122]. D'autres études sur les propriétés mécaniques des plaques de plâtre montrent que la résistance à la flexion dépend de la qualité de l'interface entre le papier et le coeur [122].

Depuis les travaux pionniers de Sutton *et al.* [95, 96], la CIN a été largement utilisée non seulement dans le monde universitaire, mais aussi dans l'industrie. Les progrès récents permettent de décomposer le champ de déplacement recherché sur une bibliothèque adaptée à la cinématique du test [123] telles que les fonctions de forme des éléments finis [97]. Ce type de technique a été utilisé en introduisant la description poutre dans l'analyse par corrélation d'images [124, 125, 126]. Le principal intérêt de cette approche est qu'elle fournit des champs cinématiques complets exprimés sous la forme standard de la théorie des poutres. En raison de la réduction du nombre de degrés de liberté, les incertitudes de mesure sont considérablement réduites. En outre, parce que la description cinématique a un sens mécanique, l'interfacage avec la modélisation est direct et ne comporte aucune étape de projection. Des exemples d'identification élastique (ou lois de comportement plus complexes) basés sur la mesure par la CIN sont nombreux [127, 123, 128, 129, 126]. Des exemples dédiés aux géométries de poutre sont moins fréquents [126, 130]. En particulier Leplay *et al.* [126] utilisent la partie centrale d'un essai de flexion quatre points pour évaluer une loi d'endommagement d'un matériau céramique. Dans ce cas, la cinématique (courbure uniforme) est découplée de la loi

de comportement et l'identification est directe. Il a été montré que cette procédure est précise, mais elle ne tolère aucun écart par rapport à l'hypothèse de base de courbure constante. Très récemment, Belrhiti *et al.* [131] ont analysé des essais de flexion quatre points couplés à la CIN sur des éprouvettes de titanate d'aluminium. Ils ont montré que le comportement du matériau se caractérise par le déplacement de la fibre neutre en raison de la dissymétrie du comportement entre la traction et la compression. Ils ont également utilisé la CIN pour caractériser les imperfections du test (mesure de la distance entre les appuis au cours du test, mesure de l'angle de rotation). Un objectif comparable est visé dans la présente étude, mais sans restriction sur la sollicitation exercée en différents points de l'axe. Nous considérerons un essai de flexion 4 points mais en autorisant toutes les dissymétries possibles des positionnements d'appuis. La cinématique hétérogène rend le problème plus complexe car elle nécessite une procédure spécifique. Soulignons que l'information qui peut être extraite à partir de la CIN est beaucoup plus riche et résolue spatialement pour notre but ultime, comme les détails de la formation de fissures, leur forme, leur densité, ou leur ouverture sont facilement accessibles mais conduiraient naturellement à une approche probabiliste décrivant l'amorçage des fissures et l'endommagement de l'interface. Bien que cela puisse paraître paradoxal, la description trop fine de la cinématique est difficile pour l'identification d'une loi de comportement homogène [132].

Dans la suite, la CIN [95, 97] est utilisée pour mesurer la cinématique de la plaque de plâtre lors des essais de flexion conduits jusqu'à rupture. À partir des mesures de champs, l'objectif est de proposer une modélisation simplifiée et efficace qui permette d'identifier le comportement de la plaque grâce à une description continue et homogénéisée de type poutre où la dégradation progressive de la rigidité de la plaque en flexion est décrite par un seul paramètre d'endommagement. Une procédure d'identification spécifique est présentée où les imperfections expérimentales de l'essai sont prises en compte.

3.2 Etude expérimentale

Les échantillons sont préparés à partir de plaques de plâtre industrielles. Les spécimens testés sont coupés à une taille de $160 \times 50 \times 13 \text{ mm}^3$. Ils sont testés en flexion quatre points avec les caractéristiques suivantes : distance entre les appuis extérieurs, $D_{ext} = 150 \text{ mm}$, distance entre les deux appuis centraux, $D_{int} = 40 \text{ mm}$. Les appuis sont des demi cylindres de diamètre 25 mm. Les tests ont été menés avec une vitesse de déplacement de $5 \times 10^{-2} \text{ mm.min}^{-1}$. La courbe force-déplacement est enregistrée tout au long du test. Le montage de flexion utilisé dans cette étude est montré sur la figure 3.1.

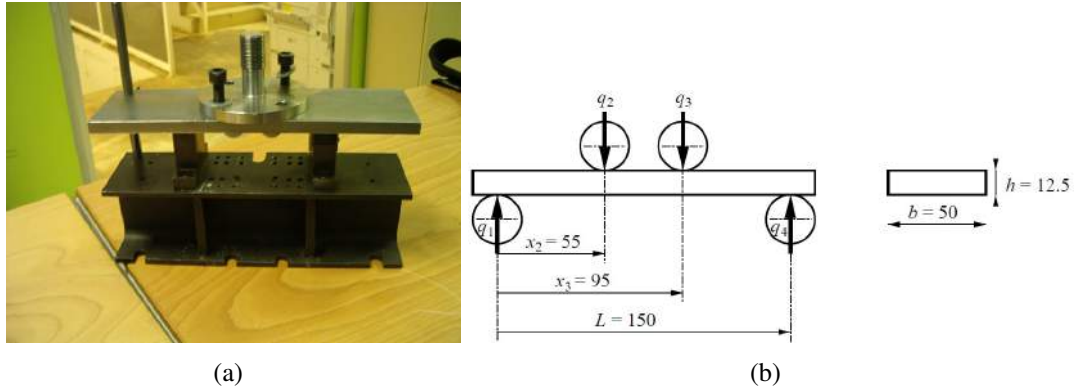


FIGURE 3.1: Montage de flexion quatre points.

La CIN est utilisée pour mesurer les champs de déplacement à la surface des échantillons via le code de corrélation Correli-Q4 [97]. Bien que le champ de déplacement recherché soit décomposé sur des fonctions de forme éléments finis, il n'existe pas de modélisation mécanique mise en jeu à ce stade. Un mouchetis aléatoire est projeté sur la surface observée de l'échantillon afin d'améliorer le contraste de l'image. Les images numériques sont enregistrées au cours du test à l'aide d'un appareil photo Canon 40D. La définition des images est de 3888×2592 pixels (niveaux de gris (NdG) codés sur 8 bits). Le déplacement à l'image n est évalué en corrélant l'image n avec l'image de référence (*i.e.* déplacement total). La fréquence d'acquisition est d'une image toutes les 5 secondes. La taille physique de pixels est de $37 \mu\text{m}$. La taille des éléments Q4 est de 12 pixel, soit environ $450 \mu\text{m}$. L'estimation *a priori* de l'incertitude sur les champs de déplacements est de l'ordre de 0,04 pixel ou $1,5 \mu\text{m}$.

3.3 Résultats expérimentaux

Les courbes effort-déplacement obtenues sur dix éprouvettes sont présentées sur la figure 3.2. On remarque que les courbes présentent deux parties, la partie linéaire correspond au régime élastique, tandis que la partie non-linéaire correspond au régime d'endommagement. Certaines observations générales à partir de ces courbes sont énumérées ci-dessous :

- Dans le régime élastique où aucun endommagement significatif est induit, les réponses des éprouvettes sont assez semblables. Ceci correspond à une rigidité comparable. Cependant, une non-linéarité initiale résultant d'un contact imparfait montre une forte variabilité que l'on peut corriger en redéfinissant la déflexion initiale.
- La charge correspondant à la création de la première fissure dans la partie tendue du cœur de la plaque montre une dispersion assez étroite.

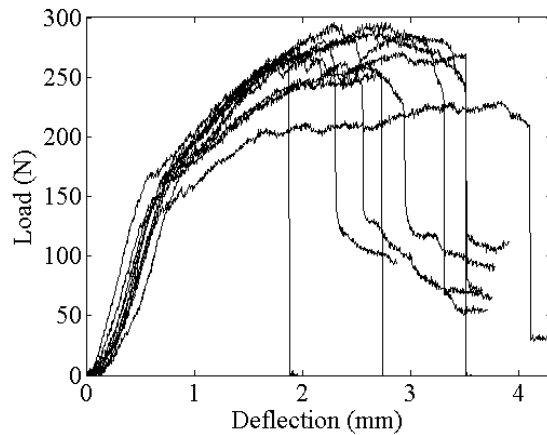


FIGURE 3.2: Réponse effort-déplacement en flexion quatre points pour dix éprouvettes.

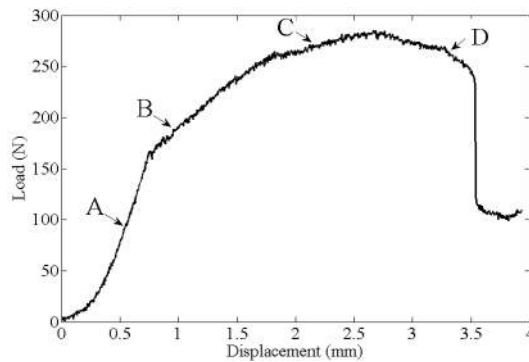


FIGURE 3.3: Courbe typique force-déplacement en flexion quatre points.

- La force à rupture est de 250 ± 19 N, mais le déplacement à rupture présente une dispersion beaucoup plus large $3,0 \pm 0,7$ mm.

Dans la suite, le mécanisme de rupture de la plaque de plâtre en flexion quatre points sera discuté en fonction de la courbe de flexion et les différents champs de déplacement issus de la CIN. Une courbe typique de force-déplacement pour une éprouvette est présentée en figure 3.3. La figure 3.4 montre les différents champs mesurés sur le côté de l'échantillon obtenus via la CIN aux quatre points *A*, *B*, *C* et *D* indiqués sur la figure 3.3.

Au point *A* (figure 3.4 (a)), le régime élastique prédomine encore, le champ de déformation est comme prévu à partir de la théorie des poutres sans aucune fissure visible. A la rupture de pente de la courbe effort-déplacement, au point *B* (figure 3.4 (b)), l'apparition de la première fissure macroscopique dans le cœur de plâtre dans la zone tendue de l'éprouvette. La carte de déformation axiale présente un maximum très prononcé là où la fissure est apparue. Ces observations permettent une détermination aisée de la pré-

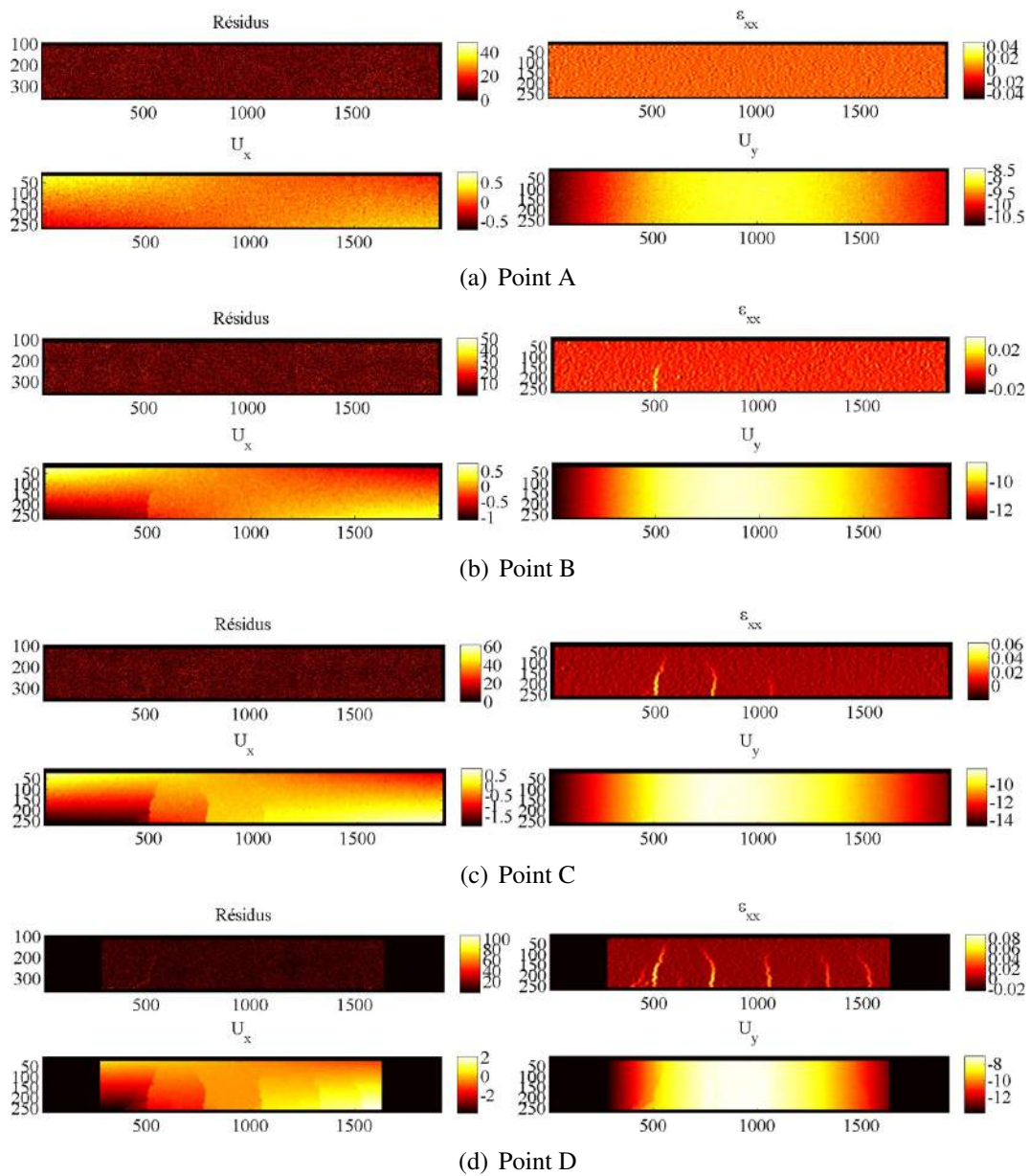


FIGURE 3.4: Evolution des champs de déplacement longitudinal U_x , vertical U_y , le champ de déformation axiale ϵ_{xx} et le champ de résidus. (a) Régime élastique, (b) et (c) régime d'endommagement, (d) avant la rupture de l'éprouvette. Les champs de déplacement sont exprimés en pixels (1 pixel \leftrightarrow 37 μm) et les champs de résidus en NdG.

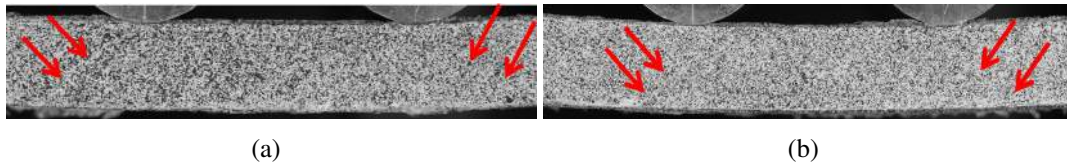


FIGURE 3.5: Rupture finale des échantillons, les flèches indiquent l'endroit d'apparition des fissures macroscopiques.

sence et de la position d'une fissure dans l'éprouvette. Nous notons que la fissure ne se propage pas sur toute la hauteur et ne conduit pas à la rupture soudaine de l'échantillon car le papier est capable de supporter la charge en traction et la transférer au cœur de la plaque. Au point *C* (figure 3.4 (c)), la multifissuration du cœur est clairement observée. La présence du papier a palié le caractère fragile du plâtre et a conféré à la plaque de plâtre une « ductilité » et une résistance plus importante. Le même constat a été fait par Benouis [120]. Au point *D* (figure 3.4 (d)), l'échantillon juste avant la rupture montre de multiples fissures orientées presque verticalement. La rupture finale de l'échantillon se produit lorsque le papier tendu ne peut plus supporter l'effort de traction qu'il subit. La fissure s'ouvre et se propage vers la face opposée. De tels résultats ont déjà été observés dans la littérature [120]. Le délaminage entre le papier et le cœur est également observé à la fin de l'essai. La figure 3.5 montre deux éprouvettes après rupture, les fissures macroscopiques sont marquées par des flèches. Les cartes de résidus (hormis la figure 3.4(d)) ne montrent pas de traces de fissure car d'une part l'ouverture des fissures est de l'ordre de 0,1 pixel ce qui est très proche de la limite de mesure par la CIN et d'autre part la texture du cœur de la plaque est très comparable avec la texture de la surface observée après la projection du mouchetis.

Après l'évaluation des champs de déplacements par CIN, ces derniers ont été projetés sur une cinématique d'Euler-Bernoulli le long de la fibre neutre. Notons que la cinématique d'Euler-Bernoulli aurait aussi pu être imposée directement dans l'analyse par la CIN [130]. Un gain dans l'incertitude de mesure est prévu si l'on a recours à une telle procédure si l'on peut supposer que les propriétés élastiques de la poutre restent constantes le long de l'axe de la fibre neutre pour des intervalles étendus, comme indiqué dans [130]. Dans le régime d'endommagement, cela signifie la présence d'une grande densité de petites microfissures. Comme on le verra par la suite, cette hypothèse n'est pas remplie, et il a été choisi de ne pas recourir à une telle hypothèse qui pourrait être limitée ou faussée et la procédure de projection a été préférée dans cette étude. Une description basée sur la présence de multiples fissures peut être facilement conçue pour modéliser la dégradation progressive de la rigidité de la plaque de plâtre, comme il est proposé par exemple pour les composites à matrice céramique. La création de fissures matricielles transversales ne conduit pas directement à la rupture, mais permet une dégradation progressive de l'interface fibre/matrice donnant lieu à une ductilité apparente

qui peut être décrite à différentes échelles [133, 134, 135]. La distribution de fissures matricielles a tendance à être presque périodique pour une valeur élevée du module de Weibull de la matrice. Les modèles analytiques ont très bien réussi à décrire soit de façon probabiliste la formation de fissures successives [136], soit de manière déterministe comme un endommagement homogénéisé [137, 138]. Ici nous allons suivre la seconde piste, le comportement effectif de la plaque de plâtre dans son ensemble est recherché. La procédure d'identification sera détaillée dans la section suivante.

3.4 Procédure d'identification

La procédure d'identification consiste à exploiter les champs de déplacement obtenus à partir de la CIN. Tout d'abord, l'identification du module d'élasticité de la plaque de plâtre est proposée. Ensuite, l'identification d'une loi d'endommagement est détaillée.

3.4.1 Modélisation

Nous avons recours à une description poutre de type Euler-Bernoulli, son applicabilité repose sur la satisfaction des hypothèses suivantes, (i) la pente de la poutre est supposée être négligeable par rapport à l'unité et (ii) la deflexion de la poutre due aux contraintes de cisaillement est faible (*i.e.* une section plane reste plane).

Considérant la poutre soumise à une densité d'efforts transversaux $q(x)$, le moment de flexion $M(x)$ peut être déterminé en résolvant l'équation d'équilibre :

$$\frac{d^2M(x)}{dx^2} = q(x), \quad 0 \leq x \leq L \quad (3.1)$$

Pour le test de flexion quatre points, ces forces au niveau des quatre points de contact sont notés q_i à des positions x_i pour $x_2 \leq x \leq x_3$. Dans le régime élastique, la rigidité locale à la flexion, $\kappa(x)$ est constante et égale à κ_0 , dont l'expression est rappelé.

$$\kappa_0 = \frac{EI}{(1 - \nu^2)} \quad (3.2)$$

en fonction du module d'Young E , du coefficient de Poisson ν et de l'inertie géométrique de la section transversale, $I = bh^3/12$ où b la largeur de l'échantillon et h son épaisseur. La flèche $v(x)$ obéit à :

$$\kappa(x) \frac{d^2v(x)}{dx^2} = M(x), \quad 0 \leq x \leq L \quad (3.3)$$

où L est la distance entre appuis extérieurs (l'éprouvette est en appui à $x_1 = 0$ et $x_4 = L$). Le problème direct consiste à résoudre l'équation différentielle de $v(x)$ en utilisant en

entrée la charge appliquée $q(x)$, la répartition de rigidité $\kappa(x)$, et les conditions aux limites $v(0) = 0$, $M(0) = 0$, $v(L) = 0$ et $M(L) = 0$.

Dans l'essai de flexion 4 points, il est généralement admis que deux forces égales sont appliquées de façon symétrique par rapport au centre de l'éprouvette, ce qui conduit à une courbure constante dans la partie centrale de l'éprouvette [126]. Cependant, dans la pratique, la charge est appliquée à travers des demi-cylindres en contact avec la plaque de plâtre pour limiter les effets d'indentation, il est donc difficile de déterminer l'emplacement exact de la charge ponctuelle équivalente. En outre, une légère dissymétrie est couramment observée, de sorte qu'un essai de flexion idéal n'est qu'une approximation du test réel. Ces imperfections sont très sévèrement amplifiées par l'endommagement et nous ne considérerons pas que cette symétrie est satisfaite a priori.

3.4.2 Identification élastique

Afin de prendre en compte les conditions limites réelles de l'essai, le modèle basé sur la théorie des poutres a été considéré sans postuler une symétrie *a priori*. Bien que les charges q_2 et q_3 ne soient pas supposées connues individuellement, la charge totale $F = q_2 + q_3$ est mesurée. Ceci peut être pris en compte en introduisant la répartition de la charge et les positions de points d'application x_2 et x_3 comme inconnues. L'identification est réalisée par la minimisation sous contrainte de la différence quadratique entre le déplacement mesuré (v_{CIN}) et celui de la poutre modélisé (v_{mod}). La fonction objective à minimiser est :

$$\mathcal{T}(x_i, q_i, \kappa_0, U, \Omega) = \int_0^L (v_{CIN}(x) - v_{mod}(x, x_i, q_i, \kappa_0))^2 dx + \lambda(q_2 + q_3 - F) \quad (3.4)$$

avec U une translation, Ω une rotation et λ un multiplicateur de Lagrange. Expérimentalement les deux appuis supérieurs sont fixes durant l'essai alors que la partie basse du montage de flexion est mobile, ce qui nous a conduit à prendre en compte le mouvement de corps rigide de l'échantillon au cours de l'essai par l'introduction des deux paramètres U et Ω comme inconnues supplémentaires à déterminer.

Dans la figure 3.6, les positions identifiées des points d'application de la charge et leurs positions théoriques (ligne discontinue) sont reportées pour dix différents tests dans le régime élastique. La procédure d'identification conduit à des positions moyennes $x_2 = 55,5 \pm 2,7$ mm et $x_3 = 94,3 \pm 3,2$ mm. Les valeurs moyennes sont assez proches des valeurs nominales $x_2^{nom} = 55$ mm et $x_3^{nom} = 95$ mm. Cependant, les fluctuations autour de ces valeurs sont significatives. Cela peut être justifié de par le fait que d'une part dans l'expérience la charge est appliquée à travers des demi-cylindres de 25 mm de diamètre, et donc une faible rotation, ou indentation du papier en contact avec les appuis peut conduire à un grand déplacement du point d'application de la charge. D'autre part,

comme le voisinage des appuis n'est pas masqué dans la ROI analysée par CIN, l'indentation locale de la partie supérieure de la plaque de plâtre peut influencer sur la qualité de la mesure.

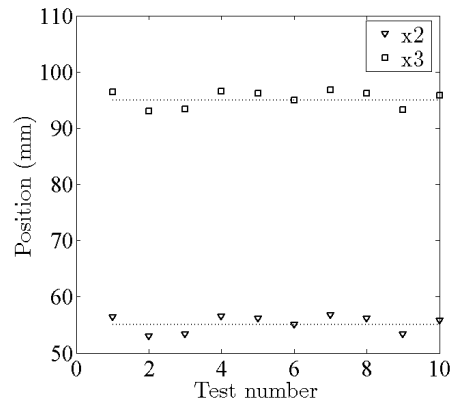


FIGURE 3.6: Positions identifiées des points d'application de la charge, en ligne discontinue les positions nominales $x_2 = 55$ mm et $x_3 = 95$ mm.

Le module d'élasticité effectif de la plaque (calculé à partir de la rigidité à la flexion, comme si la plaque est composée d'un matériau homogène) est un autre résultat de la procédure d'identification. La procédure d'identification élastique conduit à un module élastique de $2,52 \pm 0,18$ GPa. Soulignons que, malgré la dispersion observée dans les paramètres géométriques, l'écart type de la propriété élastique identifiée est assez petit 7%. Il est intéressant de comparer ces estimations avec celles obtenues à partir de l'équation classique (en supposant les valeurs nominales et la symétrie parfaite), cette estimation s'élève à $2,40 \pm 0,28$ GPa. Bien que les deux estimations soient cohérentes, on constate que ces dernières évaluations ont une dispersion plus large (soit 12%) que celle issue de la procédure proposée. Ce résultat montre déjà un avantage d'avoir une procédure qui est tolérante aux imperfections inévitables dans un test. Comme on le verra ci-dessous, cet avantage est encore plus évident (et même clé) pour l'évaluation de l'endommagement.

3.4.3 Identification d'endommagement

Lorsque la charge appliquée dépasse la charge de fissuration du cœur de la plaque, les fissures s'amorcent et se propagent dans la partie tendue de l'éprouvette. L'apparition des fissures conduit à la réduction progressive de la rigidité de la plaque en flexion, $\kappa(x)$. Ici nous supposons que la dégradation de la rigidité à la flexion est prise en compte par le paramètre d'endommagement, $d(x)$, de telle sorte que :

$$\kappa(x) = \kappa_0(1 - d(x)) \quad (3.5)$$

où $d(x)$ est une fonction déterministe de la courbure maximale $\chi(x)$ qu'a subi la section, x , dans le passé. En remplaçant l'équation (3.5) dans l'équation (3.3), on obtient :

$$\kappa_0(1 - d(\chi))\chi(x) = M(x), \quad 0 \leq x \leq L \quad (3.6)$$

avec

$$\chi(x) = \frac{d^2v(x)}{dx^2} \quad (3.7)$$

Plusieurs formes algébriques qui décrivent l'évolution de l'endommagement en fonction de la courbure locale de la poutre ont été testées, conduisant à une évaluation comparable de la loi d'endommagement. Une forme algébrique simple avec seuil est choisie pour illustrer les résultats de l'identification. On postule que la loi d'endommagement s'écrit sous la forme suivante :

$$d(\chi) = 1 - \frac{\alpha}{\chi} \quad (\text{si } \chi > \alpha) \quad (3.8)$$

avec α est le seuil à identifier.

La flèche théorique est calculée comme la solution de l'équation différentielle non-linéaire (3.6). Ensuite la courbure est calculée par différences finies de la flèche théorique en utilisant la règle du point fixe. Enfin la minimisation de l'écart quadratique entre la flèche théorique et la flèche mesurée est proposée (voir équation (3.4)). La minimisation est effectuée sur le seuil d'endommagement, α , les charges appliquées, q_i , et le mouvement de corps rigide U et Ω .

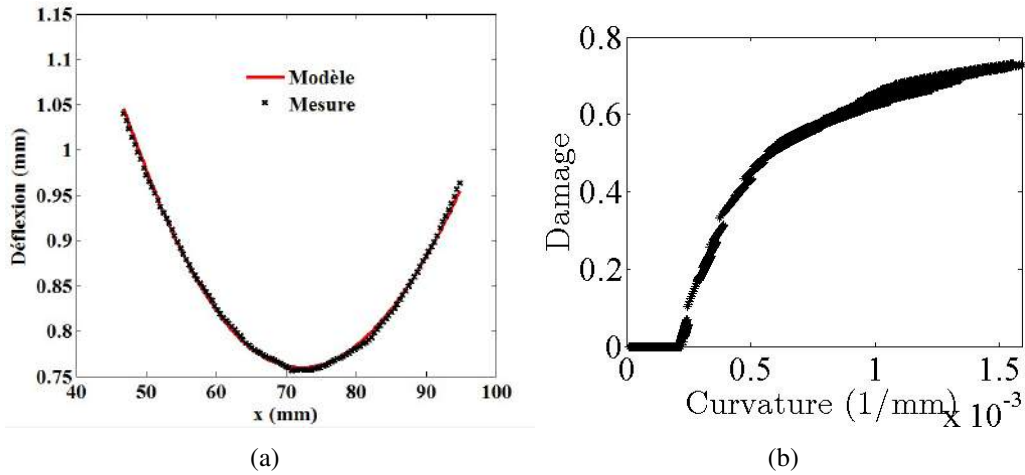


FIGURE 3.7: (a) Comparaison de la flèche mesurée et calculée, (b) évolution de l'endommagement en fonction de la courbure pour tous les niveaux de chargement pour un seul test.

La figure 3.7(a) montre en trait continu la flèche identifiée juste avant la rupture, et en trait discontinu la flèche mesurée. Un très bon accord entre les deux est obtenu. Soulignons que la description proposée est une loi d'endommagement homogène, alors que le mécanisme de rupture réel consiste en la dégradation progressive de la rigidité de la plaque par multifissuration. En conséquence, une correspondance parfaite entre la mesure et la modélisation est hors d'atteinte. L'excellente qualité de l'ajustement du profil de la flèche jusqu'à la rupture est une justification de ce que la loi d'endommagement équivalente ne trahit pas le comportement réel d'une façon très significative.

La figure 3.7 (b) montre l'évolution de l'endommagement en fonction de la courbure pour un seul échantillon pour tous les niveaux de chargement. Chaque image est analysée de façon indépendante, et un nouveau jeu de paramètre α est identifié. Il est important de noter l'existence d'un seuil en courbure bien défini ($\sim 2.10^{-4} \text{ mm}^{-1}$) à partir duquel l'endommagement s'initie. Lorsque la courbure dépasse ce seuil, une forte augmentation d'endommagement est observée suivie d'une augmentation plus lente. L'apparition de l'endommagement est facilement interprétée comme la création de fissures dans le cœur du plâtre. Après l'apparition de la fissure dans le plâtre, la contrainte de traction au voisinage de la fissure diminue et la charge est supportée par le papier et transférée par la suite au cœur de la plaque, et ce dans une région dont l'extension est de l'ordre de l'épaisseur des plaques de plâtre. Ceci explique la multifissuration avec une distance entre fissures bien définie (comme on peut le voir sur la figure 3.4 (d)). Ainsi, le mécanisme d'endommagement observé peut être comparé à celui dans les composites à matrice céramique. L'amorçage de fissures est saturé à cause d'effets d'écrantage. La rupture finale de l'échantillon se produit lorsque le papier tendu ne peut pas résister à l'effort de traction qu'il subit. La fissure s'ouvre et se propage vers la face opposée. On observe également que ce point correspond à un critère de localisation macroscopique, $dM(x)/d\chi = 0$. De manière équivalente, ce critère correspond à la définition de l'asymptote horizontale de la relation moment-courbure, symptomatique de l'instabilité du comportement dans la mesure où $\chi(x)$ tend vers l'infini à $M(x)$ constant.

La figure 3.8 montre l'évolution des deux forces appliquées aux positions x_2 et x_3 au cours d'un essai (incluant l'ensemble du régime d'endommagement). Il est observé que, après l'apparition de la première fissure macroscopique dans le cœur de la plaque, le test devient dissymétrique et la charge appliquée est principalement concentrée sur l'un des deux points d'application (dans ce test sur q_3). La procédure d'identification proposée révèle une répartition de charge beaucoup plus complexe que ce qui est traditionnellement supposé pour l'essai de flexion quatre points. Ce résultat présente de très grandes différences entre la répartition de la charge identifiée et la valeur théorique attendue (*i.e.* la moitié de la charge mesurée). En particulier, dans la zone centrale l'échantillon n'est pas soumis à un moment de flexion uniforme.

Cette analyse a montré que le comportement mécanique de la plaque de plâtre en flexion est piloté essentiellement par les propriétés mécaniques du papier et de la qualité

de l'interface papier-plâtre.

Afin de progresser dans la compréhension du comportement mécanique de la plaque de plâtre en flexion, le mécanisme de ruine de plaques en flexion trois points sera discuté dans la section suivante.

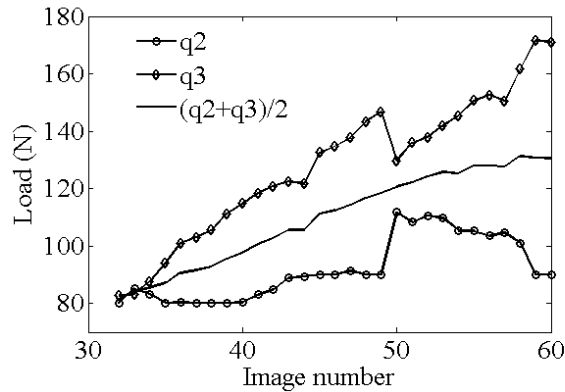


FIGURE 3.8: Répartition des forces appliquées identifiées dans le régime d'endommagement.

3.5 Essais de flexion trois points

On a gardé la même géométrie d'éprouvette que celle choisie dans la section précédente. Les éprouvettes ont été testées en flexion trois points, les tests ont été menés avec une vitesse de déplacement de $5 \times 10^{-2} \text{ mm.min}^{-1}$. Les courbes force-déplacement ont été enregistrées tout au long des tests. Six échantillons ont été sollicités en flexion trois points jusqu'à rupture. Afin d'améliorer le contraste de l'image un mouchetis aléatoire est projeté sur le côté de l'échantillon. La CIN a été utilisée pour mesurer les champs de déplacement via le code de corrélation Correli-Q4. La fréquence d'acquisition est d'une image toutes les 5 secondes. La taille physique de pixel est de $40 \mu\text{m}$. La taille des éléments est de 16 pixels, soit environ $640 \mu\text{m}$. La taille de la ROI analysée est 360×960 pixels, soit $12,5 \times 38 \text{ mm}$ centrée autour de l'appui central.

La figure 3.9 présente les courbes effort déplacement obtenues. La partie linéaire correspond au régime élastique et la deuxième partie non-linéaire correspond au régime d'endommagement. Dans le régime élastique où aucun dommage significatif est induit, les réponses des spécimens sont assez semblables. La charge correspondant à la création de la première fissure dans la partie tendue du cœur de la plaque montre une dispersion assez étroite. La force à rupture est de $240 \pm 9 \text{ N}$. Elle est du même ordre que celle obtenue en flexion quatre points alors que le déplacement à rupture présente une dispersion beaucoup moins large que celle observée en flexion quatre points, soit $2,0 \pm 0,16 \text{ mm}$.

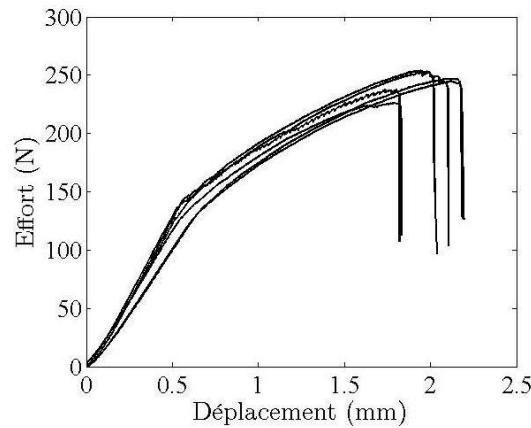


FIGURE 3.9: Réponse effort-déplacement en flexion trois points pour six éprouvettes.

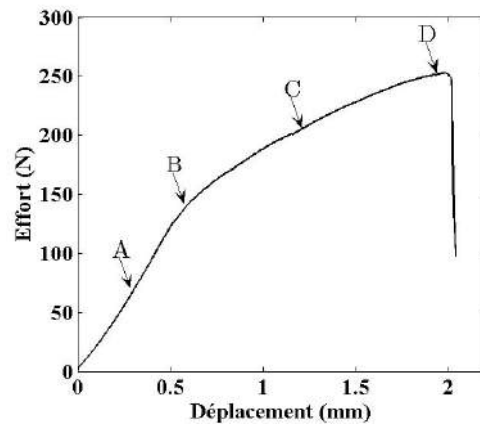
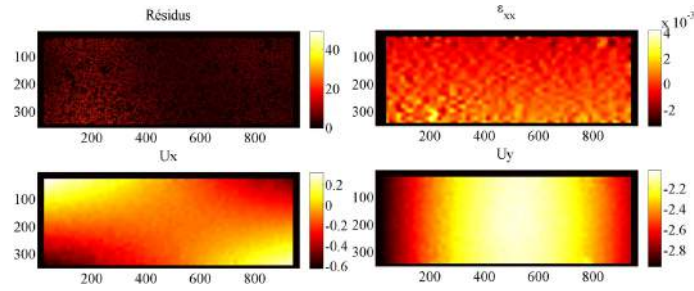


FIGURE 3.10: Courbe de réponse typique en flexion trois points.

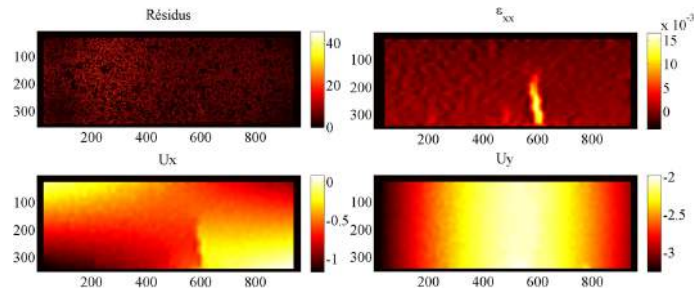
Dans la suite, le mécanisme de rupture de la plaque de plâtre en flexion trois points sera discuté en fonction de la courbe de flexion et les différents champs de déplacement issus de la CIN. Une courbe typique force-déplacement pour une éprouvette est illustrée sur la figure 3.10. La figure 3.11 montre les différents champs mesurés par CIN sur le côté de l'échantillon aux quatre points *A*, *B*, *C* et *D* indiqués sur la figure 3.10.

Au point *A* (figure 3.11 (a)), la plaque est sollicitée dans son domaine élastique. Les champs de déplacement sont continus, le champ de déformation et de résidu sont homogènes et ne présentent aucun signe de fissuration. A la rupture de la pente de la courbe effort-déplacement, le point *B* (figure 3.11 (b)) correspondant à l'apparition de la première fissure macroscopique dans le cœur de plaque dans la zone tendue de l'éprouvette. La carte de déformation axiale présente un maximum très prononcé là où la fissure est apparue. Aux points *C* et *D* (figures 3.11 (c) et (d)), l'éprouvette montre de multiples fis-

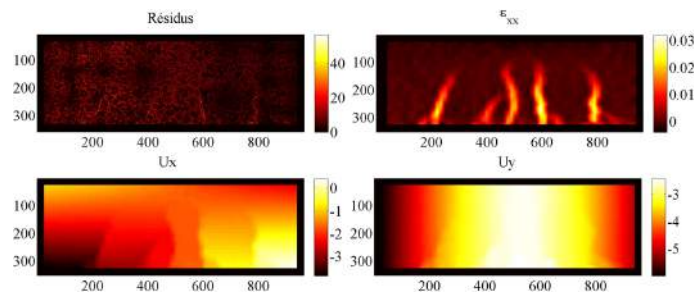
sures qui se dirigent vers l'appui central. Le réseau de fissures est nettement observé sur le champ de résidus et le champ de déformation axiale. L'existence de fissures en mode *II* dans la zone tendue à l'interface papier-plâtre est également observée. La rupture finale de l'échantillon se produit lorsque le papier tendu ne peut plus supporter l'effort de traction qu'il subit. Une fissure s'ouvre et se propage vers la face opposée.



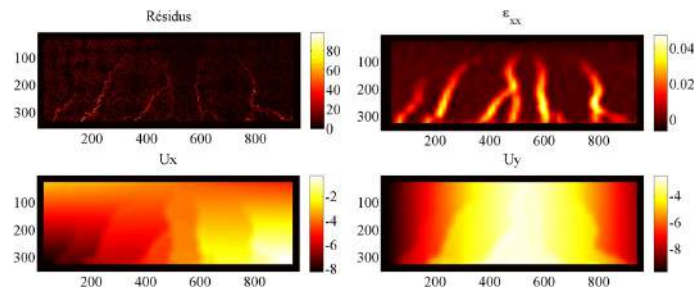
(a) Point A



(b) Point B



(c) Point C



(d) Point D

FIGURE 3.11: Evolution de différents champs mesurés via Correli-Q4. (a) Régime élastique, (b) et (c) régime d'endommagement, (d) avant la rupture. Les champs de déplacement sont exprimés en pixels ($1 \text{ pixel} \leftrightarrow 40 \mu\text{m}$) et les champs de résidus en NdG.

3.6 Conclusions

Des essais de flexion trois et quatre points ont été effectués sur des échantillons de plaques de plâtre jusqu'à rupture. La CIN permettrait d'étudier les mécanismes de dégradation mécanique, la multi-fissuration du cœur de la plaque, la décohésion papier-plâtre, la redistribution de charge, ... Le choix a été fait de choisir une loi d'endommagement déterministe avec un seul paramètre pour tenir compte de la dégradation de la rigidité en flexion quatre points, et donc une procédure d'identification non-linéaire a été proposée pour résoudre numériquement ce problème. Cette méthodologie basée sur la CIN nous a permis d'identifier simultanément les conditions aux limites de l'essai et la loi d'endommagement. Les résultats montrent que la méthode proposée permet de caractériser les imperfections de l'essai et en particulier la rupture de la symétrie qui a lieu inévitablement dans le régime non linéaire. L'analyse d'essais de flexion a mis en évidence que la fissuration du cœur de la plaque est le phénomène précoce dans le processus de ruine. La présence du papier autorise une dégradation progressive de la rigidité de la plaque par multifissuration du cœur. Ces observations permettent d'affirmer que le comportement mécanique de la plaque de plâtre est géré majoritairement par les propriétés mécaniques du papier et de la qualité de l'interface papier-plâtre. Cependant cette analyse est basée sur des observations surfaciques. Dans le but de confirmer le mécanisme de rupture discuté dans ce chapitre, des essais de flexion trois et quatre points ont été réalisés dans un tomographe. Le scénario de rupture de la plaque sera analysé en relation avec les mesures de champs tridimensionnelles dans le chapitre suivant.

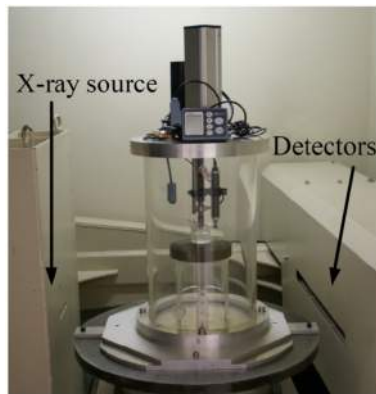
Chapitre 4

Essais de flexion *in-situ*

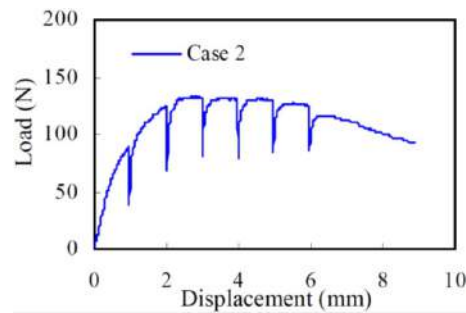
Dans le but de confirmer le mécanisme de rupture de la plaque de plâtre en flexion présenté dans le troisième chapitre, des essais de flexion trois et quatre points in-situ sur deux types de plaques ont été réalisés dans un tomographe. La corrélation d'images volumiques régularisée est utilisée pour suivre la cinématique de l'essai. La fissuration du plâtre dans la zone tendue de l'éprouvette est détectée comme étant le premier événement de la séquence conduisant à la rupture de l'échantillon, mais le papier est capable de supporter le transfert de charge ce qui conduit à une dégradation progressive de la rigidité de la plaque par multifissuration du cœur. L'analyse des différents tests a permis d'une part de mettre en évidence l'apparition de fissures en mode II entre le plâtre et le papier, et d'autre part, de confirmer le mécanisme de rupture de la plaque déjà observé en 2D. Dans la suite de ce chapitre, après une revue bibliographique sur les essais de flexion in-situ, les différents tests menés sont présentés et le scénario de rupture de la plaque est analysé en relation avec les résultats de mesures de champs volumiques.

4.1 Essais de flexion *in-situ*

Contrairement aux essais de compression ou de traction *in-situ* (dans un tomographe aux rayons X), les essais de flexion *in-situ* sont très peu discutés dans la littérature. Dans le but d'évaluer la performance des barrières d'argile qui constituent la couverture des déchets radioactifs, Nakano *et al.* [139] ont réalisé des essais de flexion symétrique *in-situ* sur des disques d'argile compactée de diamètre 150 mm et d'épaisseur 25 mm (figure 4.1 (a)). La courbe de flexion obtenue est tracée sur la figure 4.1 (b). La figure 4.2 montre des coupes tomographiques verticales à différents niveaux de chargement. Des fissures ont été générées à partir de la face tendue de l'échantillon, elles se propagent vers la face supérieure avec l'augmentation du chargement. La tomographie aux rayons X a permis de visualiser le processus de déformation et la génération de fissures dans l'échantillon (figure 4.2).



(a)



(b)

FIGURE 4.1: (a) Montage de flexion, l'échantillon de sol argileux est positionné à l'intérieur de l'enceinte transparente aux rayons X. (b) Courbe effort-déplacement [139].

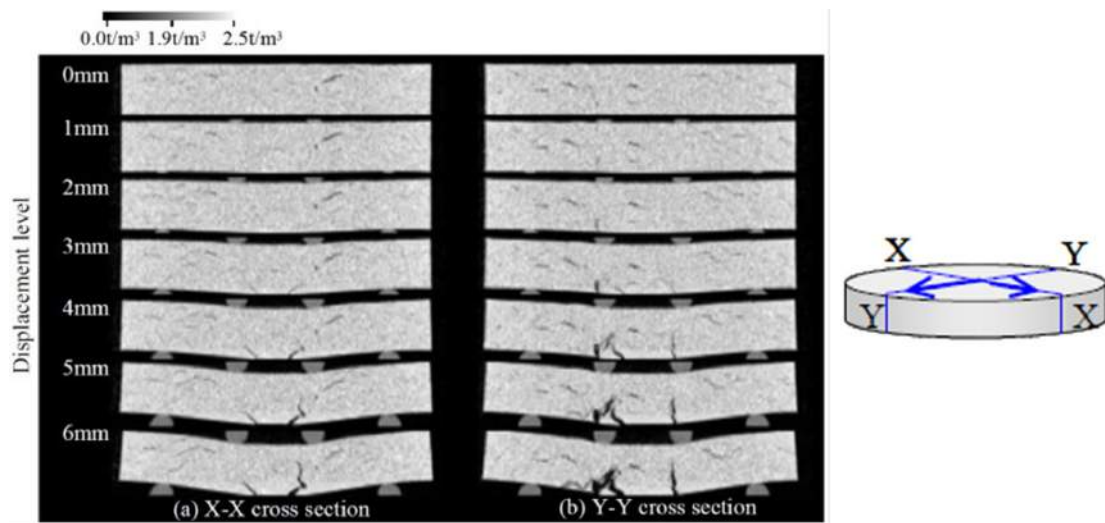


FIGURE 4.2: Coupes tomographiques verticales montrant l'évolution du réseau de fissures à différents niveaux de chargement [139].

Forsberg *et al.* [140] ont réalisé un essai de flexion trois points sur un échantillon de bois de dimensions $1,57 \times 3,42 \times 0,75 \text{ mm}^3$. L'échantillon a été imagé à différents niveaux de sollicitation au long du cycle de charge en flexion trois points jusqu'à rupture finale. Une séquence de coupes tomographiques médianes suivant la direction du chargement est présentée sur la figure 4.3. Les sous-figures 4.3 (a) et (b) correspondent à deux états de chargement avant rupture tandis que la sous-figure 4.3 (c) montre l'échantillon rompu.

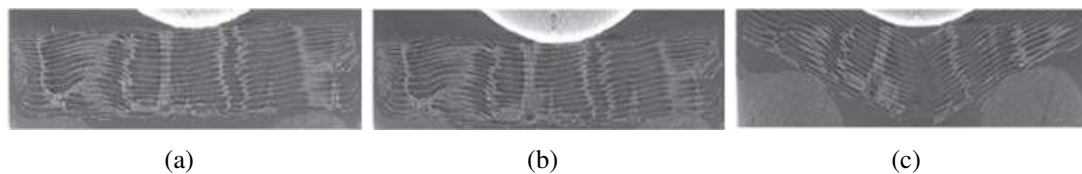


FIGURE 4.3: Séquence de coupes tomographiques montrant le processus de rupture du bois en flexion trois points [140].

Les auteurs ont associé les volumes reconstruits à la mesure de champ par corrélation d'images volumiques locale. Les figures 4.4 (a) et (b) illustrent respectivement le volume d'intérêt à l'état initial et déformé sur lequel l'analyse par DVC a été réalisée. Les champs de déplacement mesurés sont montrés sur les figures 4.4 (c) et (d). L'apparition

d'une bande de compression et de tension respectivement dans la région supérieure et inférieure, séparées par une bande neutre dans le milieu (figure 4.4 (c)) est en accord avec ce qui est attendu pour un échantillon soumis à de la flexion trois points. L'analyse par corrélation d'images volumiques est basée sur des sous-volumes de taille 64^3 voxels (correspondant à $0,224 \times 0,224 \times 0,112 \text{ mm}^3$) avec une séparation de 32 voxels entre les sous-volumes. Cette étude a montré la faisabilité de la mesure de champ de déplacements tridimensionnels sur le bois à l'échelle microscopique.

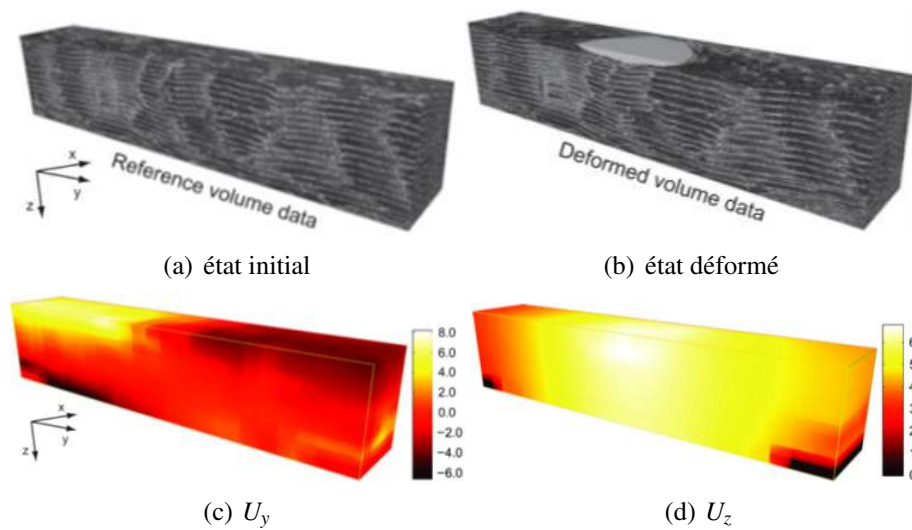


FIGURE 4.4: Rendus 3D de la région d'intérêt (a) état de référence (b) état déformé. (c) et (d) présentent respectivement les champs de déplacement U_y et U_z exprimés en μm [140].

Récemment, Brault *et al.* [141] ont développé un dispositif expérimental de flexion *in-situ*. Ils ont réalisé des essais de flexion trois points sur des échantillons de composite carbone/époxyde de taille $50 \times 20 \times 4 \text{ mm}^3$. Afin d'augmenter le contraste dans la structure du composite, les auteurs ont ajouté des particules du cuivre qui servent de marqueurs. Les résultats de mesure à deux niveaux de charge ($F = 2400 \text{ N}$ et $F = 3700 \text{ N}$) sont illustrés en trois positions dans l'épaisseur du spécimen (0,8 mm, 1,8 mm et 2,3 mm, figure 4.5). D'après les auteurs l'incertitude de mesure est de l'ordre de 0,04 voxel, elle peut augmenter à la proximité des supports. L'exploitation des acquisitions tomographiques par DVC a mis en évidence les effets de cisaillement transversal qui apparaissent lors de l'essai de flexion dans les matériaux composites.

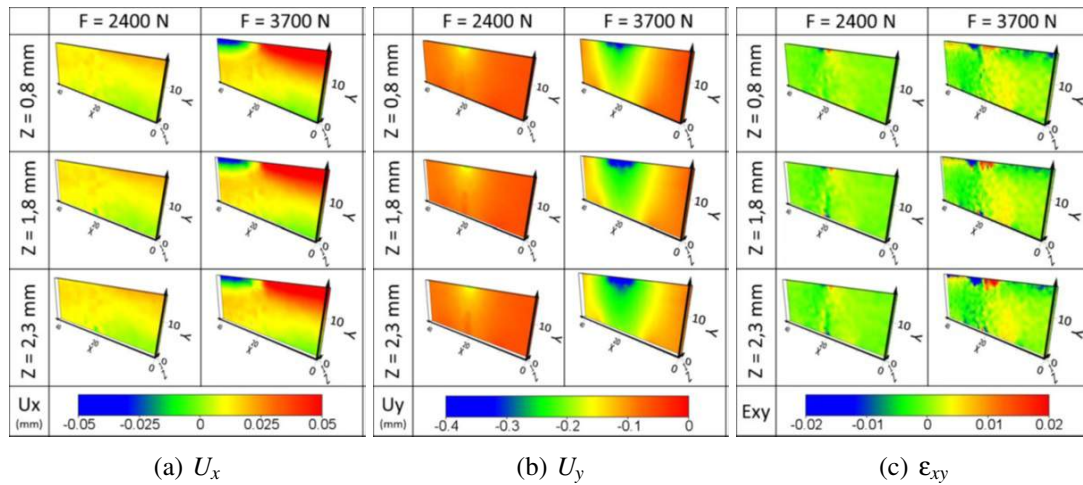


FIGURE 4.5: Flexion trois points d'un composite carbone/époxyde (a) champ de déplacement longitudinal, (b) champ de déplacement transversal, (c) champ de déformation de cisaillement. Les champs de déplacement sont exprimés en mm [141].

L'étude bibliographique a montré que les essais de flexion *in-situ* sont très peu réalisés dans la littérature. Les travaux précédemment publiés montrent que la corrélation d'images volumiques locale a été employée pour estimer les champs de déplacement et de déformation. Dans la suite de ce chapitre une méthodologie complète d'analyse des essais de flexion trois et quatre points *in-situ* sera proposée. L'objectif est de : (i) réaliser des expériences de flexion *in-situ* afin de mieux comprendre le mécanisme de rupture de la plaque de plâtre en flexion, et (ii) confirmer le scénario de ruine proposé à partir des observations surfaciques du troisième chapitre. Après une description des différents expériences, le scénario de ruine de la plaque sera discuté en fonction des observations tomographiques et les résultats de mesure de champs volumiques par une approche globale régularisée.

4.2 Etude expérimentale

Les échantillons sont préparés à partir de plaques de plâtre industrielle. Les spécimens testés sont découpés à une taille est de $200 \times 13 \times 15 \text{ mm}^3$. Ils sont testés en flexion trois et quatre points *in-situ*. En flexion quatre points, la distance entre les appuis extérieurs est de 150 mm alors que la distance entre les deux appuis centraux est de 40 mm. Les appuis sont des cylindres de diamètre 16 mm usinés en PMMA. Le montage de flexion utilisé dans cette étude est présenté sur la figure 4.6. Il permet de tester deux éprouvettes à la fois en flexion trois ou quatre points. La partie centrale du montage

est dégagée de tout obstacle afin d'éviter l'obstruction des rayons X. Le chargement est appliqué manuellement en tournant les deux vis à oreilles de manière symétrique.

Les échantillons ont été imagés à l'état initial (*i.e.* sans chargement) et à plusieurs niveaux de chargement. Les expériences ont été menées sur le tomographe du LMT avec les paramètres d'acquisition suivants : l'énergie du faisceau est de 90 kV et le courant d'électrons est de 200 μA , la taille physique du voxel est de 25 μm . 900 radiographies sont obtenues au cours de 360° de rotation pour chaque acquisition. La durée totale d'une acquisition est d'environ 60 minutes.



FIGURE 4.6: Montage de flexion, la distance entre les appuis extérieurs est de 150 mm, la distance entre les deux appuis centraux est de 40 mm. Les appuis sont des cylindres de diamètre 16 mm.

4.3 Résultats expérimentaux

Dans la suite de ce chapitre, tous les résultats de mesure de champ sont issus de calculs de corrélation d'images volumiques régularisée, désignée par C8R-DVC. On ne présentera que le résultat final qui a été initialisé plusieurs fois avec des champs de déplacement avec un maillage grossier et une longueur de régularisation plus grande. Les différents champs de déplacement présentés correspondent aux déplacements totaux estimés par rapport à l'état initial. Deux tests de flexion quatre points *in-situ* ont été réalisés, le premier a été conduit sur un échantillon de la plaque « A » tandis que le second a été mené sur un échantillon de la plaque « B ». Deux essais de flexion trois points *in-situ* ont été également menés sur deux échantillons de la plaque « A ».

4.3.1 Flexion quatre points

Des essais de flexion quatre points *ex-situ* ont été tout d'abord réalisés sur quatre échantillons de plaque de plâtre avec des caractéristiques géométriques identiques à celles du montage manuel (figure 4.6). Les tests ont été menés avec une vitesse de déplacement de $2 \text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$. La figure 4.7 montre les courbes force-déplacement obtenues. L'objectif à travers les essais de flexion *in-situ* est : (i) d'arriver à solliciter les échantillons via le montage manuel et réaliser une acquisition dans la partie élastique de la courbe où aucune fissure n'est observée, puis (ii) tenter d'enregistrer le maximum d'acquisitions tomographiques dans le régime non linéaire de la courbe afin de mieux décrire le processus de rupture de la plaque en flexion. Les acquisitions ont été effectuées avec une résolution de $25 \mu\text{m}$ afin d'analyser la quasi-totalité de la partie centrale de l'éprouvette (partie de l'éprouvette située entre les deux appuis centraux), les volumes ont été agrégés d'un facteur 1/2 dans toutes les directions. Dans la suite, le mécanisme de rupture de la plaque de plâtre en flexion quatre points sera discuté en fonction des différents champs de déplacement issus de la corrélation d'images volumiques.

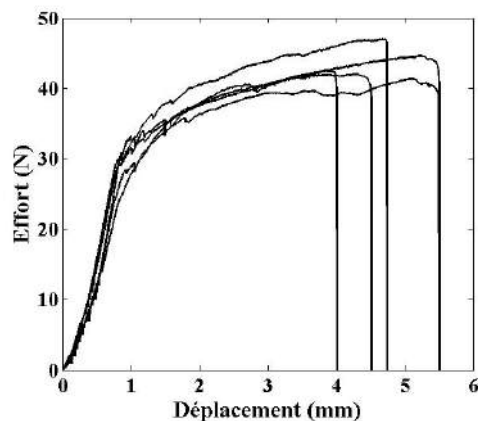


FIGURE 4.7: Courbes effort-déplacement en flexion quatre points *ex-situ* pour quatre éprouvettes de la plaque « A ».

Plaque « A »

L'échantillon a été imagé à trois niveaux de chargement, la figure 4.8 montre le volume analysé par C8R-DVC pour les différents scans réalisés. La région d'intérêt après agrégation des voxels a une taille de $720 \times 264 \times 240$ voxels ou $36 \times 13,2 \times 12$ mm. La taille des éléments C8 a été choisie égale à 12 voxels ou 0,6 mm. La longueur de régularisation est de 30 voxels ou 1,5 mm.

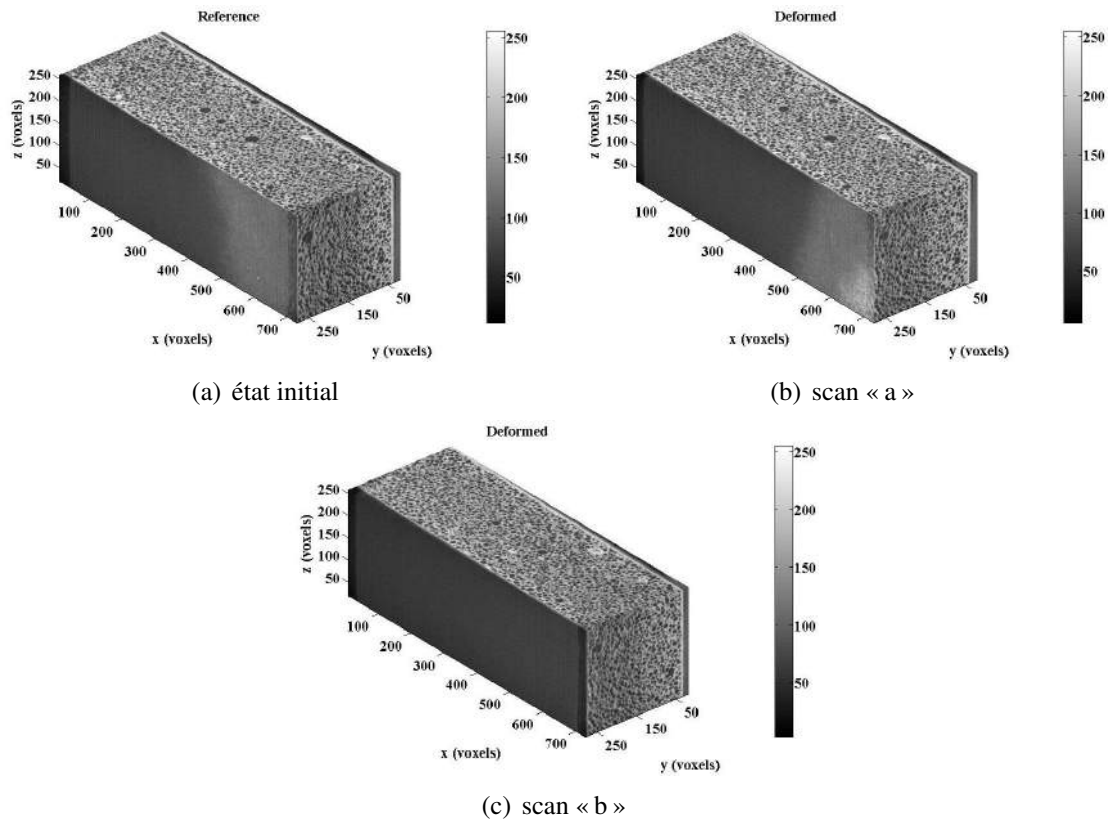
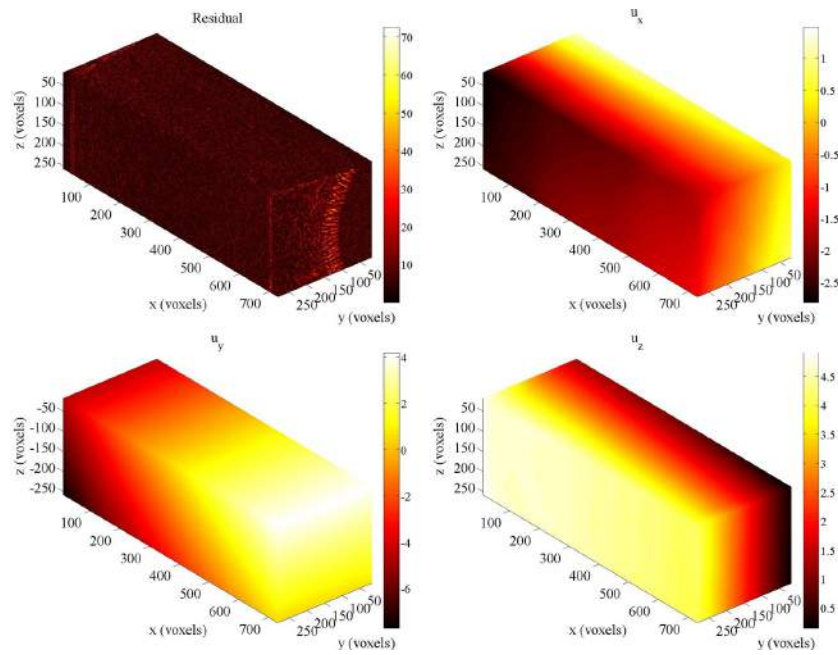


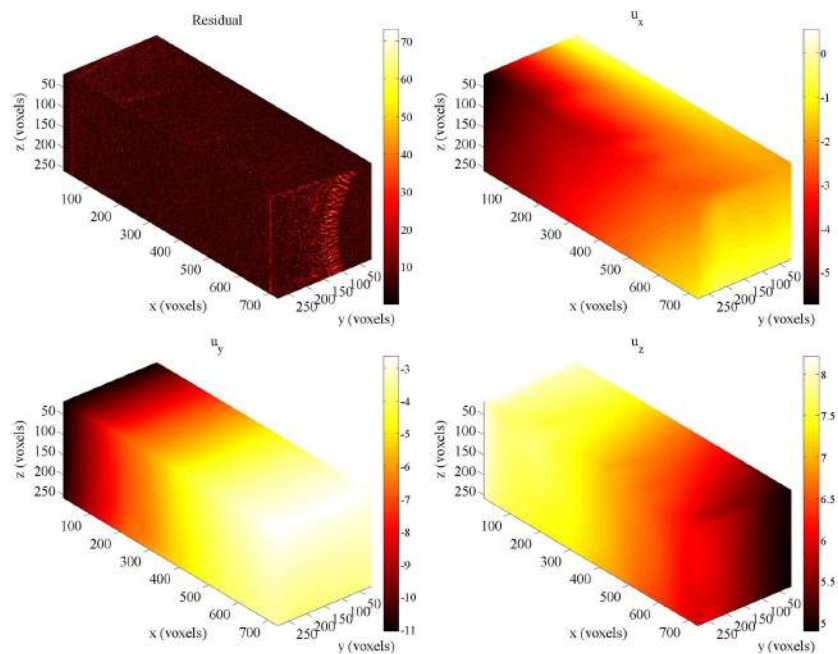
FIGURE 4.8: Rendus 3D montrant le volume analysé par C8R-DVC à différents niveaux de chargement. Les différents volumes sont exprimés en niveau de gris (NdG).

La figure 4.9 présente les champs de déplacement mesurés pour les scans « a » et « b ». Pour le scan « a », figure 4.9 (a), le régime élastique prédomine encore, les champs de déplacement ne montrent aucun signe de discontinuité. Sur le champ de résidus la limite du faisceau conique des rayons X est visible sur les côtés de l'échantillon dans le sens longitudinal (suivant x). Pour le scan « b », figure 4.9 (b), le champ de déplacement suivant la direction x (sens d'ouverture des fissures) présente des signes de discontinuité à plusieurs endroits le long de l'éprouvette. Ces discontinuités indiquent les endroits où les fissures sont apparues dans le cœur de la plaque. Une seule fissure a été détectée sur le champ de résidus, autour de $x = 150$ voxels là où le champ de résidus présente un maximum prononcé. Les artefacts liés au faisceau conique sont également observés sur les deux limites de la zone analysée. Le résidu de corrélation moyen est de l'ordre de 2,60% pour le dernier scan. Ce faible niveau confirme la qualité de l'appariement. La figure 4.10 présente les champs de déformation axiale pour les deux scans « a » et « b ». Le réseau de fissures est clairement observé sur les champs de déformation axiale pour les deux scans. On observe que les fissures ne se propagent pas dans toute l'épaisseur

de l'échantillon grâce à la présence du papier qui permet une dégradation progressive par multifissuration du cœur de la plaque.



(a) scan « a »



(b) scan « b »

FIGURE 4.9: Champs de déplacement U_x , U_y et U_z mesurés par C8R-DVC correspondant aux scans « a » et « b ». Les champs de déplacement sont exprimés en voxel (1 voxel $\leftrightarrow 50 \mu\text{m}$). Les champs de résidus sont exprimés en NdG.

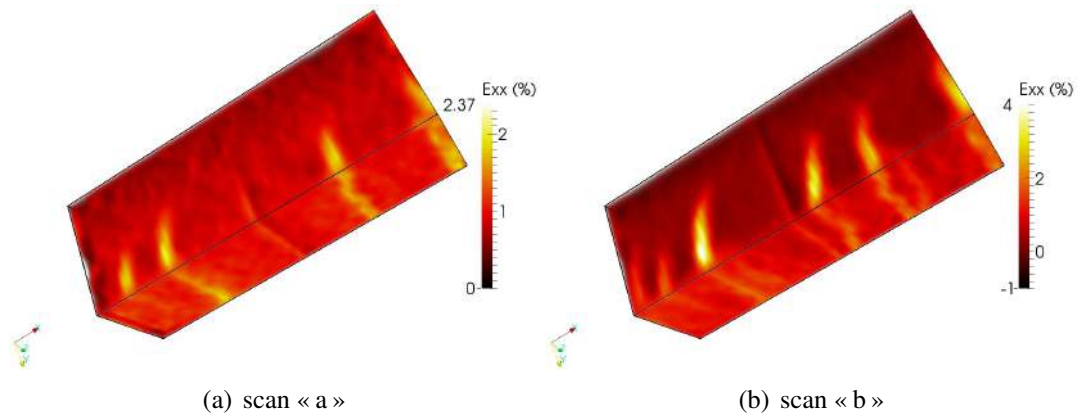


FIGURE 4.10: Rendus 3D des champs de déformation axiale « ϵ_{xx} » pour les deux scans.

Plaque « B »

Ce nouvel échantillon a été imagé à l'état initial puis à trois niveaux de sollicitation. La figure 4.11 montre le volume analysé par DVC pour les différents scans réalisés. La région d'intérêt après agrégation de voxels a une taille de $792 \times 192 \times 192$ voxels ou $39,6 \times 9,6 \times 9,6$ mm. La taille des éléments C8 a été choisie égale à 12 voxels ou 0,6 mm. La longueur de régularisation est de 30 voxels ou 1,5 mm.

Les différents volumes illustrés sur la figure 4.11 ont été exploités par C8R-DVC. Les résultats obtenus sont présentés sur les figures 4.12 et 4.13. Pour le scan « a », figure 4.12 (a), l'échantillon est sollicité dans le domaine élastique. Les champs de déplacement ne montrent aucun signe de discontinuité et le champ de résidu est homogène dans tout le volume (résidu moyen normé = 2,57 %). Pour le scan « b », figure 4.9 (b), le champ de déplacement longitudinal (U_x) présente de multiples discontinuités le long de l'éprouvette. Ces discontinuités sont plus prononcées pour le scan « c ». Les champs de résidus des scans « b » et « c » sont homogènes dans tout le volume analysé. Le résidu moyen normé pour le dernier scan est de l'ordre de 2,65 %. L'évolution du réseau de fissures est nettement observée sur la figure 4.14. L'échantillon avant rupture (figure 4.14 (c)) présente de multiples fissures sensiblement perpendiculaire à l'axe principal de l'échantillon. On observe également que les fissures sont espacées d'une distance bien définie (de l'ordre de l'épaisseur de la plaque). Le réseau de fissures estimé à partir du seuillage des champs de déformation axiale du scan « c » est montré sur la figure 4.14 (d). L'ouverture des fissures est sous-estimée à cause de la longueur de régularisation qui égale deux fois et demi la taille des éléments C8 utilisés dans l'analyse par C8R-DVC. La régularisation mécanique a tendance à lisser les discontinuités du champ de déplacement ce qui induit une sous-estimation de l'ouverture des fissures.

A noter que dans les deux expériences discutées ci-dessus les champs de résidus (à l'exception de la figure 4.9 (b)) ne montrent pas de traces de fissures car elles sont peu ouvertes. Les discontinuités sur les champs de déplacement sont également moins visibles en les comparant avec les résultats obtenus par CIN (voir chapitre 3). Cela est lié à l'effet de la régularisation mécanique sur les champs de déplacement (lissage). Un exemple illustrant cet effet sera présenté dans le paragraphe suivant. Insistons sur le fait que les observations tomographiques seules ne permettent pas de déduire le mécanisme de rupture de la plaque de plâtre en flexion. L'apport de la corrélation d'images volumique est crucial afin d'analyser finement les tests de flexion *in-situ*. Les résultats de deux tests détaillés ci-dessus sont en accord avec le mécanisme de rupture de la plaque proposé dans le troisième chapitre à partir des mesures de champs surfaciques.

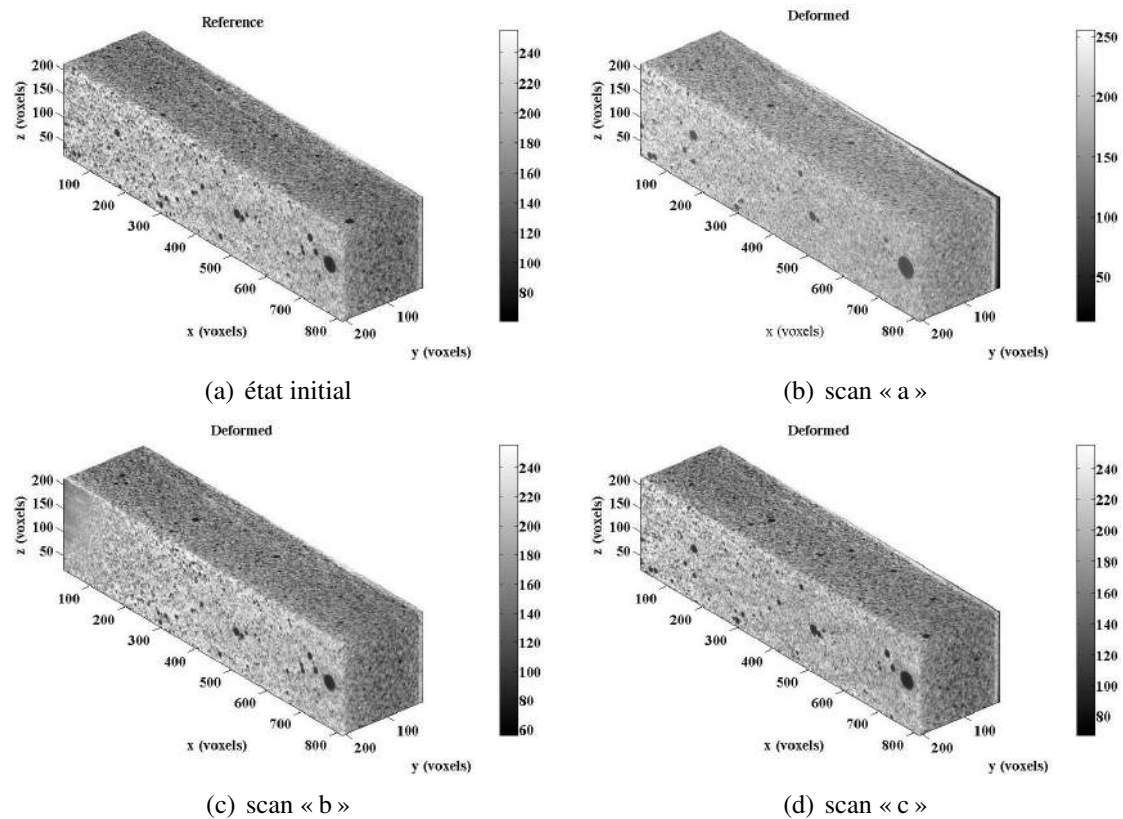
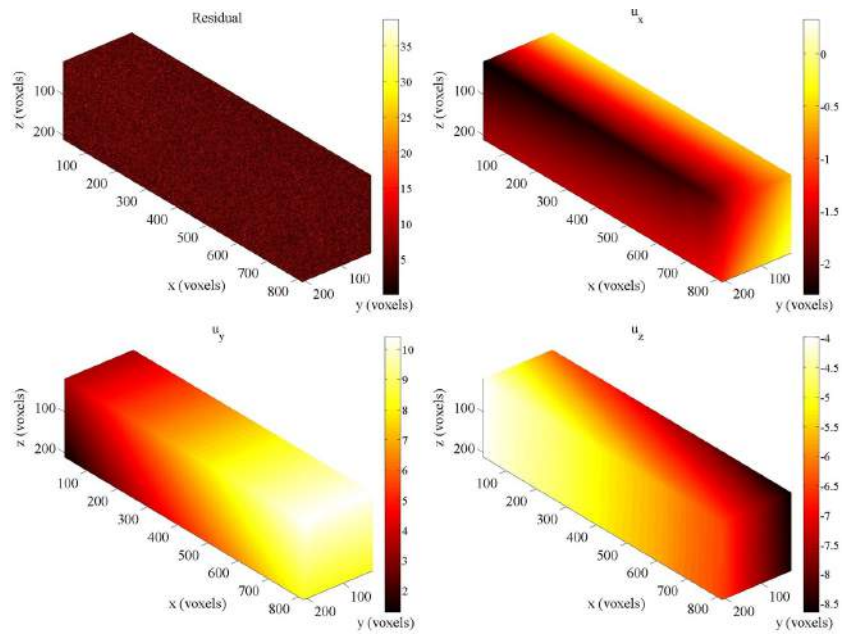
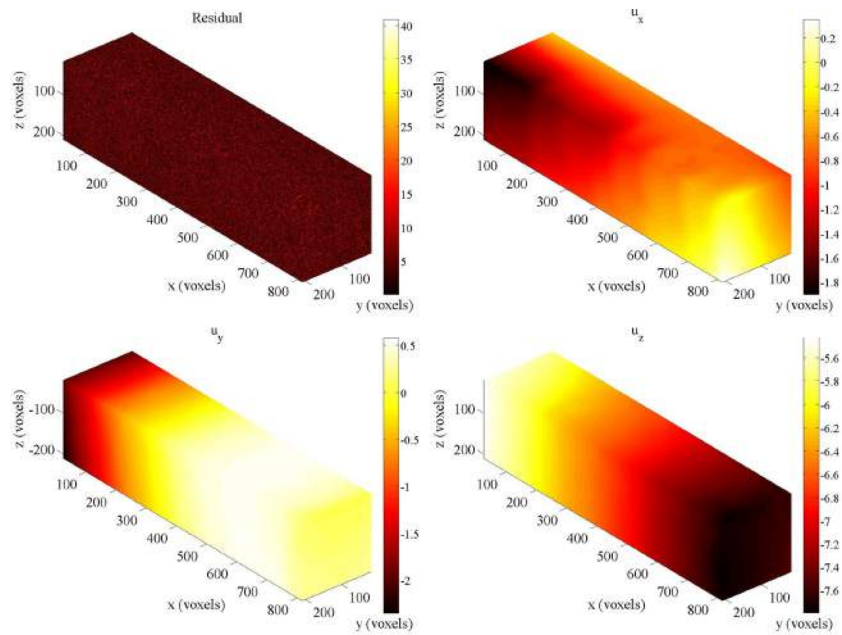


FIGURE 4.11: Rendus 3D montrant la zone analysée par C8R-DVC à différents niveaux de chargement. Les différents volumes sont exprimés en NdG.

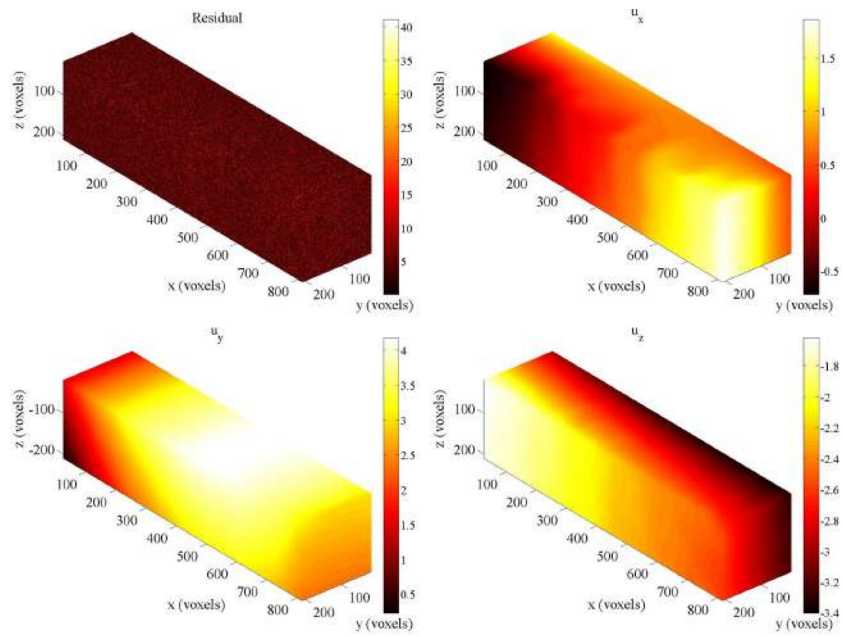


(a) scan « a »



(b) scan « b »

FIGURE 4.12: Champs de déplacement mesurés par C8R-DVC correspondant aux scans « a » et « b ». Les champs de déplacement sont exprimés en voxel (1 voxel \leftrightarrow 50 μ m). Les champs de résidus sont exprimés en NdG.



(a) scan « c »

FIGURE 4.13: Champs de déplacement mesurés par C8R-DVC correspondant au scan « c ». Les champs de déplacement sont exprimés en voxel (1 voxel \leftrightarrow 50 μm). Les champs de résidus sont exprimés en NdG.

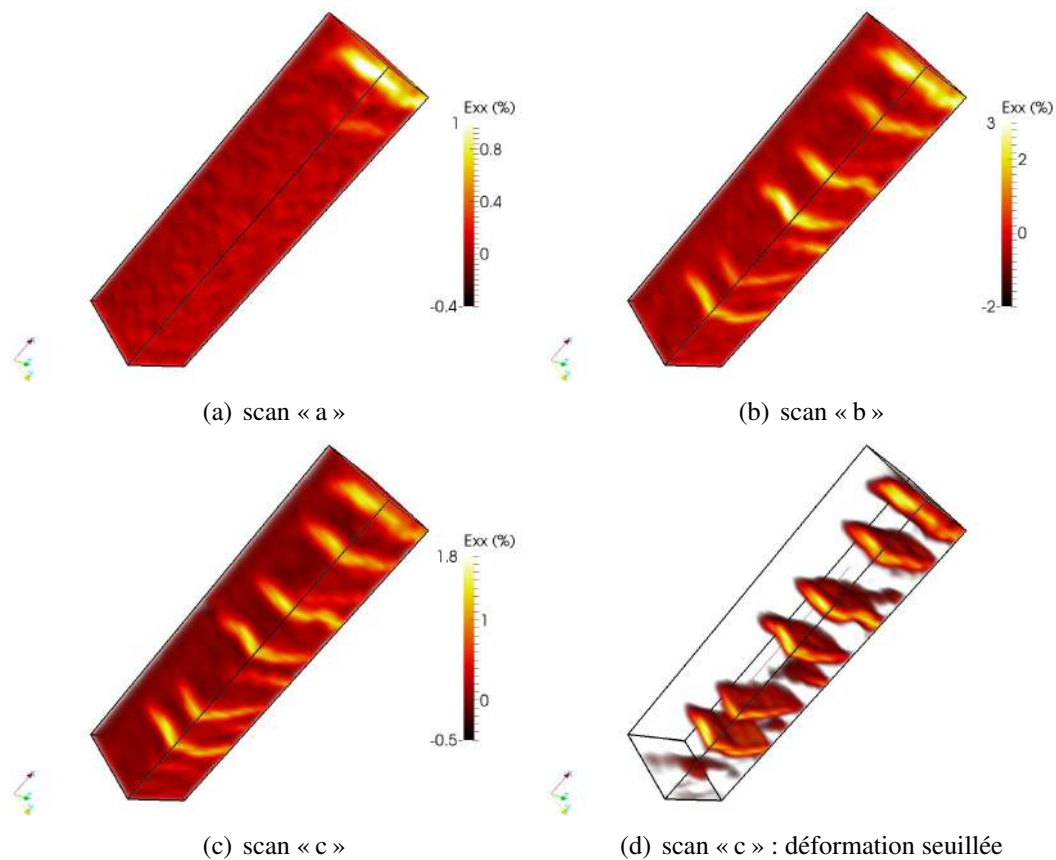


FIGURE 4.14: Les sous-figures (a), (b) et (c) montrent des rendus 3D de champs de déformation axiale « ϵ_{xx} » à différents niveaux de chargement. (d) Champ de déformation axiale seuillé (scan « c »).

4.3.2 Flexion trois points

Sur la figure 4.15 sont montrées les courbes effort-déplacement obtenues en flexion trois points *ex-situ* sur dix éprouvettes de plaques de plâtre de taille $200 \times 13 \times 15 \text{ mm}^3$. Les expériences ont été conduites avec les mêmes caractéristiques géométriques que le montage de flexion *in-situ* (figure 4.6). Les specimens ont été sollicités à une vitesse de déplacement de $2 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$. L'objectif des essais de flexion trois points *in-situ* qui seront présentés dans les parties suivantes est d'acquérir le maximum possible de scans au long de l'essai afin de mieux décrire le processus de rupture notamment dans la partie non linéaire.

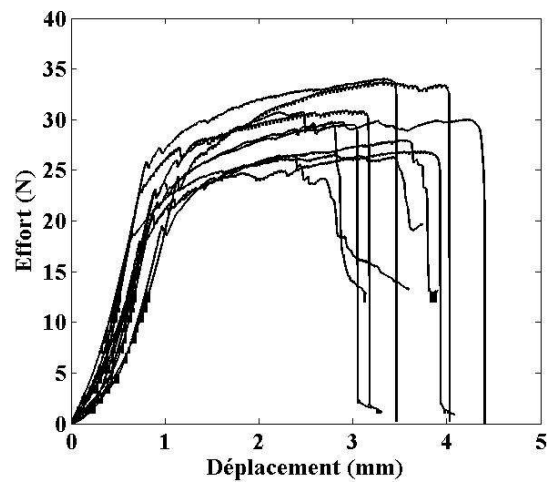


FIGURE 4.15: Courbes effort-déplacement en flexion trois points *ex-situ* pour dix éprouvettes de plaque « A ».

Deux essais de flexion trois points *in-situ* ont été réalisés sur des échantillons de la plaque « A ». Le premier a été mené sur le montage déjà montré dans la section précédente. Afin d'améliorer l'ancien montage et atténuer certaines imperfections expérimentales telles que le parallélisme des deux éprouvettes et l'apparition d'un mode de torsion au cours du chargement, un nouveau montage a été conçu (figure 4.16). Le deuxième test est mené en utilisant ce nouveau montage dont le chargement est appliqué manuellement en tournant les deux vis à oreilles. L'échantillon testé a une taille de $90 \times 13 \times 15 \text{ mm}^3$.

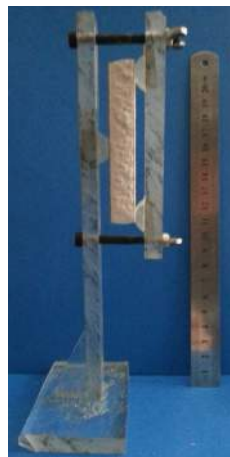


FIGURE 4.16: Nouveau montage de flexion trois points, la distance entre les deux appuis extérieurs est de 80 mm. Les appuis sont des demi-cylindres de diamètre 16 mm.

Le premier échantillon a été imagé à l'état initial puis à trois niveaux de chargement (*i.e.* scans « a », « b » et « c ») à une résolution de $25 \mu\text{m}$. La figure 4.17 montre une séquence de coupes tomographiques médianes illustrant le processus de rupture de l'éprouvette. Les zones encadrées sur la partie centrale de l'éprouvette délimitent la zone analysée par C8R-DVC. Le volume d'intérêt analysé a une taille de $492 \times 420 \times 372$ voxels ou $12,3 \times 10,5 \times 9,3 \text{ mm}^3$. La taille des éléments C8 a été choisie égale à 12 voxels ou $0,3 \text{ mm}$. La longueur de régularisation est de 20 voxels ou $0,5 \text{ mm}$.

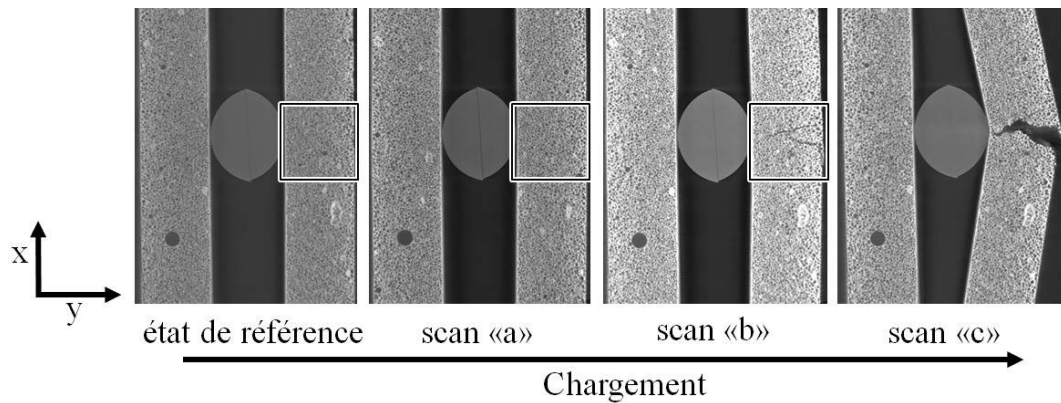


FIGURE 4.17: Coupes tomographiques médianes montrant le processus de rupture en flexion trois points.

Les figures 4.18 et 4.19 présentent respectivement les résultats de mesure de champ pour les scans « a » et « b ». Pour le scan « a », figure 4.18, les champs de déplacement U_x et U_y présentent des discontinuités dans la zone centrale du volume analysé. Sur le champ de résidus, deux fissures sont visibles dans la partie tendue de l'éprouvette. Sur la figure 4.19 ces discontinuités sont amplifiées à cause de l'ouverture des fissures en traction. Un saut de déplacement est nettement observé sur les trois champs de déplacement. Contrairement aux essais de flexion quatre points les fissures se dirigent vers l'appui central. Elles traversent la quasi-totalité de l'épaisseur de la plaque. Sur le champ de résidus de la figure 4.19 en plus des fissures en mode *I* qui sont bien détectées, des fissures en mode *II* semblent être apparues à l'interface papier tendu-plâtre ($x \approx 400$ voxels). Les figures 4.20 (a) et (b) présentent respectivement les champs de résidus seuillés pour les scans « a » et « b », les deux figures nous donnent une description satisfaisante de l'apparition et le développement des fissures dans la partie tendue de l'échantillon. Elles confirment également l'existence de fissures de délaminage entre le papier tendu et le plâtre.

Afin d'illustrer l'effet de la régularisation mécanique sur les champs de déplacement mesurés, le résultat montré sur la figure 4.19 (avec une longueur de régularisation de 20 voxels) a été exploité comme champ de déplacement initial pour un calcul non

régularisé. Le résultat obtenu est présenté en figure 4.21 (b). En comparant les deux champs de déplacement on voit que le calcul non régularisé présente plus de bruit. Par contre il permet une description nettement plus fine de la trajectoire des fissures.

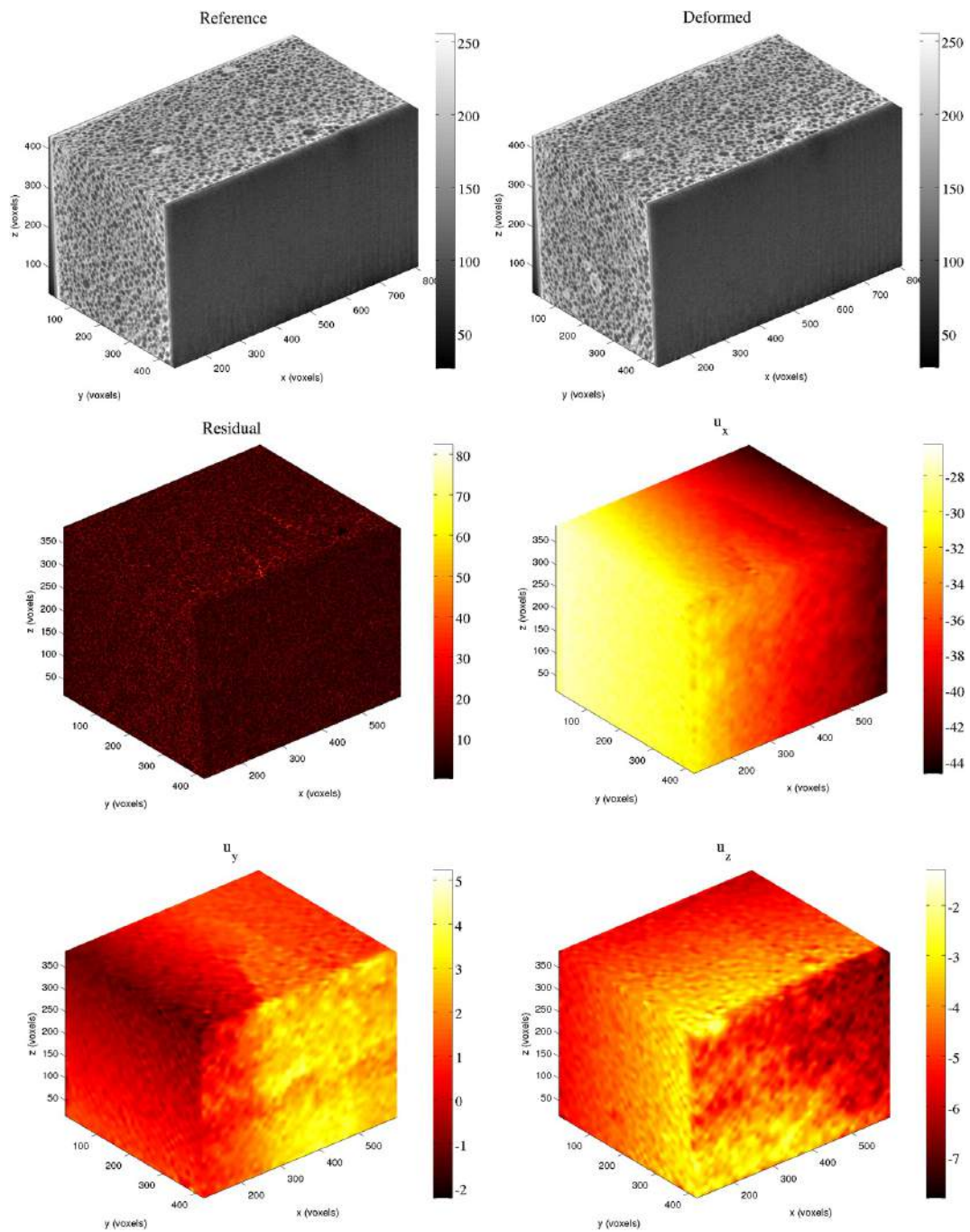


FIGURE 4.18: Champs de déplacement mesurés par C8R-DVC correspondant au scan « a ». Les champs de déplacement sont exprimés en voxel (1 voxel \leftrightarrow 25 μ m). Le volume de référence, volume déformé et le champ de résidus sont exprimés en NdG.

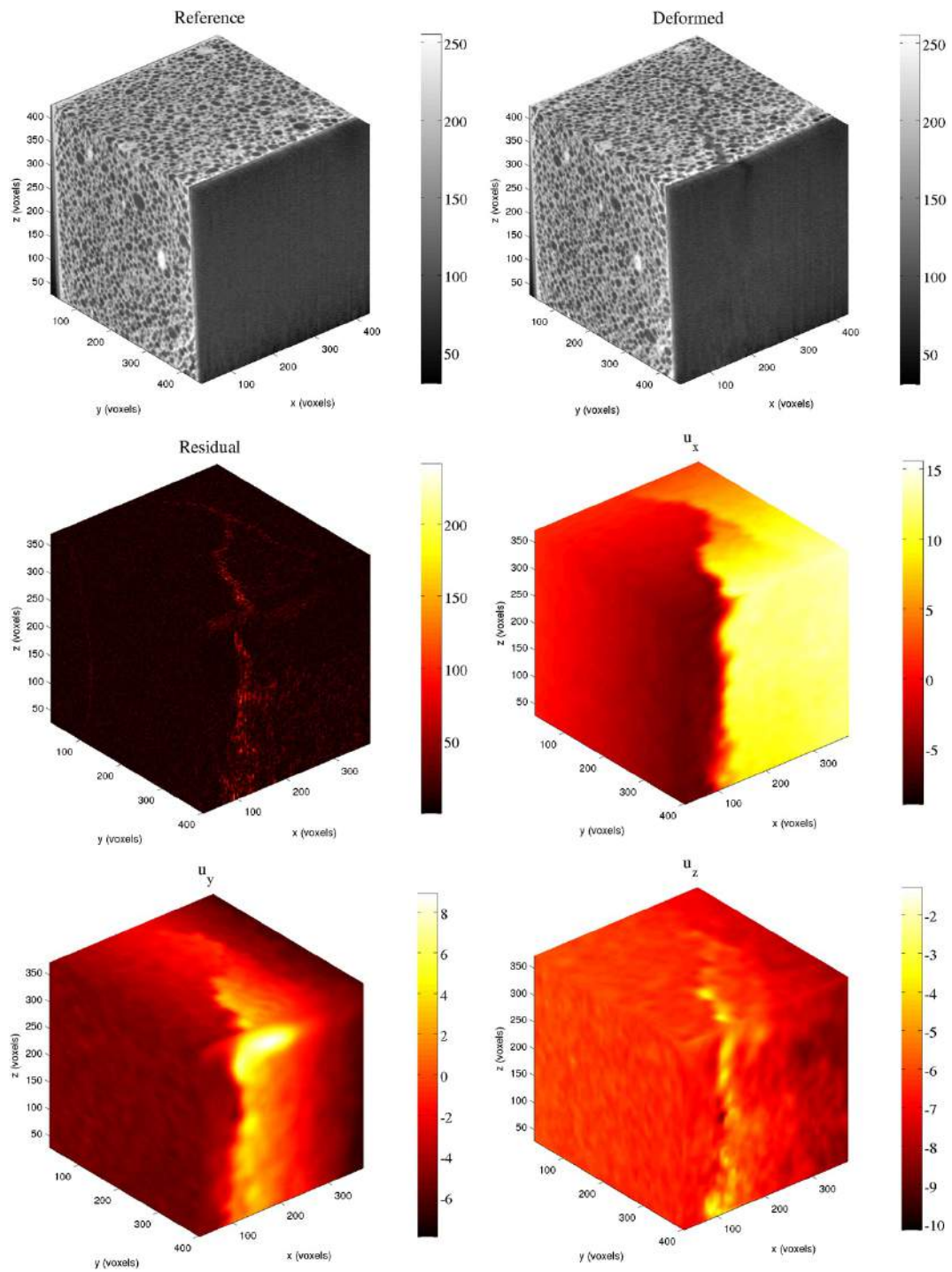


FIGURE 4.19: Champs de déplacement mesurés par C8R-DVC correspondant au scan « b ». Les champs de déplacement sont exprimés en voxel (1 voxel \leftrightarrow 25 μm). Le volume de référence, volume déformé et le champ de résidus sont exprimés en NdG.

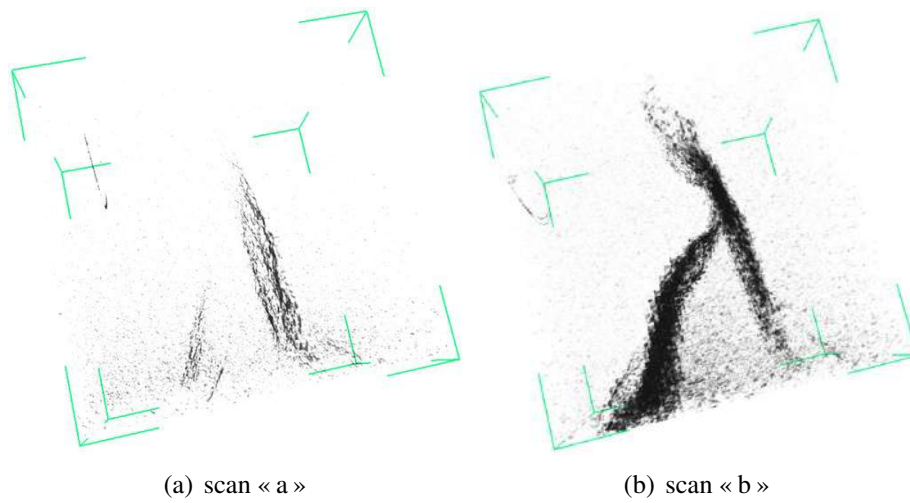


FIGURE 4.20: Champs de résidus seuillés montrant le développement de réseau de fissures en flexion trois points.

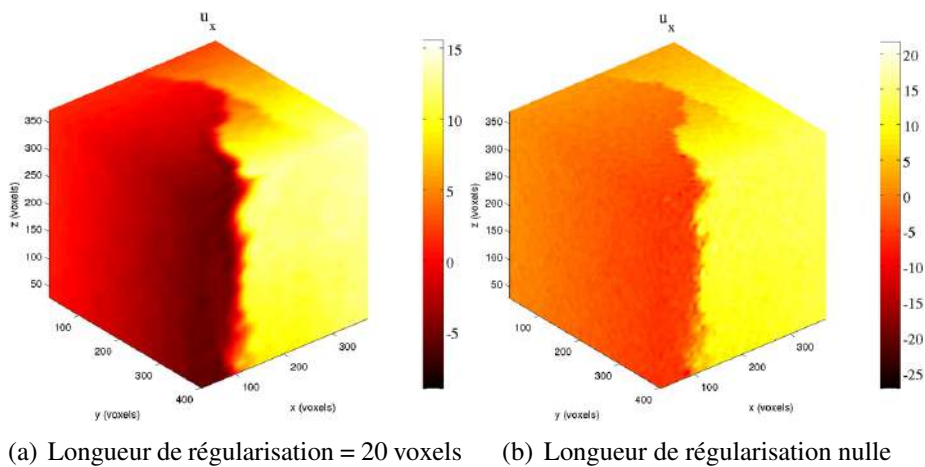


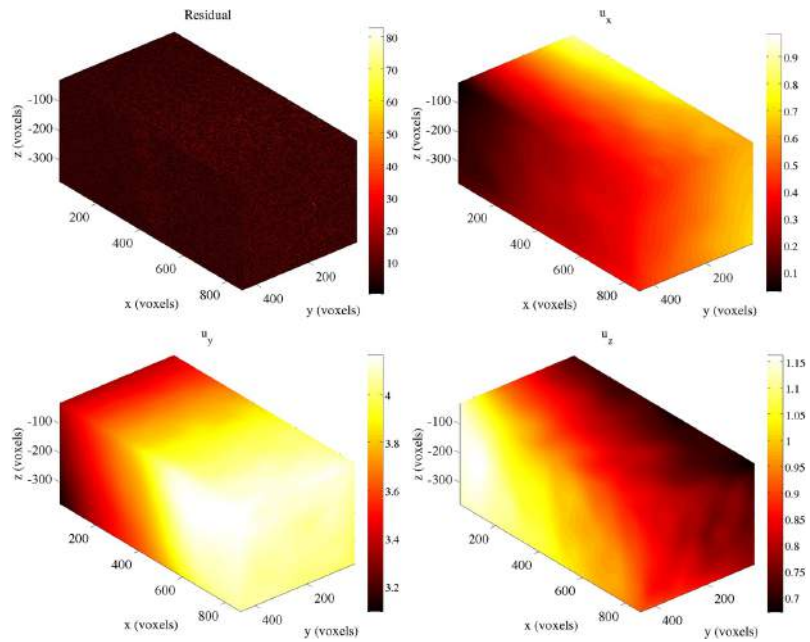
FIGURE 4.21: Effet de la régularisation mécanique sur les champs de déplacement mesurés. Le champ de déplacement montré en (b) a été initialisé avec celui montré en (a).

Le second échantillon a été imagé à l'état initial puis à quatre niveaux de chargement (*i.e.* scans « a », « b », « c » et « d ») à une résolution de $25 \mu\text{m}$. On a choisi d'analyser

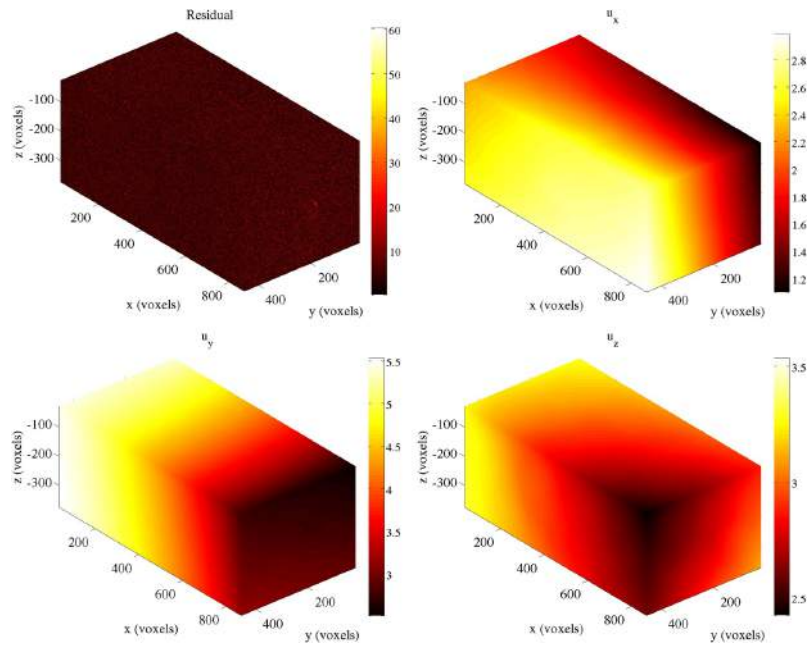
que la moitié de l'éprouvette afin de mettre en évidence l'apparition de fissures de délaminage entre le papier tendu et le cœur de la plaque. Le volume d'intérêt analysé par C8R-DVC a une taille de $840 \times 444 \times 348$ voxels ou $21 \times 11,1 \times 8,7$ mm³. La taille des éléments C8 a été choisie égale à 12 voxels soit 0,3 mm. La longueur de régularisation est de 20 voxels, soit 0,5 mm.

Les figures 4.22 et 4.23 montrent respectivement les résultats de mesure de champ pour les scans « a », « b », « c » et « d ». Pour les scans « a » et « b », figure 4.22, le régime élastique prédomine encore, aucune fissure n'a été détectée. Pour le scan « c », figure 4.23 (a), la première fissure est apparue dans le cœur de la plaque. Le champ de déplacement longitudinal, U_x , présente une discontinuité prononcée autour de $x = 100$ voxels. Cette fissure est détectée également sur le champ de résidus. Au dernier scan, figure 4.23 (b), l'échantillon juste avant rupture montre de multiples fissures dont la plupart a été déchargée (*i.e.* refermées). La fissure dominante qui conduit à la rupture finale de l'échantillon est observée sur les différents champs de la figure 4.23 (b).

Des coupes dans le champ de résidus au scan « d » à différentes positions de la largeur de l'échantillon sont présentées sur la figure 4.24. Contrairement aux essais de flexion quatre points, les différentes coupes montrent que le cœur de la plaque présente des formes de fissures variables dans la largeur de l'échantillon. On passe d'une seule fissure avec un délaminage très prononcé à $z = 10$ voxels à une coalescence de multiples fissures à $z = 320$ voxels où le délaminage entre le papier et le plâtre est moins développé.

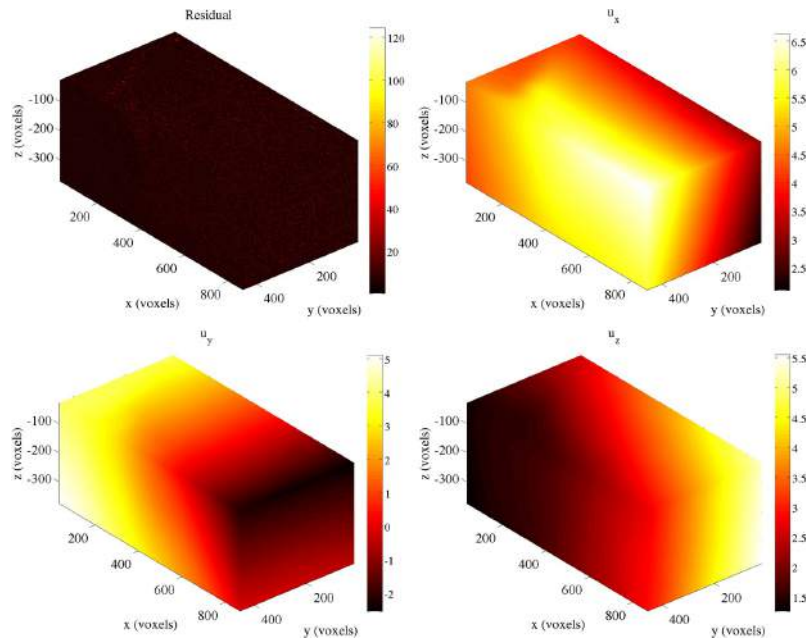


(a) scan « a »

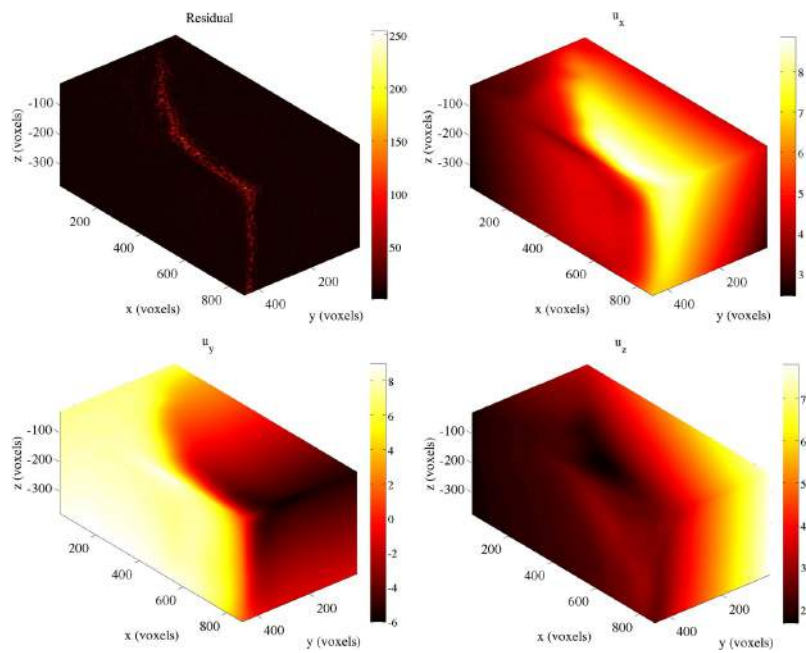


(b) scan « b »

FIGURE 4.22: Champs de déplacement mesurés par C8R-DVC correspondant aux scans « a » et « b ». Les champs de déplacement sont exprimés en voxel (1 voxel \leftrightarrow 25 μm). Le volume de référence, volume déformé et le champ de résidus sont exprimés en NdG.



(a) scan « c »



(b) scan « d »

FIGURE 4.23: Champs de déplacement mesurés par C8R-DVC correspondant aux scans « c » et « d ». Les champs de déplacement sont exprimés en voxel (1 voxel \leftrightarrow 25 μm). Le volume de référence, volume déformé et le champ de résidus sont exprimés en NdG.

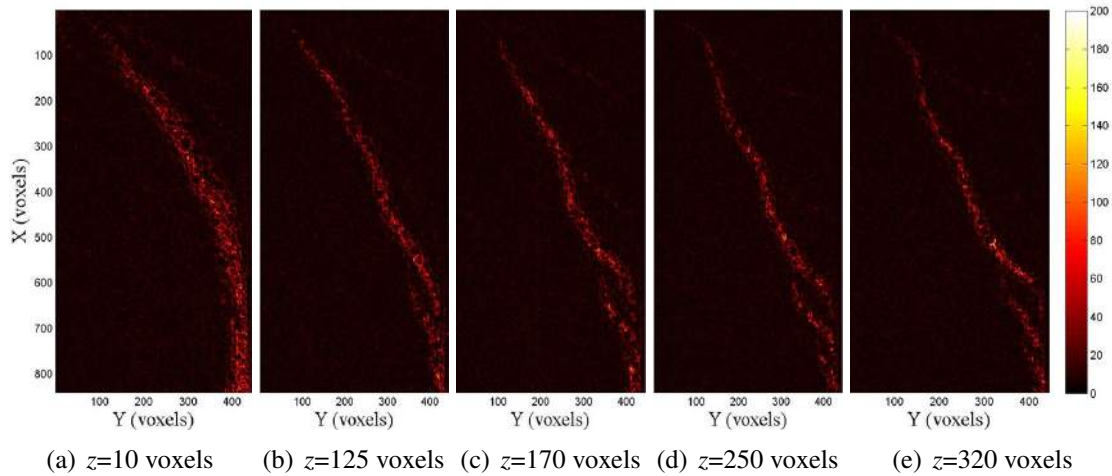


FIGURE 4.24: Séquence de coupes tomographiques dans le champ de résidus du scan « d » montrant le réseau de fissures à différents plans dans la largeur d'échantillon.

4.4 Conclusions

Des essais de flexion trois et quatre points *in-situ* ont été effectués sur des échantillons de plaques de plâtre jusqu'à rupture. Grâce à l'association des observations tomographiques, à la corrélation d'images volumiques régularisée le mécanisme de rupture de la plaque en flexion a été identifié. L'analyse des différents tests a permis de confirmer le mécanisme de ruine déjà déduit à partir d'observations surfaciques. La fissuration du cœur est détectée comme le phénomène précoce dans le scénario de ruine. La présence du papier autorise une dégradation progressive de la rigidité de la plaque par multifissuration du cœur. Les résultats obtenus dans ce chapitre confirment en particulier l'apparition de fissures en mode *II* (délaminage) entre le papier tendu et le cœur de la plaque. Ces observations permettent encore une fois d'affirmer que le comportement mécanique de la plaque de plâtre en flexion est régi essentiellement par les propriétés mécaniques du papier et de la qualité de l'interface papier-plâtre.

Dans ce chapitre il a été montré qu'afin d'analyser finement les différents tests l'utilisation de la corrélation d'images volumiques comme outil expérimental est indispensable. Les résultats des essais *in-situ* sont en parfait accord avec le mécanisme de rupture de la plaque proposé dans le troisième chapitre à partir de mesures de champs surfaciques. Dans certains tests discutés dans ce chapitre (*i.e.* essais de flexion quatre points), la détection des fissures via l'analyse des champs de résidus seuls n'est pas possible. Nous insistons sur le fait que l'analyse fine des champs de déplacement notamment celui de la direction d'ouverture des fissures peut fournir des informations

précieuses sur le réseau de fissures. Ce dernier est également observable sur les champs de déformation.

Chapitre 5

Essai d'arrachement « Nail pull test »

Afin de concevoir des panneaux de gypse légers notamment pour le marché nord-américain, la compréhension de l'essai d'arrachement est un point clé. Dans ce chapitre on discute du mécanisme de rupture de la plaque de plâtre lors d'un essai d'arrachement. Grâce aux tests in-situ réalisés dans un dispositif de tomographie, nous avons pu comprendre la phénoménologie de ce test sur des plaques allégées. Les observations tomographiques in-situ montrent que la rupture de la plaque se produit après 4 grandes étapes : une première étape de « réponse quasi-élastique », dans laquelle le plâtre et le papier sont sollicités dans leur domaine d'élasticité. La deuxième étape, caractérisée par la rupture de la pente de la courbe d'arrachement, correspond à la rupture du roller coating. Un léger compactage du cœur de la plaque est observé à ce stade. Cette légère compaction est le facteur critique dans le mécanisme de ruine car elle induit la rupture du papier supérieur par cisaillement. La troisième étape correspond à la « compaction du cœur », une forte densification de la plaque sous la tête du clou est observée. Enfin une quatrième étape « rupture du cœur par fissuration », l'étape de compaction conduit à la rupture finale de la plaque par fissuration sous forme d'un cône. La suite de ce chapitre consiste à détailler le protocole expérimental utilisé dans cette étude. Le scénario de ruine de la plaque est discuté en fonction de la courbe d'arrachement et des observations tomographiques in-situ pour les différents tests menés.

5.1 Caractérisation mécanique de la plaque de plâtre

L'industrie du gypse étant très concurrentielle, chaque producteur cherche à fournir des produits de meilleure qualité à moindre coût. Avec l'augmentation des prix du carburant, les efforts ont redoublé pour réduire la consommation d'énergie dans le processus de fabrication de la plaque. La direction la plus évidente pour réduire les coûts de fabrication est la réduction du poids de la plaque. Ceci peut être accompli grâce à une utilisation réduite du gypse, tout en augmentant la quantité de vides d'air cellulaires dans la pâte du plâtre en y introduisant une porosité maîtrisée. L'allègement des plaques de plâtre, outre leur résistance mécanique, constitue un enjeu capital. Afin d'alléger la plaque de plâtre, il est courant d'introduire de l'air dans la pâte en ajoutant une mousse. La réduction de la densité des plaques de plâtres est recherchée pour son double intérêt économique : D'une part, elle permet d'alléger le produit et de faciliter ainsi son transport, et d'autre part, elle permet de surmonter la limitation de la cadence de production par la diminution de la demande en plâtre. En effet, la calcination du gypse exige du temps ce qui rend cette étape un élément limitant la vitesse de la ligne de production. La diminution de la demande en plâtre permet en outre de réduire les coûts de production liés à la cuisson. Ainsi, la réduction de la densité des plaques de plâtre permet de diminuer les coûts de transport, d'augmenter la vitesse de ligne et en même temps de diminuer les coûts de production. Cet allègement conduit malheureusement à un affaiblissement des propriétés mécaniques de la plaque. Les caractéristiques mécaniques des plaques de plâtre sont habituellement évaluées par la résistance en flexion du cœur, la dureté du cœur et la résistance en compression. D'une grande importance pratique est également la résistance qu'oppose la plaque de plâtre à l'enfoncement d'une tête de clou de 6,35 mm, ce qu'il est convenu d'appeler le « Nail Pull Test » ou résistance à l'arrachement. Les conditions de ce test sont décrites dans la norme ASTM C473-méthode B [1].

5.2 Résistance à l'arrachement

La norme américaine ASTM C 473-07 cadre les méthodes classiques pour les tests physiques des plaques de plâtre. Le Nail Pull ou essai d'arrachement est un essai décrit dans cette norme, visant à tester et quantifier la résistance à la perforation d'une plaque de plâtre par un clou et sa tête. Le diamètre de la tête du clou est fixé à $2,515 \pm 0,076$ mm et le diamètre de la tige à $6,350 \pm 0,127$ mm. Deux méthodes de perforation sont décrites : la première est réalisée à la main, avec un bras de levier, considérée à force constante (figure 5.1) ; la deuxième est réalisée sur une machine de traction/compression, à vitesse de déplacement du clou constante de 25 mm/min. La valeur donnée pour la résistance à l'arrachement est la force maximale atteinte alors que la tête du clou pénètre à travers la surface du panneau et le noyau. La norme améri-

caine ASTM C1396 « Standard Specification for gypse », indique une limite minimale à 343 N environ pour une plaque de 12,7 mm d'épaisseur.

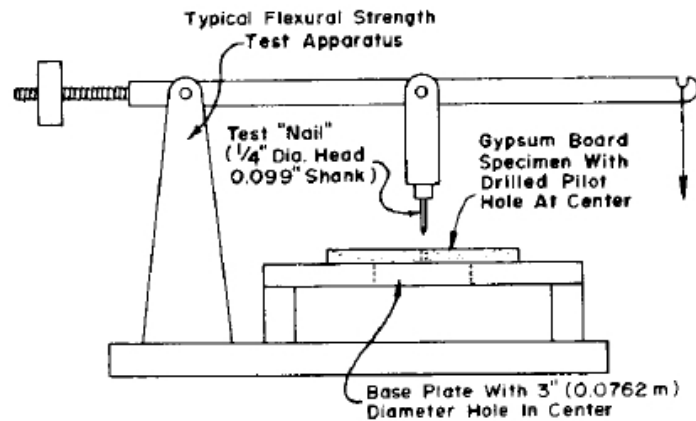


FIGURE 5.1: Essai d'arrachement à force constante (d'après la norme ASTM C 473-07).

Il est bien connu dans l'industrie du gypse que l'essai d'arrachement représente un obstacle important à d'autres avancées technologiques en matière de réduction des coûts de fabrication. En effet, la résistance à l'arrachement demeure la condition essentielle qui empêche une baisse sensible de la masse surfacique de la plaque de plâtre au-delà du niveau actuel qui est environ de 7,2 à 8,2 kg/m² pour une plaque de 12,7 mm d'épaisseur [3]. Il est important pour les producteurs de plaques de plâtre de connaître les mécanismes d'endommagement et de rupture de la plaque, lors d'un essai d'arrachement, pour satisfaire aux normes et minimiser le poids de la plaque. Un exemple de cette situation est décrit dans un article de Wenk [142]. Il a été montré que la plupart des exigences physiques pouvaient être atteintes relativement facilement à l'exception de la résistance à l'arrachement.

Dans un premier temps, il est nécessaire de faire le point sur les connaissances actuelles sur l'essai d'arrachement. Le but de cette partie est de décrire le niveau actuel de connaissance de l'essai d'arrachement dans l'industrie du plâtre. Il est noté dans cette étude que l'essai d'arrachement sur des plaques de plâtre allégées ne fait pas l'objet de nombreuses publications. Néanmoins, dans la littérature on trouve quelques articles qui ont tenté de décrire le mécanisme de rupture de la plaque de plâtre en essai Nail Pull.

Peterson [143] a proposé le scénario de ruine suivant : en premier lieu l'apparition des fissures radiales au bas de la plaque à une charge d'environ 130 N. La présence du papier inférieur empêche la rupture de la plaque. Ensuite, à une charge comprise entre 130 et 230 N une fissure circonférentielle d'un diamètre de 25 mm environ a été observée sur la face tendue de la plaque dans le noyau. Avec l'augmentation de la charge

cette fissure se propage ensuite de la partie inférieure de la plaque vers le bord de la tête du clou. Une nouvelle augmentation de la charge provoque une rupture par cisaillement, elle se produit immédiatement sous la tête du clou lorsque la charge maximale est atteinte (environ 360 N). Un résumé du mécanisme de rupture est présenté dans la figure 5.2. Ce mécanisme est difficile à concilier avec les observations pendant l'essai réel sur des plaques de plâtre et il est également en contradiction avec l'observation sur d'autres matériaux fragiles [3]. Pour ces matériaux, un cône est formé mais il se propage de haut vers le bas. Ce comportement a été confirmé pour les plaques de plâtre par les travaux effectués dans les laboratoires britanniques « Research Laboratories of British Plasterboard ».

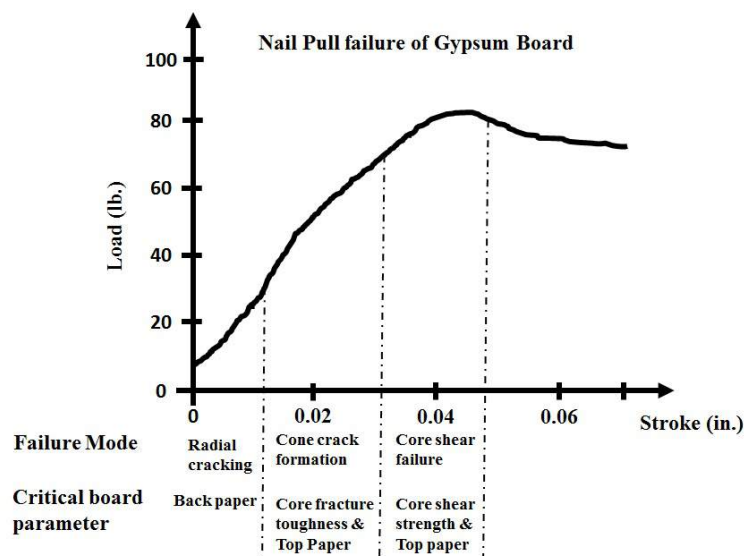


FIGURE 5.2: Courbe d'arrachement montre les principales étapes de la rupture (d'après [143]).

Byford *et al.* [144] ont également décrit l'essai d'arrachement. L'objectif principal de cette étude était de mieux comprendre le mécanisme de rupture de plaques de plâtre en comparant deux types de plaques industrielles nommées respectivement « A » et « B » différentes de celles de cette étude. Une série de tests d'arrachement a été effectuée sur les deux types de plaques. La figure 5.3 montre la différence de porosité à l'échelle macroscopique entre les deux plaques testées. Afin de bien caractériser les étapes de la rupture alors que le clou a été tiré à travers les plaques, il a été décidé que les tests de Nail Pull interrompus seraient réalisés à des déplacements interrompus de 1/4, 1/2 et 3/4 de l'épaisseur de la plaque soit 3,4 mm, 6,8 mm et 10,2 mm. Dans cette étude Byford *et al.* [144] ont proposé le scénario de ruine suivant : jusqu'à 0,5 mm de déplacement la plaque ne subit que des déformations élastiques. Ensuite, une phase de compaction

de la partie supérieure du noyau associée avec de l'endommagement et du déchirement du papier supérieur a été observée. La compaction de la partie supérieure du cœur est considérée comme le facteur critique dans le mécanisme de rupture. À 1,25 mm de déplacement le papier n'est pas encore rompu. Le processus de compaction se poursuit le long du plateau, à 3,4 mm de déplacement aucune fissure n'a été observée dans l'échantillon. La rupture de l'échantillon se produit par l'apparition de fissures de cisaillement avec une baisse significative de la charge appliquée. L'échantillon sollicité à 6,8 mm de déplacement montre des signes de fissuration après compaction. Des essais avec suppression du papier inférieur révèlent que la fissuration par cisaillement se produit à un déplacement de 4 à 5 mm. Bien que cette étude ait tenté d'identifier le mécanisme de rupture de la plaque de plâtre en essai Nail Pull, la méthode utilisée pour tester les plaques n'était pas bien adaptée pour identifier les stades de la rupture et spécifiquement les pas de chargement ont été trop importants par rapport aux charges de rupture typiques vues par la plaque.

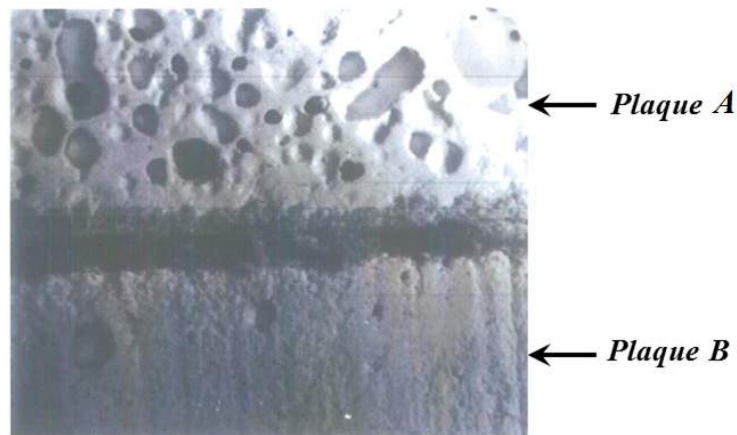


FIGURE 5.3: Photographie prise dans un microscope stéréoscopique montrant la différence de porosité à grande échelle entre les deux plaques testées [144].

Cantwell [145] a tenté d'identifier les principaux stades de rupture en essai Nail Pull sur trois types de plaques de plâtre industrielles, nommées respectivement « A », « B » et « C ». Une série de tests d'arrachement interrompus a été effectuée. Les échantillons ont été testés à 20 %, 40 %, 60 %, 80 % et 100 % de leur charge de rupture nominale. La microfissuration et/ou l'effondrement local de la porosité est la première étape qui a été observée dans le processus de rupture [145].

Les figures 5.4 et 5.5 montrent respectivement les plaques « A » et « B » sollicitées à 40% de la charge à la rupture. On observe l'effondrement de la porosité et la formation d'une zone compactée sous la tête du clou, l'apparition de fissures latérales est visible sur les deux figures. L'écrasement de la porosité peut résulter du glissement in-

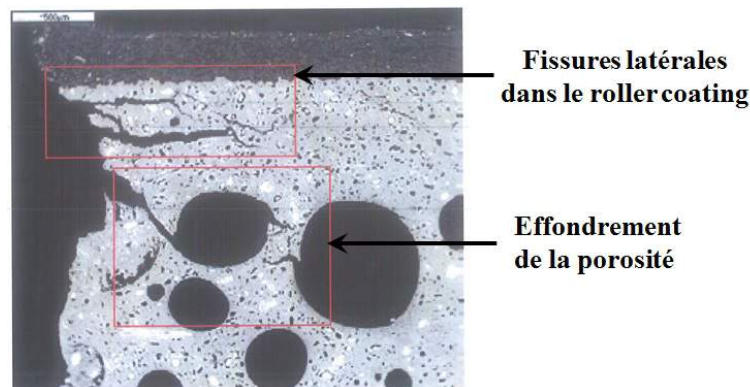


FIGURE 5.4: Micrographie de la plaque « A » sollicitée à 40% de la charge à rupture [145].

tercristallin, cisaillement intercristallin et/ou de la fracture ou l'écrasement des cristaux. L'étape suivante est la continuité de l'effondrement de la porosité avec la croissance et la coalescence de microfissures. La figure 5.6 montre la plaque « B » sollicitée à 80% de la charge à la rupture. On voit clairement que le papier supérieur est déchiré sur le périmètre de contact entre la tête du clou et l'échantillon. Une zone densifiée s'est développée sous la tête du clou, cette zone est séparée complètement du papier supérieur. La figure 5.7 montre une photographie de la plaque « A » à la fin du test dans laquelle des déformations permanentes ont été observées sur le papier et le cœur de la plaque. Des fissures latérales sont apparues dans la couche de roller coating et à l'interface entre le roller coating et le cœur de la plaque. Une forte densification due à l'effondrement de la porosité sous la tête du clou a été constatée également.

Cantwell [145] indique que la plaque « C » a un mécanisme de rupture différent par rapport aux deux autres plaques. La fissuration radiale a été observée au début de processus de rupture. La figure 5.8 montre l'apparition d'une fissure sous forme d'un cône qui conduit à la rupture finale de la plaque.

L'étude la plus récente sur le mécanisme de rupture de la plaque de plâtre en essai Nail Pull a été réalisée par Flumiani *et al.* [146]. Cette étude est la première tentative pour déterminer le mécanisme de rupture de la plaque de plâtre lors d'un test d'arrachement à l'aide de la tomographie aux rayons X. Le mécanisme proposé pour décrire l'essai d'arrachement est illustré sur la figure 5.9. Les observations tomographiques montrent clairement que la partie supérieure du cœur de la plaque a subi une forte compaction locale en-dessous de la tête du clou. Cette phase de compaction est suivie par une fissuration du cœur sous forme d'un cône. On voit aussi du délaminage entre le cœur de la plaque et le papier inférieur.

L'étude bibliographique a mis en évidence que le comportement mécanique de la

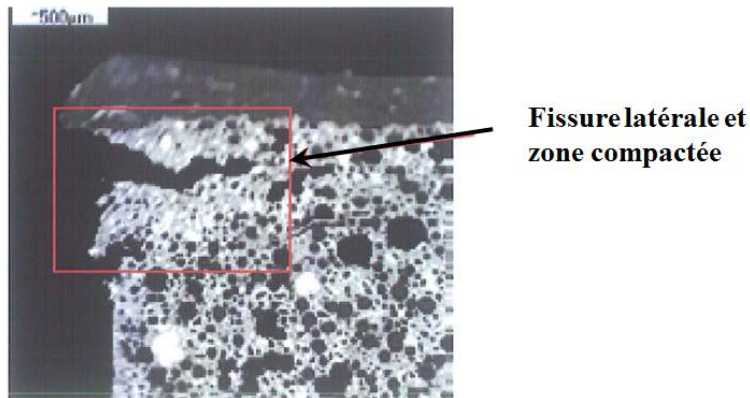


FIGURE 5.5: Micrographie de la plaque « B » sollicitée à 40% de la charge à rupture [145].

plaque de plâtre en essai Nail Pull est encore peu connu. Les études précédemment publiées ne sont pas toutes en concordance. La façon de mesurer la résistance à l'arrachement et le protocole expérimental utilisé ne sont pas bien détaillés. Un tel test d'arrachement, présentant un mécanisme de ruine complexe, nécessite un nombre beaucoup plus important de scans *in-situ* avec des petits pas de chargement afin de mieux comprendre la phénoménologie du test. Au bilan, dans la majorité des études précédentes le mécanisme de ruine est déduit d'une part de l'analyse de la courbe de réponse d'arrachement et d'autre part à partir d'analyses post-mortem de l'éprouvette. L'apparition successive de dégradations amène des variations de pente dans la courbe d'arrachement. Toutefois, ces observations ne permettent pas de bien décrire le scénario de rupture.

Dans la suite de ce chapitre une méthodologie complète d'analyse de l'essai d'arrachement sera proposée. L'objectif est de concevoir et de réaliser des expériences d'arrachement *in-situ* afin de mieux comprendre sa phénoménologie. Après une description détaillée du protocole expérimental utilisé dans cette étude, le scénario de ruine de la plaque sera discuté en fonction de la courbe d'arrachement enregistrée au cours de test et d'observations tomographiques. Ces dernières seront exploitées par la suite par la technique de corrélation d'images volumiques ce qui nous donne une description cinématique du test d'arrachement. Le mécanisme de ruine sera décrit en détail de manière « chronologique ». Enfin, afin de tenter de quantifier l'apport de chaque composante de la plaque à la résistance à l'arrachement, une analyse plus poussée de l'essai d'arrachement sera menée en analysant les courbes d'arrachement et les données tomographiques obtenues sur des échantillons sans papier supérieur, sans roller coating ou encore en changeant la taille de la tête du clou. Au total six échantillons ont été testés en arrachement *in-situ*.

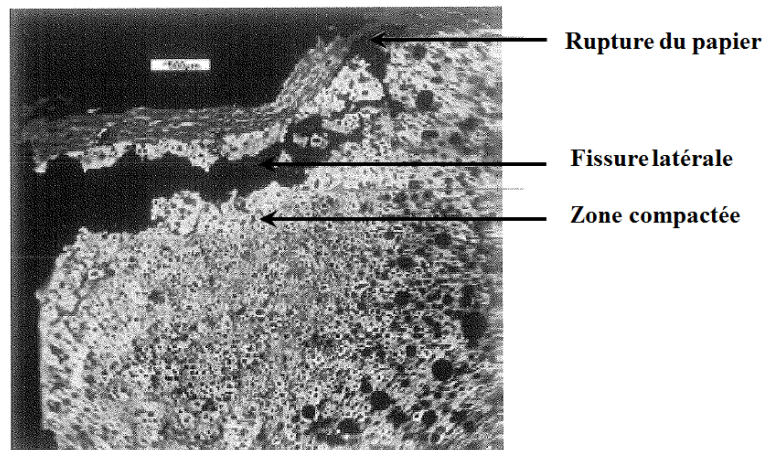


FIGURE 5.6: Micrographie de la plaque « B » sollicitée à 80% de la charge à rupture [145].

5.3 Etude expérimentale

La compréhension du mécanisme de rupture en 3D nécessite de faire des essais mécaniques *in-situ* pour acquérir des scans 3D à différents stades du chargement. Pour progresser dans la compréhension des mécanismes de déformation et d'endommagement, il est crucial d'être capable d'observer les échantillons en même temps qu'on les sollicite. Le développement des expériences *in-situ* couplées avec la tomographie aux rayons X a commencé avec l'observation de Guvenilir et al. [147]. Depuis, les essais mécaniques couplés avec les observations tomographiques *in-situ* ont été développés [89, 148, 51]. Dans cette étude, un montage a été conçu pour réaliser des essais d'arrachement *in-situ* à l'intérieur d'un tomographe de laboratoire. Les caractéristiques du tomographe v/Tome/xs utilisé sont indiquées en annexe. L'expérience a été menée sur le tomographe du laboratoire MATEIS avec les paramètres d'acquisition suivants : énergie du faisceau est de 90 kV, courant d'électrons est de 220 μA , la taille physique du voxel est 25 μm . 1000 radiographies sont obtenues pour une rotation de 360° pour chaque acquisition. La durée totale d'une seule acquisition est d'environ 60 minutes.

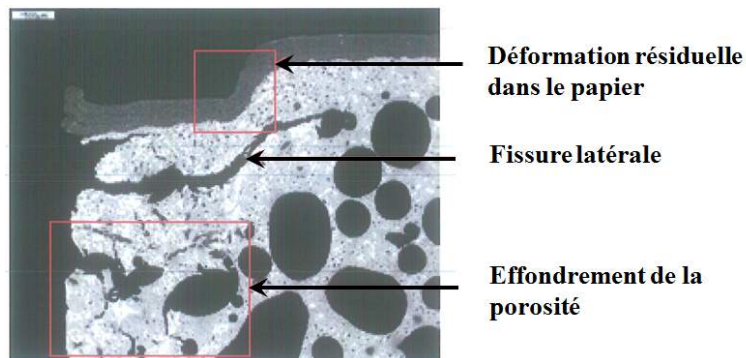


FIGURE 5.7: Micrographie de la plaque « A » à la fin du test [145].

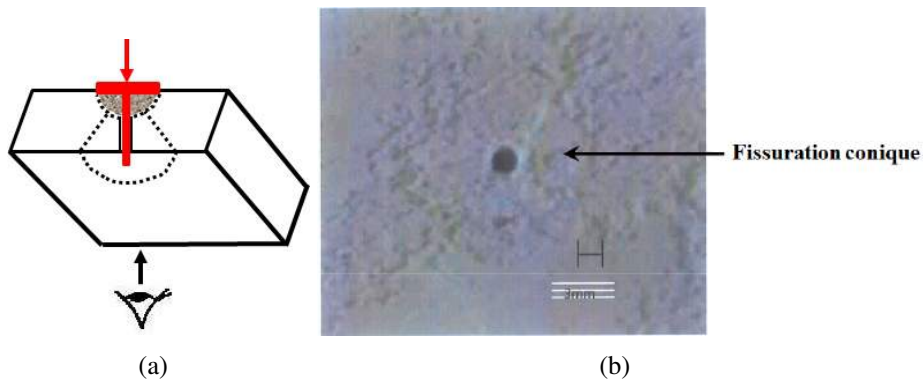


FIGURE 5.8: Rupture de la plaque « C », la base de cône de fissuration est observée sur la face tendue de la plaque [145].

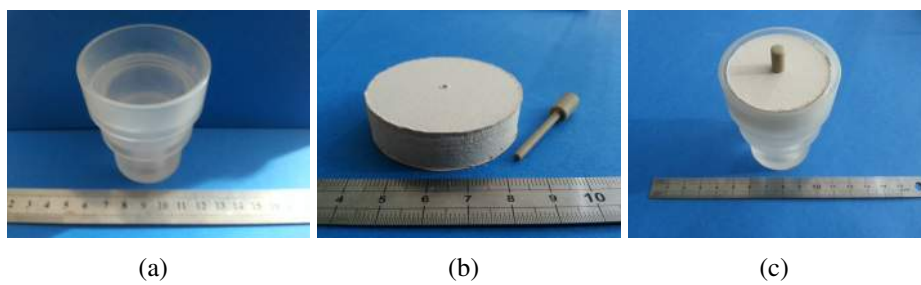


FIGURE 5.10: Montage d'arrachement *in-situ* : (a) support de l'échantillon en PMMA, (b) échantillon et le clou, (c) l'échantillon positionné à l'intérieur du support.

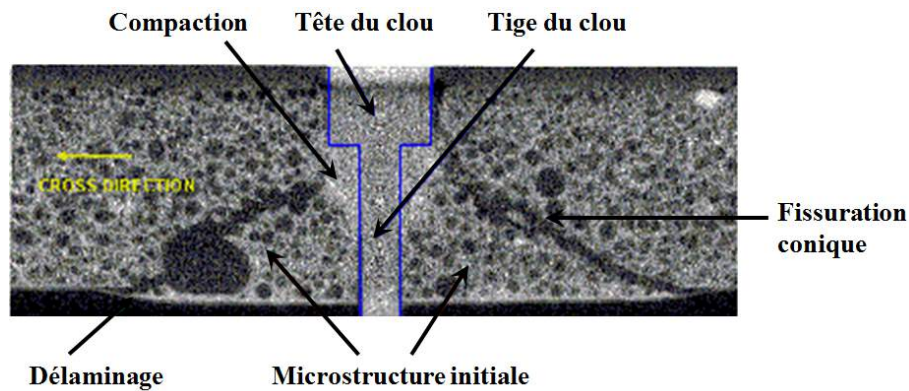


FIGURE 5.9: Mécanisme de rupture de la plaque de plâtre en essai Nail Pull [146].

Les échantillons sont préparés à partir de plaques de plâtre industrielles. Les spécimens testés sont des cylindres de plaques de plâtre de diamètre 50 mm et 13 mm de haut, percés en leur centre d'un trou de diamètre 2,5 mm. L'échantillon est déposé par la suite à l'intérieur du montage d'arrachement. Ce dernier est montré en figure 5.10, il est usiné en PMMA. Le clou est usiné en PEEK (PolyEtherEtherKetone) pour s'assurer qu'il n'affecte que peu l'absorption des rayons X. Les échantillons ont 5 mm d'appui sur tout le périmètre du montage (voir la figure 5.11). Les cylindres sont découpés à l'aide d'une scie cloche avec le diamètre approprié. Le montage d'arrachement est positionné par la suite dans une machine de traction-compression à l'intérieur du tomographe (voir figure 5.12).

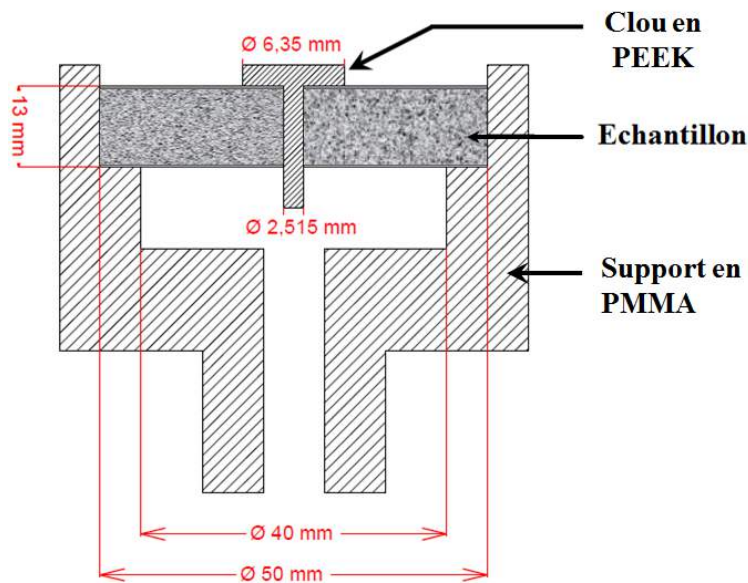


FIGURE 5.11: Coupe verticale du dispositif d'arrachement *in-situ*. La section de l'échantillon sollicité en flexion est de l'ordre de 40 mm.

L'essai consiste à enfoncer le clou dans le disque de plaque de plâtre jusqu'à la rupture. La courbe effort-déplacement est enregistrée pendant l'essai. L'essai est piloté en force par un pas de 50 N environ jusqu'à ce que l'effort atteigne le plateau, ensuite l'expérience est pilotée en déplacement. Après chaque pas de chargement, le déplacement de la traverse est interrompu et les scans sont effectués après un temps assez long (environ 20 minutes) pour éviter le flou causé par le déplacement de l'échantillon pendant le processus de relaxation. L'échantillon est imagé à l'état initial (sans chargement) puis à différents niveaux de chargement, au total 13 scans sont effectués.

Les essais d'arrachement *in-situ* sont réalisés à l'aide d'une machine de traction/compression développée à l'INSA de Lyon et conçue pour être montée sur la table rotative du tomographe. La figure 5.12 présente une vue d'ensemble de la machine placée à l'intérieur du tomographe avec un zoom qui détaille l'emplacement de l'échantillon. Afin d'éviter toute obstruction des rayons X par la machine d'essai durant les 360° de rotation, la transmission de la charge entre le plateau supérieur mobile et le plateau inférieur fixe est assurée par un tube en PMMA. L'absorption des rayons X sera uniforme quelle que soit sa position angulaire. Le déplacement du plateau supérieur est assuré par un moteur pas à pas piloté par ordinateur et la charge est enregistrée par un capteur de force également relié à l'ordinateur de pilotage. La machine peut travailler en traction et compression avec une charge maximale de 5 kN. L'essai est mené avec une vitesse de déplacement de 5 $\mu\text{m/s}$ et l'acquisition est faite avec une résolution de 25 μm .

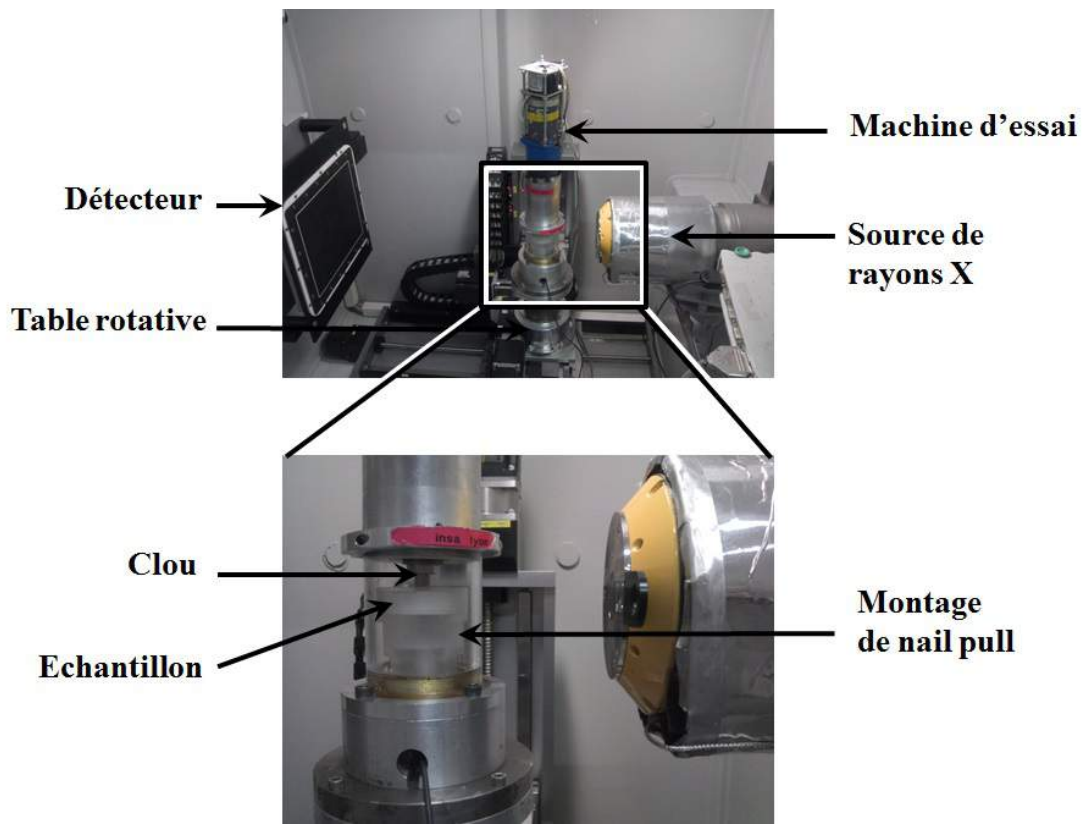


FIGURE 5.12: Dispositif d'arrachement *in-situ* avec un zoom qui détaille l'emplacement de l'échantillon dans la machine d'essai.

5.3.1 Résultats et discussion du mécanisme de rupture

La courbe de réponse effort-déplacement pour une éprouvette est présentée en figure 5.13. La figure 5.14 illustre le processus de relaxation pour le scan C (voir figure 5.13). Le pic dans le graphe correspond au moment où le déplacement de la traverse a été interrompu. À la fin du processus de relaxation l'effort est diminué de 15% environ de sa valeur au pic. Il est difficile d'illustrer l'évolution de la microstructure en 3D. Nos observations seront donc présentées sous forme de coupe 2D extraites des volumes 3D. La figure 5.15 montre des coupes verticales au milieu de l'échantillon dans son état initial suivi de coupes à différents niveaux de chargement.

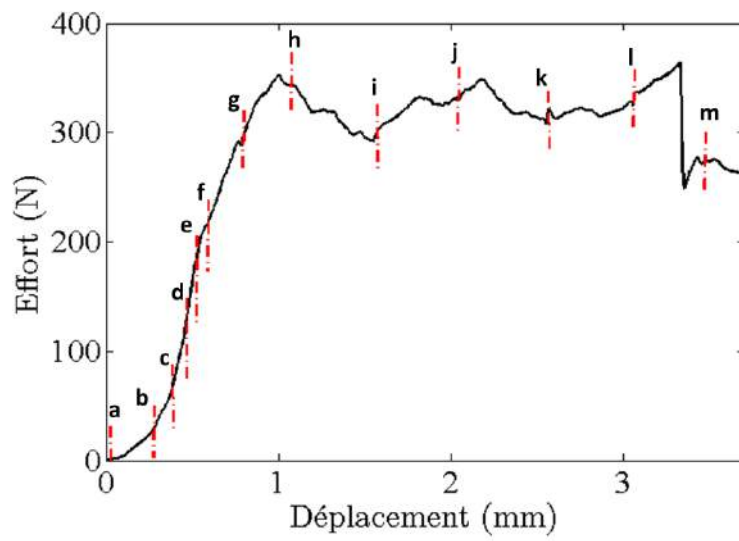


FIGURE 5.13: Courbe d'arrachement, les lettres sur la courbe correspondent aux étapes de chargement.

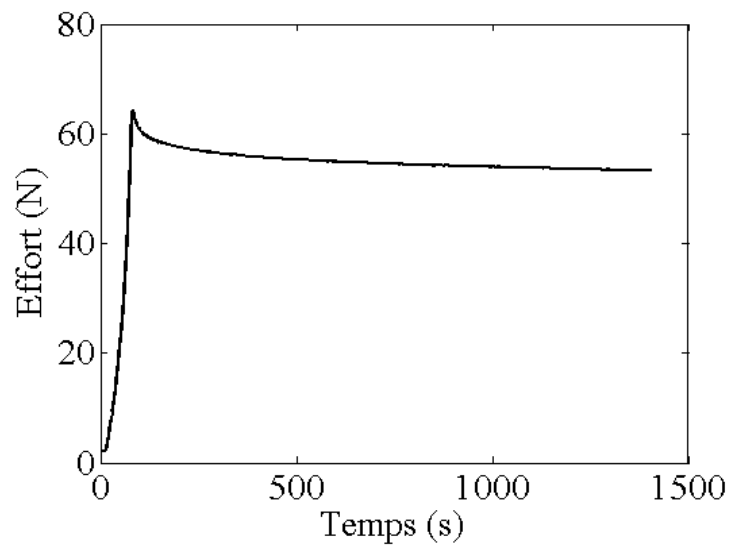
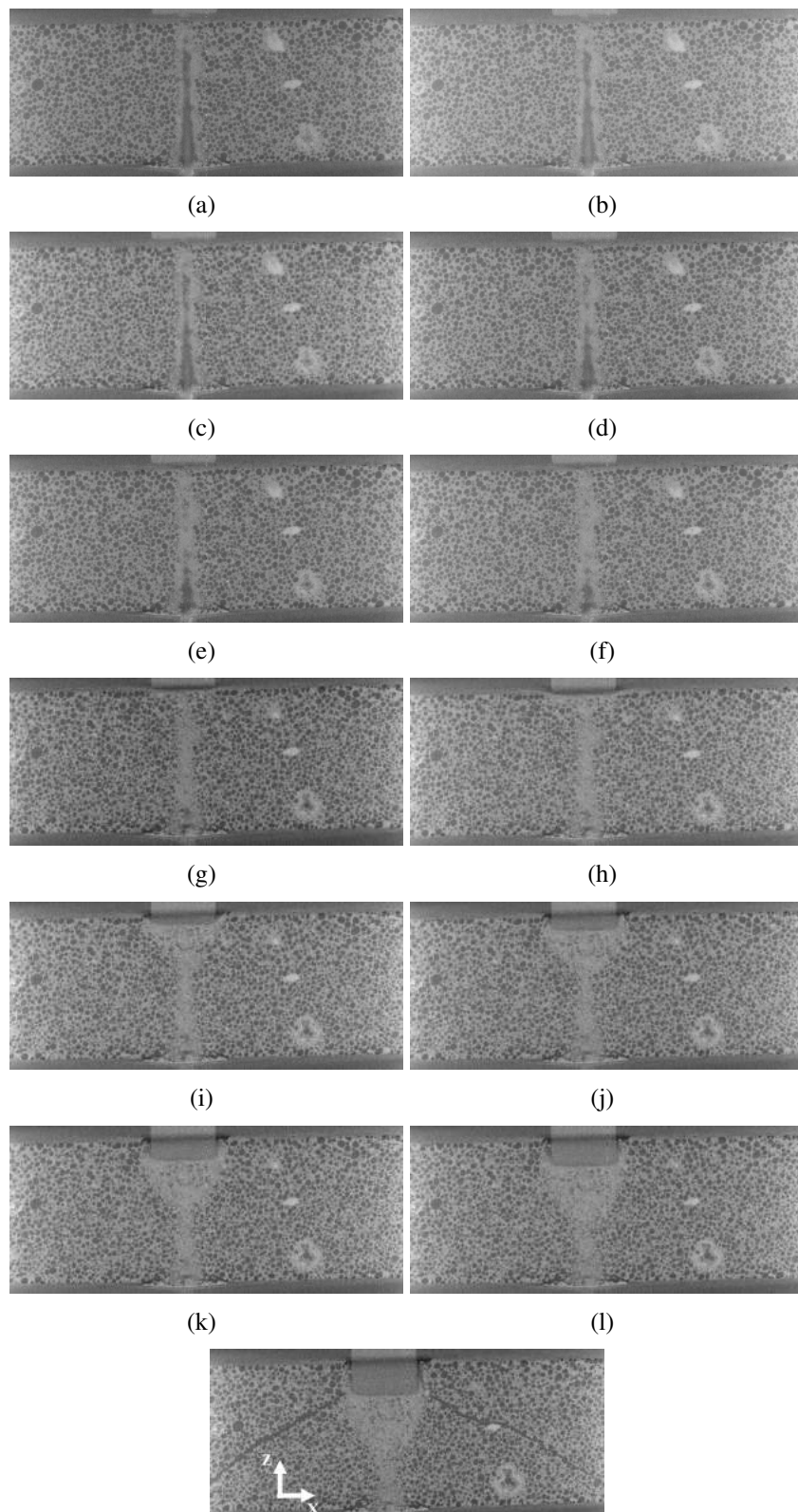


FIGURE 5.14: Processus de relaxation pour le scan C. Le pic dans le graphe correspond au moment où le déplacement de la traverse est interrompu.

La première partie de la courbe d'arrachement correspond au régime élastique dans lequel le plâtre et le papier sont sollicités dans leur domaine d'élasticité (figure 5.15 : coupes a, b, c et d). La deuxième partie est initiée par la rupture de la pente de la courbe d'arrachement dans laquelle on observe la compaction de la partie supérieure du cœur sous la tête du clou. Cette légère compaction est le point clé dans le mécanisme de ruine de la plaque car elle permet la rupture du papier supérieur par cisaillement (figure 5.15 : coupes e, f et g). Une fois que la charge appliquée dépasse la résistance au cisaillement du papier supérieur ce dernier est rompu et la charge appliquée est totalement supportée par le cœur de la plaque. Après la rupture du papier supérieur la tête du clou s'enfonce à travers le cœur de la plaque dans un régime de compaction. L'effort commence à se stabiliser à partir de 350 N et un plateau est observé. Malgré la rupture du papier supérieur l'échantillon peut supporter le même niveau de chargement (≈ 350 N) grâce aux propriétés mécaniques du cœur de la plaque (figure 5.15 : coupes h, i, j, k et l). Une fois que la tête du clou a pénétré à une profondeur suffisante dans l'échantillon, l'épaisseur restante de la plaque ne peut plus supporter la charge appliquée. La rupture finale de l'échantillon se produit par fissuration (mode d'ouverture, I) sous forme d'un cône coaxial avec le clou (figure 5.15 : coupe m).



(126)

FIGURE 5.15: Coupes tomographiques verticales au milieu de l'échantillon montrant l'évolution de la microstructure à différents niveaux de chargement lors d'un essai d'arrachement (voir figure 5.13). La coupe (a) présente l'état initial (non sollicité).

La figure 5.16 montre l'échantillon à la fin de l'essai. La figure 5.16 (a) présente la face supérieure de l'échantillon en contact avec la tête du clou sur laquelle on voit clairement que l'échantillon a subi une forte compaction sous la tête du clou. La base du cône de fissuration est clairement visible dans la figure 5.16 (b). La figure 5.16 (c) présente le faciès de rupture composé de l'intersection entre la fissure conique et le cylindre qui entoure la partie de la tête du clou qui a pénétré dans la plaque.



FIGURE 5.16: Echantillon après rupture en Nail Pull. (a) Face supérieure : l'échantillon a subi une forte compaction locale sous la tête du clou. (b) Face inférieure : la trace de la base du cône de fissuration est observée. (c) Faciès de rupture.

5.3.2 Mesures de champs cinématiques

Les volumes reconstruits peuvent ensuite être utilisés comme données d'entrée pour les calculs par éléments finis dans les modèles numériques pour représenter aussi précisément que possible l'architecture de ces matériaux [7, 53]. Une autre façon d'exploiter les volumes reconstruits est d'utiliser la corrélation d'images volumiques, désignée par l'acronyme DVC (Digital Volume Correlation) [89, 98, 100] pour mesurer le champ de déplacement dans le volume de l'échantillon. La DVC est l'extension 3D de la corrélation d'images numériques [95]. La technique de corrélation d'images utilisée ici est dite « globale » [101]. Cette dernière approche a été utilisée pour analyser la corrélation entre la densité locale et les niveaux de contrainte dans la laine de roche [149], analyser les profils de facteurs d'intensité de contrainte dans un échantillon fissuré [150] ou pour identifier et valider des lois de comportement et des modèles numériques [103]. Le principe de la technique consiste à trouver le champ de déplacement afin de faire coïncider au mieux les deux volumes (volume de référence et volume déformé). Pour ce faire, le champ de déplacement recherché est décomposé sur une base de type éléments finis. Cette décomposition assure la continuité des champs de déplacement et permet un couplage direct avec les simulations numériques [150, 103]. Enfin, le problème de mesure consiste à minimiser la différence entre le volume déformé corrigé par le champ de déplacement estimé et le volume de référence. Notons que la microstructure hétérogène de plâtre moussé permet d'avoir un mouchetis volumique naturel. L'incertitude de mesure

est de l'ordre de 0,1 voxel.

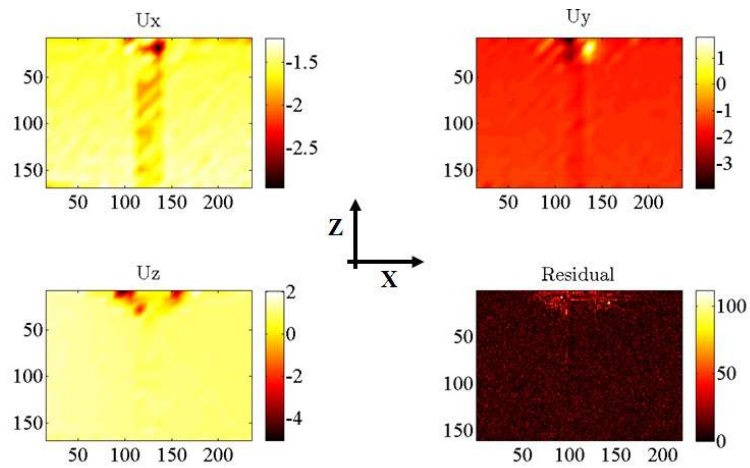
Dans la présente étude, le déplacement au niveau du volume numéro n est évalué en corrélant le n -ième volume avec le volume initial (état non chargé, considéré comme état de référence). La région d'intérêt a une taille de $220 \times 220 \times 160$ voxels ou $6,5 \times 6,5 \times 4$ mm. La taille des éléments C8 a été choisie pour être de 10 voxels ou $250 \mu\text{m}$. Ce choix conduit à un peu plus de 23000 degrés de liberté cinématiques inconnus. Après avoir exposé la technique de mesure, nous présentons les résultats issus de l'analyse de données tomographiques par corrélation d'images volumiques. La figure 5.17 montre des coupes verticales des différents champs de déplacements mesurés par DVC.

La figure 5.17 (a) présente les champs de déplacements mesurés juste avant la rupture du papier supérieur (figure 5.13 : scan (g)). Il apparaît clairement que loin de la tête du clou des champs de déplacements de très faible amplitude (de l'ordre de 1 voxel) sont mesurés. Au voisinage de la tête du clou le champ de résidus de corrélation augmente de manière significative. Cela est dû à la compaction locale sous la tête du clou. Dans cette région la microstructure initiale est complètement perdue. Le champ de déplacement dans cette zone reste donc indéterminé. A l'extérieur de la zone écrasée beaucoup de fluctuations sur les champs de déplacements sont clairement visibles. Ces fluctuations sont dues essentiellement aux incertitudes de mesure associées à l'utilisation d'éléments de petite taille dans l'analyse par corrélation d'images. La figure 5.17 (b) présente les champs de déplacement mesurés au milieu du plateau de compaction (figure 5.13 : scan (j)). On constate sur le champ de résidu que la taille de la zone compactée sous la tête du clou a augmenté de façon considérable avec une frontière assez nette avec le reste de l'échantillon qui subit essentiellement des déformations élastiques de faibles amplitudes. Les champs de déplacements mesurés au dernier scan sont présentés sur la figure 5.17 (c). Une discontinuité marquée est clairement observée, cela signifie l'apparition de la fissure conique qui conduit à la rupture finale de l'échantillon. La trace de cette fissure est également présente dans le champ de résidu car la formulation de la version globale de la DVC repose sur l'hypothèse de la continuité du champ de déplacement recherché (non satisfaite pour une fissure).

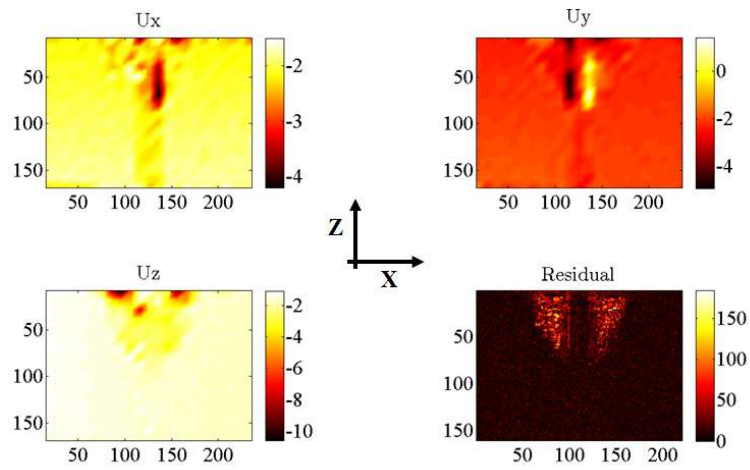
Au bilan, la mesure de champ a confirmé le mécanisme de rupture déjà discuté en fonction de la courbe d'arrachement et les observations tomographiques *in-situ*. Elle a fait apparaître un écrasement local de la partie supérieure du cœur de la plaque directement sous la tête du clou avant la rupture du papier supérieur. L'utilisation de cette technique non-destructive nous a permis également d'affiner et de justifier le scénario de ruine à l'arrachement.

Pour compléter cette étude et mieux comprendre la phénoménologie du test d'arrachement, il est intéressant de regarder la réponse de la plaque où : (i) le clou possède une tête plus large, (ii) on a un échantillon sans papier supérieur et (iii) on a un échantillon sans roller coating supérieur. Dans la suite, des tests d'arrachement *in-situ* pour les trois cas cités ci-dessus seront présentés et le mécanisme de rupture sera discuté en fonction

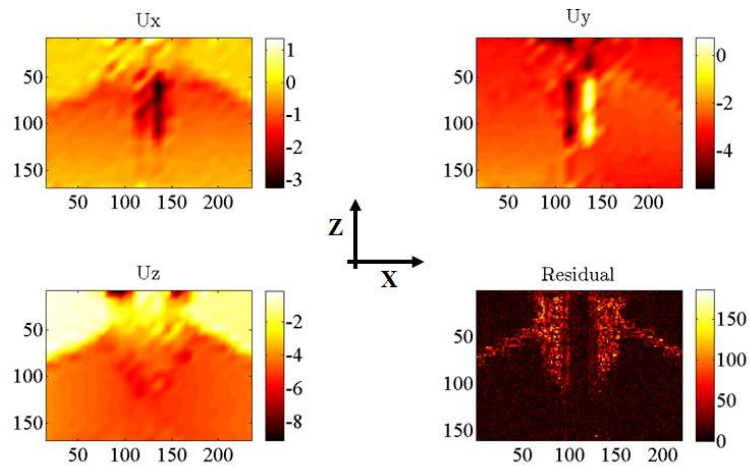
des coupes tomographiques et de la courbe d'arrachement pour les différentes configurations. Les résultats obtenus seront comparés avec ceux du test de référence (plaque complète et diamètre de la tête du clou égal à 6,35 mm). La même géométrie des échantillons a été conservée et le même dispositif expérimental avec les mêmes paramètres d'acquisition ont été utilisés.



(a)



(b)



(c)

130

FIGURE 5.17: Coupes verticales 2D des champs de déplacement mesurés par corrélation d'images volumiques, (a) : avant la rupture du papier supérieur (figure 5.13 : scan (g)), (b) : phase de compaction (figure 5.13 : scan (j)), (c) : rupture par fissuration (figure 5.13 : scan (m)). Les déplacements sont exprimés en voxel (1 voxel \longleftrightarrow 25 μm).

5.3.3 Influence de la taille de la tête du clou

Afin d'étudier l'influence de la taille de la tête du clou sur le mécanisme de rupture, le choix s'est porté sur un diamètre égal à 9,35 mm. Deux tests d'arrachement *in-situ* ont été réalisés. Nous présenterons dans la suite les résultats obtenus pour les deux éprouvettes.

Le premier échantillon a été scanné en début d'essai avant l'application de la charge, à deux moments de la phase avant le pic, juste après la rupture de la pente de la courbe effort-déplacement, deux fois au palier de compaction et une dernière fois à la fin de l'essai, au total 7 scans ont été effectués. La figure 5.18 illustre la réponse effort-déplacement enregistrée au cours de test. Des coupes tomographiques verticales au milieu de l'échantillons qui montrent l'évolution de la microstructure au cours de test sont présentées en figure 5.19.

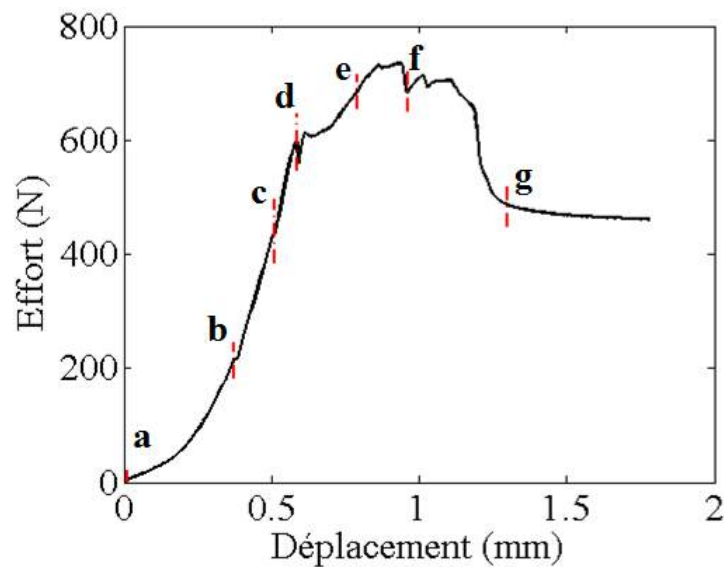


FIGURE 5.18: Courbe d'arrachement du premier test, diamètre de la tête du clou de 9,35 mm.

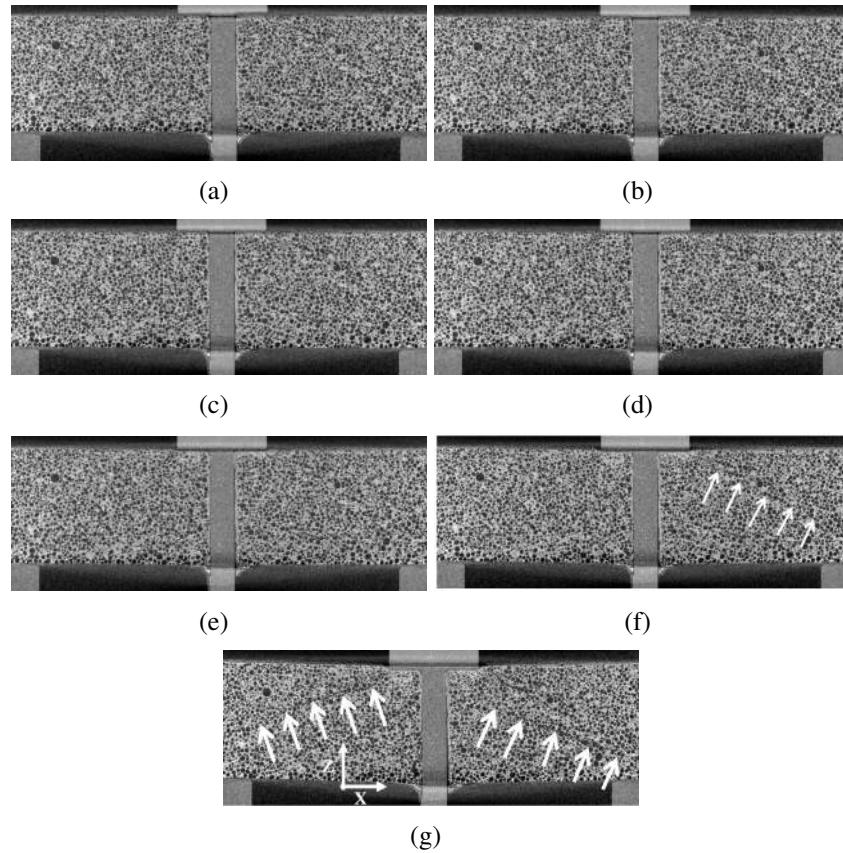


FIGURE 5.19: Coupes tomographiques verticales au milieu du premier échantillon montrant l'évolution de la microstructure à différents niveaux de chargement, diamètre de la tête du clou de 9,35 mm. Les flèches sur la figure (f) et (g) indiquent l'endroit d'apparition de la fissure.

En comparant le graphe d'arrachement obtenu dans ce test avec celui du test de référence (figure 5.13), on constate que les deux graphes exhibent la même allure. Après la mise en contact entre la tête du clou et l'échantillon, l'effort croît rapidement en fonction du déplacement dans un régime élastique (figure 5.19 : coupes (a), (b) et (c)). La deuxième partie du graphe commence au scan (d), après la rupture de la pente initiale due à la rupture du roller coating à une charge de 600 N environ. La figure 5.20 montre un zoom sous la tête du clou, la flèche indique l'endroit où le roller coating est rompu. A ce stade de chargement la partie supérieure du cœur de la plaque ne subit quasiment aucune compaction, par contre on observe l'apparition d'une fissure radiale sur la face tendue de l'éprouvette, cette dernière est montrée sur la figure 5.21. La présence du papier inférieur empêche la rupture de la plaque à ce stade de chargement.

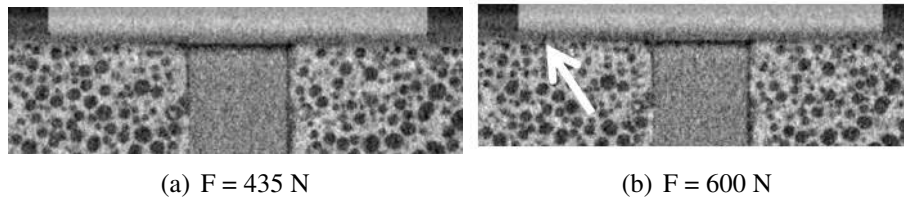


FIGURE 5.20: Zoom sous la tête du clou : (a) scan (c), (b) scan (d), la flèche de la figure (b) indique l'endroit où le roller coating est rompu.

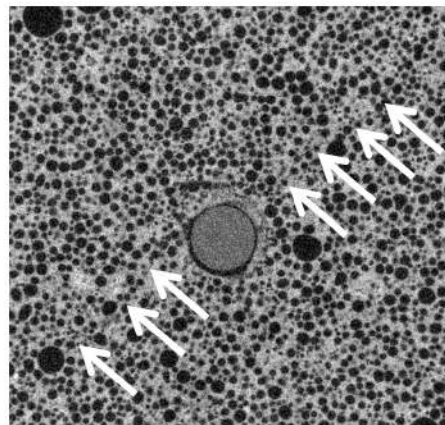


FIGURE 5.21: Coupe tomographique transversale dans la partie tendue de l'éprouvette montrant l'apparition d'une fissure radiale (scan (d) : $F = 600 \text{ N}$), les flèches indiquent la trajectoire de la fissure.

La deuxième partie de ce graphe correspond au stade de compaction sous la tête du clou observée au scan (e) et encore plus prononcée sur le scan (f) avec la fissuration du cœur, l'endroit de la fissure est indiqué par des flèches sur la figure 5.19 (f). La figure 5.22 correspond à un zoom qui montre davantage la trajectoire de la fissure. L'apparition de la fissure correspond à la chute d'effort au scan (f) sur le graph 5.20. Notons qu'à ce stade de chargement (charge appliquée $\approx 700 \text{ N}$ et 1 mm de déplacement) le papier supérieur est toujours intact sous la tête du clou. La rupture finale de l'échantillon se produit par fissuration conique du cœur en cisaillement. La figure 5.23 montre des coupes tomographiques transversales de l'échantillon à l'état initial et à la rupture, le réseau de fissure est clairement observé et le faciès de rupture final est la combinaison d'une fissure conique avec la fissure radiale.

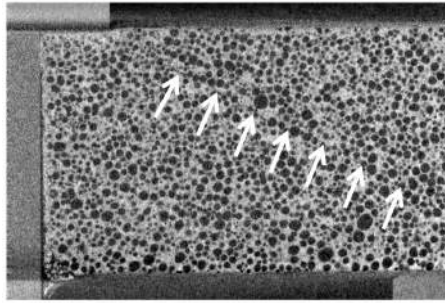


FIGURE 5.22: Coupe tomographique illustrant la fissuration du cœur (scan (f) : $F = 700 \text{ N}$).

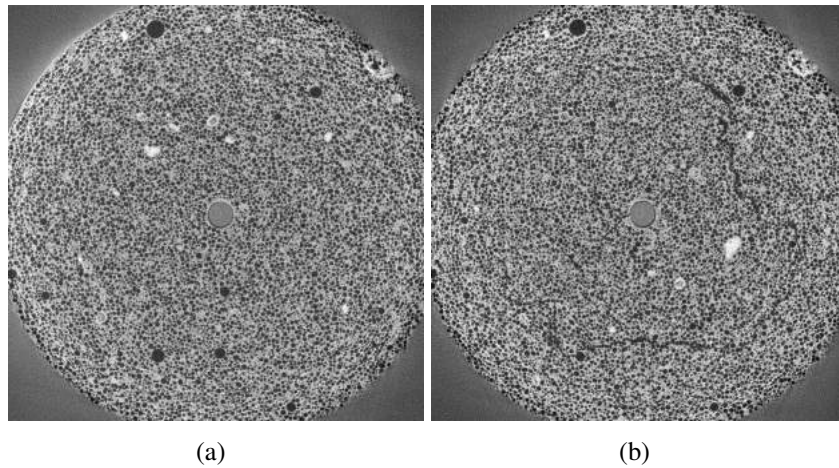


FIGURE 5.23: Coupes tomographiques transversales dans la partie tendue de l'éprouvette : (a) état initial, (b) rupture de l'échantillon.

Le deuxième échantillon a été imagé en début d'essai avant l'application de la charge, une fois après la rupture de la pente de la courbe effort-déplacement, deux fois au palier de compaction et une dernière fois à la fin de l'essai, au total 5 scans ont été effectués. La figure 5.24 illustre la courbe d'arrachement enregistrée au cours de test. Des coupes tomographiques verticales au milieu de l'échantillons montrent l'évolution de la microstructure au cours du test (figure 5.25).

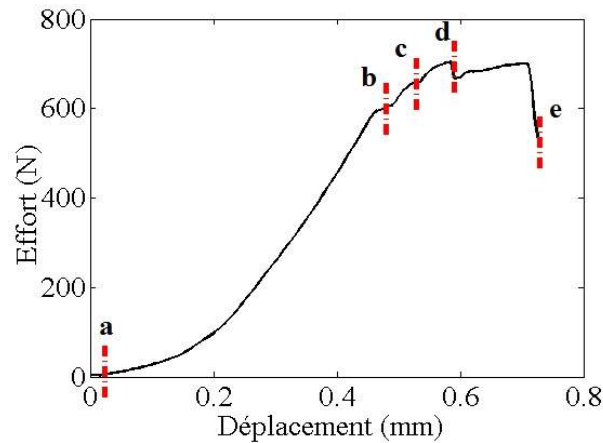


FIGURE 5.24: Courbe d'arrachement du deuxième test, diamètre de la tête du clou de 9,35 mm.

La courbe 5.24 montre trois parties. La première est composée d'une phase de mise en contact entre la tête du clou et l'éprouvette suivie d'une montée élastique linéaire dans laquelle la plaque est sollicitée dans son domaine élastique. Dans cette partie l'effort appliqué croît rapidement en fonction du déplacement, il atteint les 600 N pour un déplacement de 450 μm . La deuxième partie commence par la rupture de la pente au scan (b) suivie d'une phase de compaction observée aux scans (c) et (d). La phase de compaction localisée sous la tête du clou est clairement observée au scan (d), mais le palier de compaction est beaucoup plus court en comparant avec le résultat du test de référence (figure 5.13). La troisième partie du graphe correspond à une chute brutale de l'effort appliqué à cause de la fissuration en cisaillement du cœur de la plaque. La fissure est clairement visible sur la coupe verticale 5.25 (e). Les flèches sur la coupe transversale 5.26 (b) indiquent l'endroit d'apparition de la fissure conique qui conduit à la rupture finale de l'échantillon. Notons que le papier supérieur reste intact jusqu'à la fin de test.

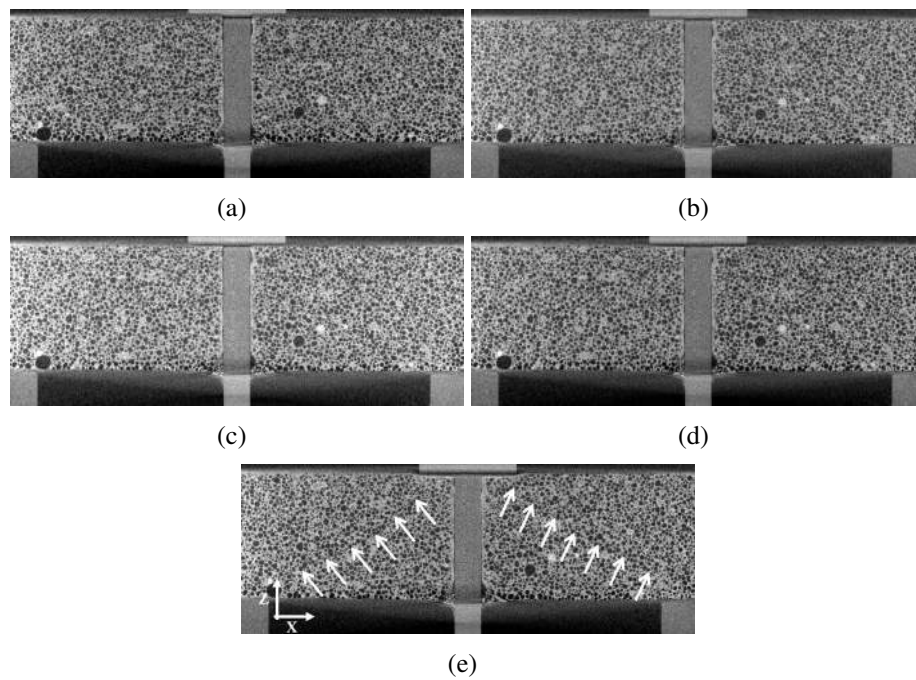


FIGURE 5.25: Coupes tomographiques verticales au milieu de l'échantillon montrant l'évolution de la microstructure à différents niveaux de chargements pour la deuxième éprouvette, diamètre de la tête du clou de 9,35 mm. Les flèches sur la figure (e) indiquent l'endroit d'apparition de la fissure.

La figure 5.26 montre des coupes tomographiques transversales de l'échantillon à l'état initial et à la fin du test, le faciès de rupture final est composé d'une seule fissure conique.

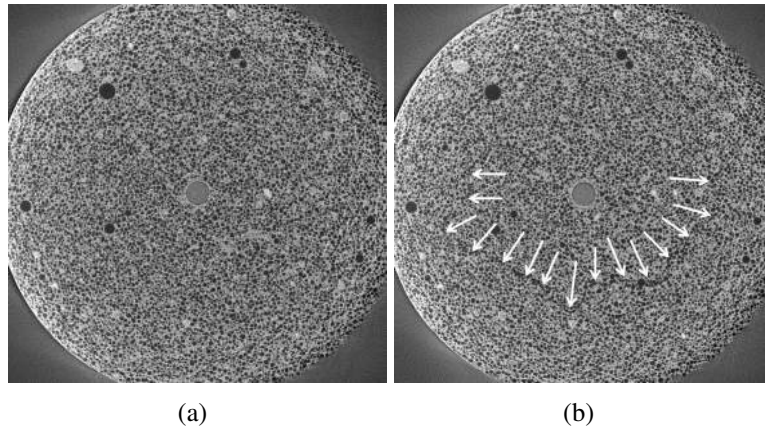


FIGURE 5.26: Coupes tomographiques transversales dans la partie tendue de l'éprouvette : (a) état initial, (b) rupture de l'échantillon, les flèches indiquent l'endroit d'apparition de la fissure conique.

En comparant le mécanisme de ruine observé en changeant la taille de la tête du clou à 9,35 mm avec celui observé dans le test de référence, on peut conclure que le changement de la taille de la tête du clou a une influence importante sur le mécanisme de rupture. Bien que la courbe d'arrachement dans les deux cas exhibe la même allure, le scénario de rupture est modifié principalement par : (i) l'apparition de la fissure radiale dans la face tendue de l'éprouvette (observée sur le premier échantillon), (ii) le palier de compaction est beaucoup plus court et (iii) le papier supérieur reste intact jusqu'à la rupture du cœur par fissuration. La modification du diamètre de la tête du clou conduit également à une augmentation de l'effort d'arrachement qui peut atteindre le double de celui du test de référence. Cela est dû à l'augmentation de la surface de contact entre la tête du clou et l'échantillon. Par contre la contrainte au plateau reste quasiment la même (≈ 3 MPa), elle est calculée par

$$\sigma = \frac{F}{S} = \frac{F}{\pi(R^2 - r^2)} \quad (5.1)$$

où F est l'effort au plateau, R et r sont respectivement le rayon de la tête du clou et le rayon de sa tige.

5.3.4 Influence du papier supérieur

Dans le but de quantifier l'apport du papier supérieur à la résistance à l'arrachement et au mécanisme de rupture des disques de plaque de plâtre de diamètre 50 mm ont été découpés à partir de plaques de plâtre industrielles, ensuite le papier supérieur a été

enlevé à l'aide de papier de verre. Les échantillons sans leur papier supérieur mesurent alors 12 mm d'épaisseur. La figure 5.27 montre l'échantillon sans papier supérieur prêt à être testé. Il est sollicité *in-situ* en arrachement jusqu'à la rupture.



FIGURE 5.27: Echantillon sans papier supérieur.

La courbe d'arrachement enregistrée au cours de l'essai est montrée sur la figure 5.28. L'échantillon a été imagé à l'état initial, une fois avant la rupture de la pente, puis 4 fois au palier de compaction et enfin un dernier scan a été acquis à la fin de test.

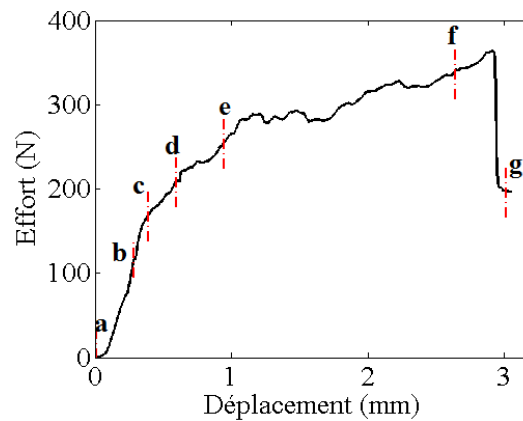


FIGURE 5.28: Courbe d'arrachement sur un échantillon sans papier supérieur, diamètre de la tête du clou de 6,35 mm.

La figure 5.28 illustre la réponse effort-déplacement enregistrée au cours du test.

Des coupes tomographiques verticales au milieu de l'échantillon qui montrent l'évolution de la microstructure au cours du test sont présentées en figure 5.29. Ce graphe (figure 5.28) peut être divisé, en première analyse, en 3 parties. Dans la première partie, la non-linéarité au pied de la courbe est due à la phase de mise en contact entre la tête du clou et l'éprouvette. Puis la courbe est ensuite quasiment linéaire jusqu'à 150 N (scans (a) et (b)). Il semblerait que la structure soit entièrement intègre à ce niveau de chargement.

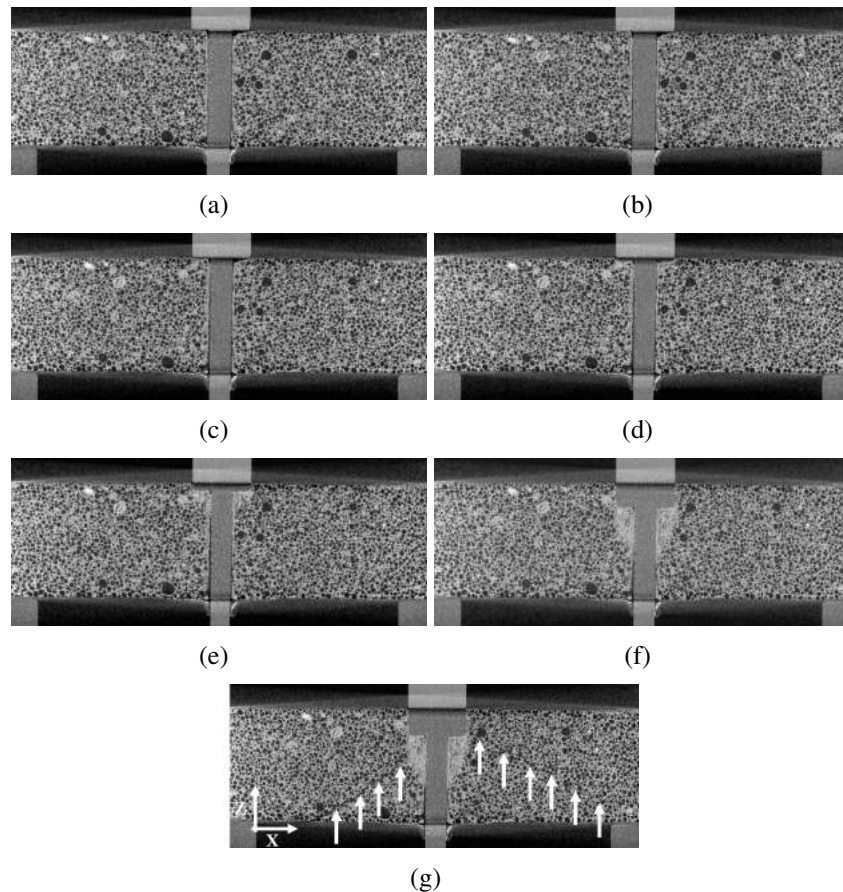


FIGURE 5.29: Coupes tomographiques verticales au milieu de l'éprouvette montrant l'évolution de la microstructure à différents niveaux de chargement sur un échantillon sans papier supérieur, diamètre de la tête du clou de 6,35 mm. Les flèches sur la figure (g) indiquent l'endroit d'apparition de la fissure.

A partir de 150 N, une diminution de la rigidité est observée, cette diminution se traduit par un changement de pente de la courbe dû à la rupture de roller coating, une compaction légère a été observée à ce stade. La figure 5.30 présente un zoom sous la

tête du clou qui montre clairement la rupture du roller coating au scan (c) accompagnée d'une légère compaction localisée sous la tête du clou. Contrairement au test réalisé sur la plaque complète, l'effort continue à croître en fonction de l'enfoncement de la tête du clou dans un régime de compaction brutale (scan (d), (e) et (f)). Il atteint 350 N à la fin de la phase de compaction. Une fois que la tête du clou a pénétré une profondeur suffisante dans l'échantillon, la rupture finale de l'échantillon se produit par rupture du cœur de la plaque sous la forme d'un cône (scan (g)).

La figure 5.31 (b) montre une coupe tomographique transversale dans la zone tendue de l'éprouvette à la fin de test, la base de la fissure conique est indiquée par des flèches. L'intersection entre la fissure conique et le cylindre qui entoure la partie de la tête du clou qui a pénétré dans l'échantillon forme le faciès de rupture final.

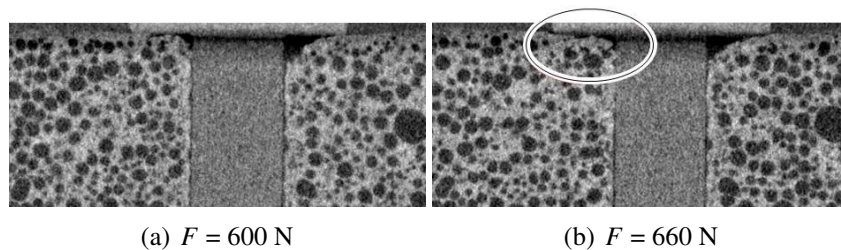


FIGURE 5.30: Coupes tomographiques verticales montrant un zoom sous la tête du clou : (a) coupe correspond au scan (b), (b) coupe correspond au scan (c) l'ellipse entoure la zone endommagée.

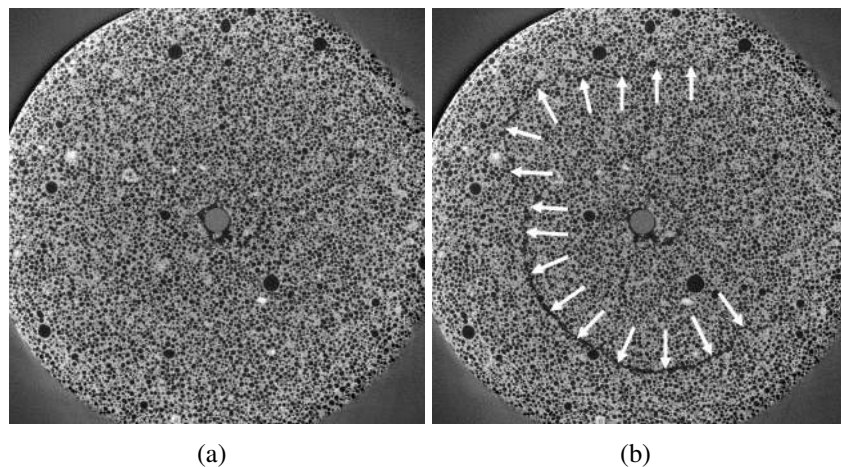


FIGURE 5.31: Coupes tomographiques transversales dans la zone tendue de l'éprouvette : (a) état initial, (b) rupture de l'échantillon, les flèches indiquent l'endroit d'apparition de la fissure.

5.3.5 Influence du roller coating

Des disques de plâtre de diamètre 50 mm ont été découpés à partir d'une plaque industrielle à l'aide d'une scie cloche au diamètre approprié. Ensuite le papier supérieur et le roller coating ont été rabotés à l'aide d'un rabot électrique. Les échantillons sans leur papier supérieur et roller coating mesurent environ 10 mm d'épais. La surface supérieure des échantillons est plane, bien lisse et sans densification *a priori*. La figure 5.27 montre l'échantillon sans roller coating supérieur prêt à être testé. L'échantillon est sollicité *in-situ* en arrachement jusqu'à rupture.

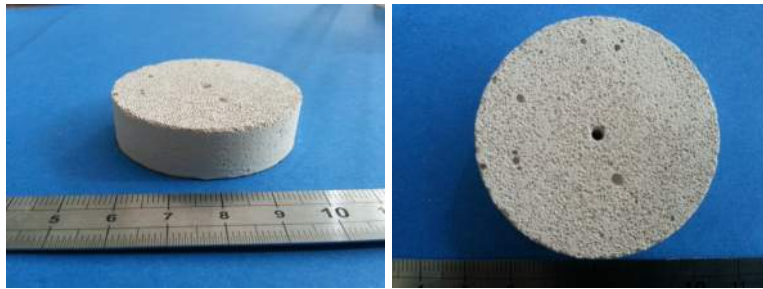


FIGURE 5.32: Echantillon sans roller coating.

La figure 5.33 illustre la courbe d'arrachement enregistrée au cours de test. L'échantillon a été imagé à l'état initial, 3 fois avant la rupture de la pente, puis 3 fois au cours de la phase de compaction et enfin un dernier scan après la ruine. Des coupes tomographiques verticales au milieu de l'échantillons montrant l'évolution de la microstructure au cours de test sont présentées sur la figure 5.34.

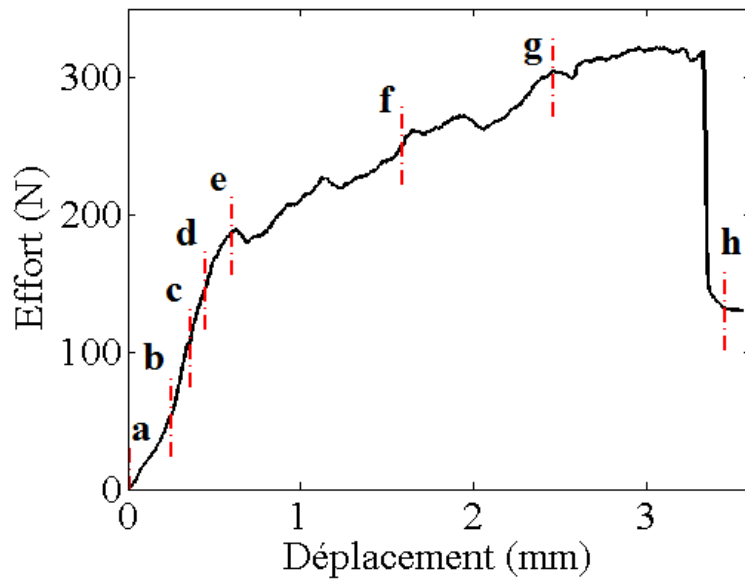


FIGURE 5.33: Courbe d'arrachement sur un échantillon sans roller coating, diamètre de la tête du clou de 6,35 mm.

Le graphe d'arrachement obtenu exhibe la même allure que celui obtenu avec l'échantillon sans papier supérieur. Dans la première partie, la non-linéarité au pied de la courbe est due à la phase de mise en contact entre la tête du clou et l'éprouvette. Cette non-linéarité est moins prononcée en la comparant avec celle de la courbe d'arrachement de référence (figure 5.13). Puis la courbe est ensuite quasiment linéaire jusqu'à 150 N (scans (b), (c) et (d)).

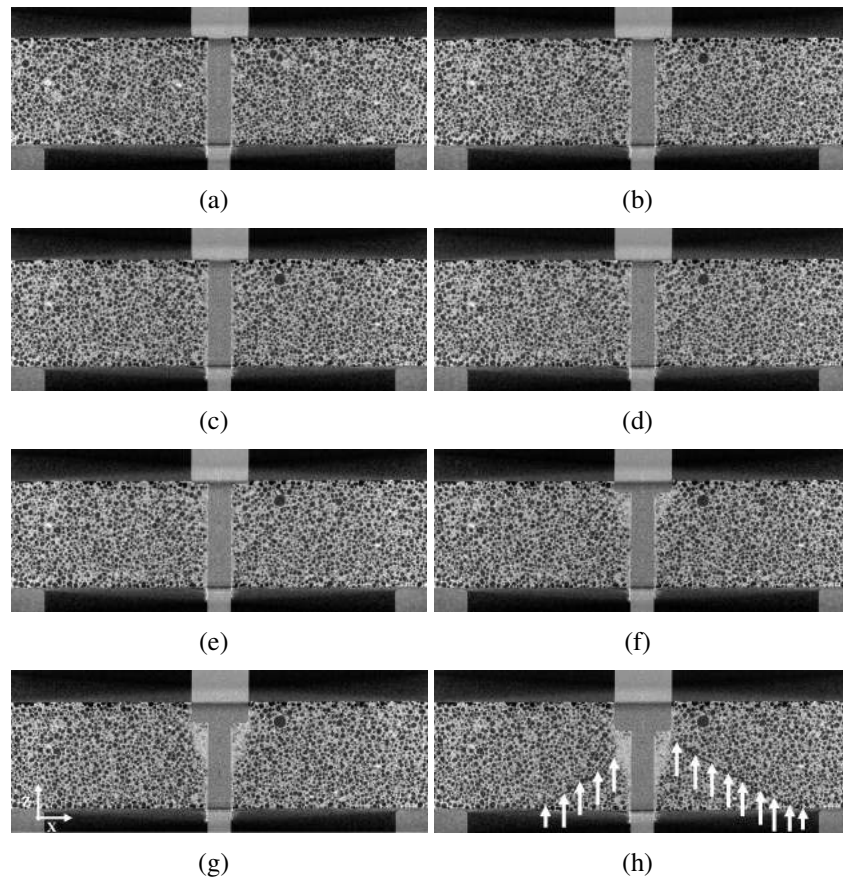


FIGURE 5.34: Coupes tomographiques verticales au milieu de l'échantillons montrant l'évolution de la microstructure à différents niveaux de chargement sur un échantillon sans roller coating, diamètre de la tête du clou de 6,35 mm. Les flèches sur la figure (h) indiquent l'endroit d'apparition de la fissure.

Au scan (d) une légère compaction au contact entre la tête du clou et la face supérieure de l'échantillon est perceptible (figure 5.35). A partir du scan (e) une diminution significative de la rigidité est observée et l'effort continue à croître en fonction de l'enfoncement dans un régime de compaction avec une augmentation de la taille de la zone compactée. A partir du scan (g) l'effort commence à se stabiliser aux alentours de 320 N. Enfin la ruine de l'échantillon se produit par rupture du cœur de la plaque par fissuration conique classique (figure 5.34 (h)).

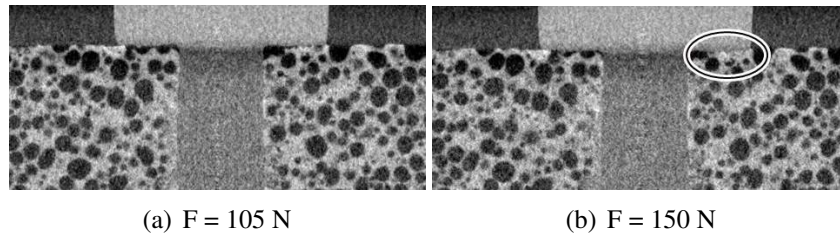


FIGURE 5.35: Coupes tomographiques verticales montrant un zoom sous la tête du clou : (a) coupe correspondant au scan (c), (b) coupe correspondant au scan (d) l'ellipse entoure la zone endommagée.

Les courbes des essais d'arrachement réalisés sur les trois éprouvettes (test de référence, plaque sans papier supérieur et plaque sans roller coating) avec la taille de la tête du clou de 6,35 mm sont présentées sur la figure 5.36. La courbe (noire) correspond à l'essai de référence, la courbe (bleue) correspond à l'essai réalisé sur l'éprouvette sans papier supérieur et la courbe (rouge) correspond à l'essai réalisé sur l'éprouvette sans roller coating. Dans la zone I, pour une force inférieure à 180 N, après la mise en contact les deux courbes (noire et bleue) exhibent quasiment la même pente de la montée élastique par contre la courbe (rouge) présente une pente plus faible. Ce ci nous laisse à penser que la présence du roller coating rigidifie la plaque de plâtre. Par contre la présence du papier supérieur n'a pas d'effet significatif sur la pente de la montée élastique (à noter que ce papier est en compression). La rupture de pente à la montée élastique se produit à un niveau de chargement plus élevé dans le cas du test de référence (≈ 210 N). Dans les deux autres cas, la rupture de la pente se produit au même niveau de chargement (≈ 180 N). Cela signifie que la présence du papier supérieur contribue à l'augmentation de la limite élastique du sandwich. Elle assure également une meilleure répartition de la charge sous la tête du clou. Dans la zone II, une dégradation importante de la rigidité de la plaque est observée pour les trois courbes. La présence du papier supérieur permet de faire apparaître un pic sur la courbe (noire) qui correspond à la rupture du papier à 350 N de chargement. Ensuite, une chute d'effort est observée due à la rupture du papier supérieur, la charge appliquée est supportée totalement par le cœur de la plaque. Pour les deux autres courbes (bleu et rouge) l'effort continue à croître en fonction de l'enfoncement de la tête du clou dans le cœur de la plaque, il atteint quasiment le même niveau que l'essai de référence dans l'essai sans papier supérieur (≈ 300 N), par contre il atteint les 250 N pour l'éprouvette sans roller coating. L'augmentation de l'effort appliqué est due essentiellement à la croissance continue de la zone compactée sous la tête du clou. Cette zone écrasée présente une rigidité plus grande que la mousse de plâtre qui l'entoure. En réalité elle agit comme un indenteur rigide qui se développe au cours de chargement. Dans la zone III, l'effort commence à se stabiliser et à la fin de cette zone les trois courbes se rejoignent. La rupture de l'échantillon de référence et celui sans pa-

Le déboîtement du pier supérieur se produit au même niveau de chargement (≈ 350 N), l'échantillon sans roller coating est rompu à un niveau plus bas (≈ 320 N).

Cette comparaison a mis en évidence que le comportement mécanique de la plaque de plâtre en arrachement semble être régi essentiellement par les propriétés mécaniques du cœur. L'analyse des différentes coupes tomographiques confirme ces conclusions.

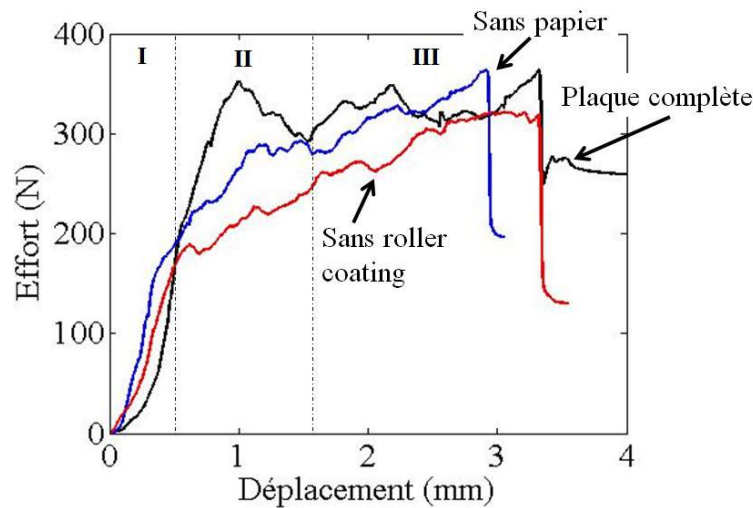


FIGURE 5.36: Courbes d'arrachement pour les différentes configurations, diamètre de la tête du clou de 6,35 mm.

5.4 Conclusions

L'étude bibliographique a mis en évidence que le mécanisme de ruine de la plaque de plâtre en arrachement est encore mal connu. L'essentiel des études précédentes déduisent le mécanisme de ruine d'une part de l'analyse de la courbe de réponse d'arrachement et d'autre part à partir d'analyses post-mortem de l'éprouvette. Toutefois, ces observations ne permettent pas de bien décrire le scénario de rupture.

Dans ce chapitre une méthodologie complète d'analyse de test d'arrachement a été proposée. Grâce à l'apport de la tomographie aux rayons X et les essais d'arrachement *in-situ* le mécanisme de rupture de la plaque en arrachement a été identifié dans l'ordre d'apparition chronologique de différentes dégradations. L'analyse de la courbe d'arrachement montre qu'après la mise en contact entre le clou et l'échantillon, la progression est d'abord linéaire et correspond à un régime élastique. Après la rupture du roller coating, une légère compaction a été observée sur la partie supérieure de la plaque en contact avec la tête du clou. Cette légère compaction est considérée comme le facteur

critique qui favorise la rupture du papier en cisaillement. Après la rupture du papier supérieur l'enfoncement progresse de manière importante à effort plus ou moins constant aux alentours de 350 N dans la zone plateau qui caractérise la phase de compaction du cœur de la plaque. A ce stade la charge appliquée est supportée totalement par le cœur de la plaque grâce aux propriétés mécaniques de la mousse de plâtre. Au cours de la phase de compaction la tête du clou poinçonne le papier supérieur, puis pénètre dans le cœur de la plaque à une profondeur assez importante $\approx 25\%$ de l'épaisseur initiale de la plaque, ce qui conduit à la ruine finale de l'échantillon par fissuration du cœur en cisaillement sous forme d'un cône. L'exploitation des données tomographiques par corrélation d'images volumiques a été effectuée et fait apparaître en particulier un écrasement local de la partie supérieure du cœur de la plaque directement sous la tête du clou avant la rupture du papier supérieur. La mesure de champs de déplacement a confirmé le mécanisme de ruine, elle nous a permis également d'affiner et de justifier le scénario de ruine à l'arrachement proposé à partir de l'analyse de la courbe d'arrachement et les observations tomographiques *in-situ*.

Le changement de la taille de la tête du clou a une influence importante sur le mécanisme de rupture. Le scénario de rupture est modifié principalement par : (i) l'apparition d'une fissure radiale sur la face tendue de l'éprouvette (observée sur le premier échantillon), (ii) le palier de compaction est beaucoup plus court et (iii) le papier supérieur reste intact jusqu'à la rupture du cœur par fissuration en cisaillement. La modification du diamètre de la tête du clou conduit à une résistance à l'arrachement comparable à celle du test de référence. Enfin, afin de tenter de quantifier l'apport de chaque composante de la plaque à la résistance à l'arrachement, une analyse plus poussée de l'essai d'arrachement a été menée en analysant les courbes d'arrachement et les données tomographiques obtenues sur des échantillons sans papier supérieur et sans roller coating.

Il est apparu dans cette étude expérimentale que, chronologiquement, le premier mode de dégradation de la plaque est la rupture du roller coating et la compaction du cœur de la plaque sous la tête du clou. Ces observations permettent d'affirmer que c'est la compaction du cœur qui est le mode d'endommagement le plus important. La comparaison des différents tests réalisés dans cette étude a montré que le comportement mécanique de la plaque de plâtre en arrachement est piloté essentiellement par les propriétés mécaniques du cœur. D'un point de vue mécanique, la détermination d'un critère de poinçonnement ou de compaction du cœur de la plaque s'avère très important en pratique afin de modéliser l'essai d'arrachement.

Au vu de ces conclusions, pour progresser dans la compréhension des mécanismes de ruine de la plaque de plâtre en arrachement, et notamment pour mieux analyser la phase de compaction du cœur de la plaque, nous avons décidé d'orienter notre travail vers des essais d'indentation sphérique. La méthodologie que nous avons développée sera présentée dans le chapitre suivant.

Chapitre 6

Indentation de plâtre

Il a été montré dans le chapitre précédent que la compaction du cœur de la plaque de plâtre est le phénomène limitant pour la « performance » retenue dans l'essai d'arrachement (force maximale). Ce phénomène de compaction est étudié ici dans une géométrie d'essai qui permet un meilleur contrôle et une analyse plus aisée. Des cylindres de plâtre moussé sont extraits à partir de plaques de plâtre industrielles, puis indentées in-situ dans un tomographe à rayons X avec une sphère de taille millimétrique. Les résultats de l'expérience in-situ montrent que le plâtre moussé montre une transition brutale entre un comportement élastique et une compaction forte accompagnée d'un effondrement localisé de la porosité sous l'indenteur. Pour quantifier l'état de contrainte multiaxial qui caractérise cette zone de transition, il est proposé d'analyser l'essai d'indentation sphérique. Les acquisitions tomographiques de l'échantillon sous chargement mécanique associées à la version globale de la corrélation d'images volumiques permettent de mesurer les champs de déplacement à différents niveaux de chargement. Toutefois, en raison de la nature hétérogène de l'essai d'indentation, une haute résolution spatiale des champs de déplacement est demandée. Les champs de déplacement estimés présentent des amplitudes très faibles, l'utilisation d'éléments de petite taille dans l'analyse par corrélation d'images conduit à l'augmentation des incertitudes de mesures ce qui rend la quantification des champs de déformations sur la frontière de la zone compactée non fiable. La nécessité d'estimer finement les déformations à la limite de cette zone nous a conduit à proposer une procédure de corrélation d'images volumiques originale, intégrée et adaptée à l'essai d'indentation sphérique. La nouvelle version est fondée sur des champs de déplacement calculés par le code de calcul EF Abaqus[®]. Elle permet de filtrer de nombreuses fluctuations dans les champs de déplacement et rendre la quantification des champs de déformation (ou de contrainte) dans la zone de transition beaucoup plus robuste. Cela ouvre de nouvelles voies pour l'identification des propriétés mécaniques et notamment la quantification de l'état de contrainte multiaxial dans la zone de transition.

6.1 Essai d'indentation

L'analyse de l'essai d'arrachement a montré que le mode de ruine de la plaque est assez complexe, il combine à la fois la compaction et la fissuration. Il a été aussi montré que le comportement de la plaque est géré essentiellement par les propriétés mécaniques du cœur et que le phénomène de compaction est le mode d'endommagement le plus important dans le scénario de ruine. Pour progresser dans la compréhension du mécanisme de compaction, qui est le facteur limitant pour la résistance à l'arrachement, des essais d'indentation sphérique *in-situ* sur le cœur de la plaque avec des échantillons de géométrie simple ont été réalisés.

Le test d'indentation consiste à mesurer simultanément la profondeur d'indentation, notée h , et l'effort d'indentation, noté F , au cours de l'enfoncement imposé à l'indenteur dans un matériau (figure 6.1). Il est utilisé historiquement pour déterminer le module d'élasticité et la dureté du matériau. La détermination du module élastique est basée sur la théorie de Hertz [152]. L'effort d'indentation est relié à la profondeur d'indentation par :

$$F = \frac{4}{3} E^* R^{1/2} h^{3/2} \quad (6.1)$$

où E^* est le module d'élasticité réduit et R le rayon de l'indenteur. La dureté, assimilée à la pression moyenne sous l'indenteur, est déterminée à charge maximale F_{max} , grâce au calcul de l'aire de contact, notée A_c , projetée entre l'indenteur et le matériau :

$$H = \frac{F_{max}}{A_c} \quad (6.2)$$

L'analyse des essais d'indentation repose sur l'hypothèse d'une montée en charge élasto-plastique, suivie d'une décharge purement élastique (figure 6.1). Plusieurs méthodes ont été proposées afin de déterminer le module élastique, la plus utilisée est celle de Oliver et Pharr [153]. Selon le cycle de chargement effectué, différentes grandeurs peuvent être extraites d'un essai d'indentation. Tout d'abord, si le test est composé d'un unique chargement, les seules grandeurs pouvant être déduites de la courbe d'indentation sont la courbe $F(h)$ et l'énergie totale. Si le test est composé d'un cycle de chargement et de déchargement, on peut déduire les valeurs de la pente de début de décharge, de l'énergie élastique et de l'énergie plastique. Enfin, si le test est composé de plusieurs cycles de chargement, déchargement et rechargement, on peut alors déduire l'évolution des différentes grandeurs évoquées ci-dessus au cours du test. L'évolution de ces grandeurs obtenues pour plusieurs cycles de chargement, déchargement et rechargement a été étudiée par Collin et al. [154].

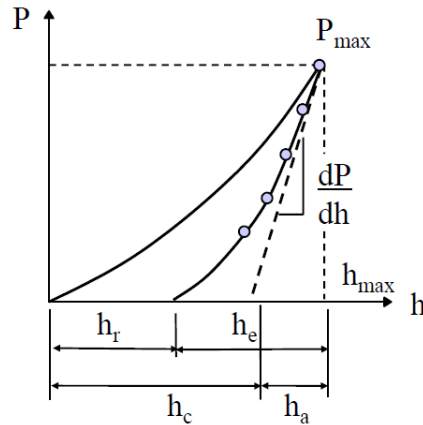


FIGURE 6.1: Courbe de réponse effort-déplacement en indentation sphérique [151]. Il s'agit d'un essai d'indentation à charge maximale P_{max} suivie d'une décharge donnant lieu à un déplacement rémanent h_r . La réponse en charge est élasto-plastique avec une non-linéarité géométrique. La décharge est censée renseigner sur un comportement essentiellement élastique et à une aire de contact constante, d'où l'intérêt habituel de calculer dP/dh .

Sneddon [155] a proposé une solution générale au problème de l'indentation d'un matériau élastique par un indenteur quelconque, la raideur de contact, notée S , est déterminée au début de la phase de décharge lors de retour élastique de la matière sous l'indenteur, elle est définie par :

$$S = \frac{dF}{dh} \quad (6.3)$$

Plusieurs auteurs ont démontré que lorsque le régime élastique est dépassé la relation (6.3) peut s'appliquer lors du déchargement [156, 157, 158]. Cela est généralement vrai dans le cas d'un comportement élasto-plastique sans endommagement où le module élastique est conservé (comportement élastique constant à la décharge). En ce qui concerne l'identification du comportement plastique des matériaux à partir des essais d'indentation, grâce à l'utilisation des méthodes inverses, l'analyse d'une ou plusieurs courbes force-enfoncement permet de déterminer complètement la courbe contrainte-déformation d'un matériau [159, 160, 161] et ainsi d'identifier la limite élastique du matériau et son comportement dans le domaine plastique. La procédure d'identification consiste alors à minimiser l'écart entre des grandeurs issues d'une expérimentation et celles issues de modèles déduits d'une étude numérique. Le problème inverse le plus couramment utilisé en indentation est le problème d'identification paramétrique, qui doit permettre d'obtenir les paramètres associés à une loi de comportement implémentée dans un code de type éléments finis.

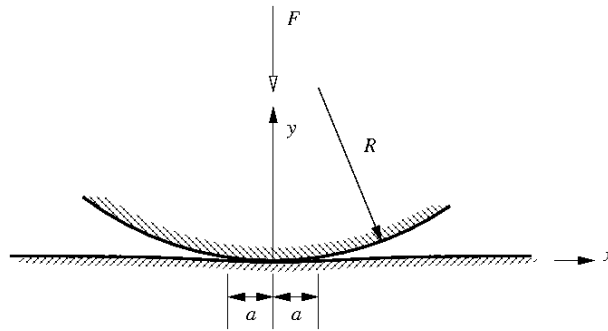


FIGURE 6.2: Indentation sphérique.

Plusieurs études montrent que plusieurs jeux de paramètres peuvent conduire à la même réponse en indentation. Cheng et Cheng [162] proposent une étude complète de l'indentation, ils étudient en particulier la possibilité de déterminer la loi de comportement d'un matériau à partir d'un test d'indentation. Les auteurs démontrent qu'il n'y a pas unicité de la solution dans le cas de l'utilisation d'un unique indenteur conique ou pyramidal. Ceci revient à dire que plusieurs jeux de paramètres peuvent conduire à la même réponse d'indentation.

Selon ces mêmes auteurs l'indentation sphérique n'est pas concernée par ce problème. Pour lever l'indétermination en indentation conique, d'autres auteurs ont proposé d'indenter le matériau avec plusieurs indenteurs différents et de mener ensuite une identification paramétrique sur plusieurs courbes effort-enfoncement [163]. Afin d'assurer l'unicité de la solution le nombre d'indenteur minimal nécessaire doit être égal au nombre de paramètres matériaux à identifier [162].

6.1.1 Indentation sphérique

L'indenteur sphérique, par rapport à d'autres géométries, présente deux avantages majeurs. Le premier est qu'il permet d'extraire plus d'information car les premiers stades du chargement sont intégralement élastiques, puis arrive l'effet de la plasticité. Avec l'indenteur conique ou pyramidal (*i.e.* aigu), la plasticité commence dès que le contact est établi avec l'échantillon. Deuxièmement, l'utilisation des indenteurs sphériques présente l'avantage de faciliter les simulations numériques par l'utilisation d'un modèle d'indentation EF axisymétrique.

La pression moyenne entre la surface de l'indenteur et le matériau est égale au rapport de la charge appliquée et de la surface de contact projetée. Meyer, en 1908, fut le premier à proposer cette relation, et il est maintenant considéré comme la dureté Meyer [164]. Elle est donnée par :

$$P = \frac{F}{\pi a^2} \quad (6.4)$$

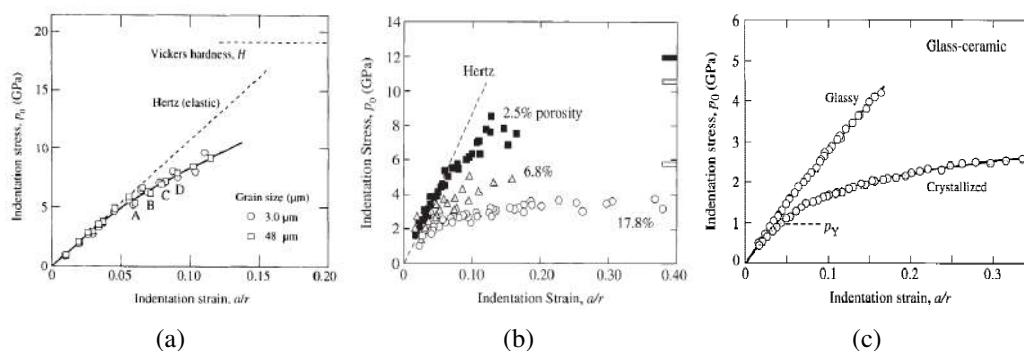


FIGURE 6.3: Courbes contrainte-déformation d'indentation obtenues sur : (a) des aluminés de taille de grain de $3 \mu\text{m}$ et $48 \mu\text{m}$. La droite en pointillés inclinée représente la réponse élastique de Hertz et la ligne pointillée horizontale supérieure est la dureté (moyenne de toutes tailles de grains). La courbe en trait plein est un ajustement empirique aux données pour une alumine commerciale (granulométrie $23 \mu\text{m}$) [165]. (b) Réponse de l'alumine à différents taux de porosité [168] le domaine élastique est présenté par le contact de Hertz. (c) Réponse de vitro-céramiques [169].

où a est le rayon de contact (figure 6.2).

La déformation d'indentation est définie comme le rapport a/R . Il est alors possible de déterminer à partir d'essais d'indentation des courbes de pression moyenne-déformation appelées souvent courbes contrainte-déformation.

6.2 Indentation de matériaux poreux

Une revue de la littérature existante sur les tests d'indentation montre que l'indentation sphérique a été utilisée pour mesurer des courbes de contrainte-déformation pour les aluminés dont la porosité varie de 2,5 % à 18 % (figure 6.3(a) et (b)), pour des vitro-céramiques dont la porosité peut atteindre 20 % (figure 6.3(c)).

Guiberteau *et al.* ont utilisé la méthode dite « bonded-interface technique » [166, 167, 165]. Cette technique consiste à indenter de manière symétrique un échantillon composé de deux demi-blocs, maintenus mécaniquement, avec leurs surfaces polies en contact. Afin de bien visualiser la zone indentée, l'échantillon est ensuite déchargé et la surface de contact des deux demi-blocs est observée. La figure 6.4 illustre le principe de la méthode.

Les résultats d'indentation sphérique obtenus sur des aluminés par Guiberteau *et al.* [165] sont illustrés sur la figure 6.5. On observe d'une part que la taille des grains a un effet important sur l'apparition de l'endommagement sous forme de microfissures et d'autre part, la formation d'une zone densifiée de forme hémisphérique sous la tête de l'indenteur. Les études précédentes confirment que le matériau poreux est plus sensible

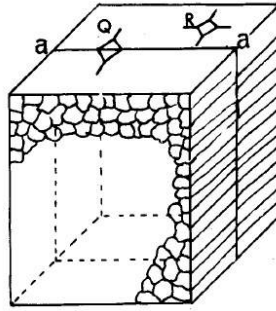


FIGURE 6.4: Schéma illustrant le principe de la méthode « bonded-interface ». Q et R : représentent les empreintes d'indentation, a-a est la trace du plan de contact commun permettant l'observation post indentation [167].

aux dommages que la fissuration macroscopique fragile.

She *et al.* [170] ont utilisé la même technique pour étudier l'endommagement dans des céramiques de nitrure de silicium à 37 % de porosité. Les auteurs ont montré la formation d'une zone densifiée de forme hémisphérique sous l'indenteur qui croît avec l'augmentation de la charge (figure 6.6). Ils décrivent que la plasticité résulte de la microfissuration et pour des taux de porosité plus élevés, cette capacité de densification entraîne une diminution de la formation des fissures d'indentation.

Les premiers travaux sur l'indentation des mousses ont suggéré que leur réponse est contrôlée en grande partie par leur résistance à la compression [9, 20]. Plusieurs études ont été publiées sur la modélisation du comportement des matériaux cellulaires en indentation [22, 171]. Certaines de ces études concernent des roches denses fragiles et beaucoup moins d'attention a été accordée au problème de l'indentation de roches poreuses [172, 173, 174]. Leite et Ferland [173] ont testé en indentation sphérique des roches artificielles constituées d'un mélange de plâtre industriel, de sable, d'eau et de sphères de polystyrène et qui présentent une porosité variant entre 44 et 68 % (figure 6.7). Ils ont conclu que la formation de la zone compactée sous l'indenteur semble être le principal facteur contrôlant le processus d'indentation dans les roches poreuses et que l'étendue de la zone compactée est contrôlée d'une part par la porosité du matériau et de l'autre par les propriétés mécaniques de la structure poreuse.

La tomographie aux rayons X a également été appliquée à l'indentation de mousses métalliques à base d'aluminium [176]. Dans cette dernière étude les observations tomographiques ont montré que la forme de la zone densifiée est approximativement une calotte sphérique située directement sous la tête de l'indenteur (figure 6.8).

Smith et Bay [177] ont utilisé la corrélation d'images volumiques « DVC » pour quantifier les déformations dans les mousses d'aluminium et de les comparer avec les champs simulés à l'aide d'une analyse élastique isotrope par éléments finis. La DVC a été également utilisée pour mesurer les champs de déformations lors d'essais d'in-

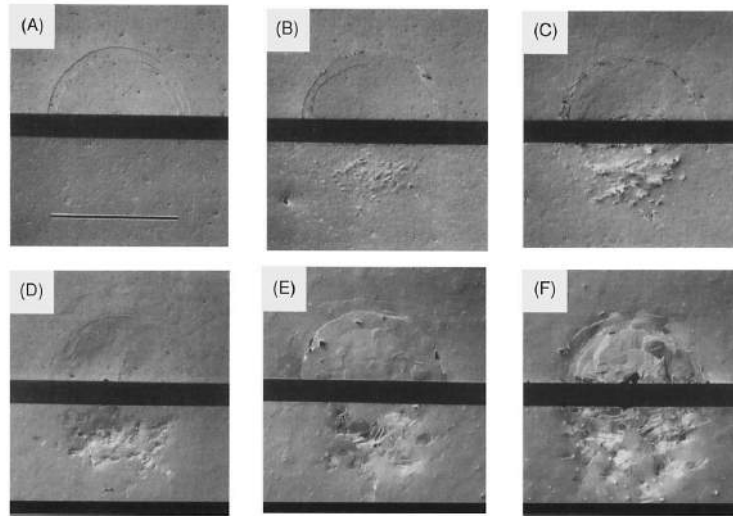


FIGURE 6.5: Microscopies optiques montrant en haut la surface indentée et en bas des coupes sous l'indenteur dans des alumines avec une taille de grain (A) $3 \mu\text{m}$, (B) $9 \mu\text{m}$, (C) $15 \mu\text{m}$, (D) $21 \mu\text{m}$, (E) $35 \mu\text{m}$ et (F) $48 \mu\text{m}$. Tests réalisés à une pression de pénétration fixe (8 GPa), utilisant une sphère de WC de rayon $r = 3,18 \text{ mm}$ pour une charge $P = 2000 \text{ N}$ (voir le point D sur la figure 6.3(a)). La barre d'échelle dans la figure (A) représente le diamètre de contact ($550 \mu\text{m}$) [165].

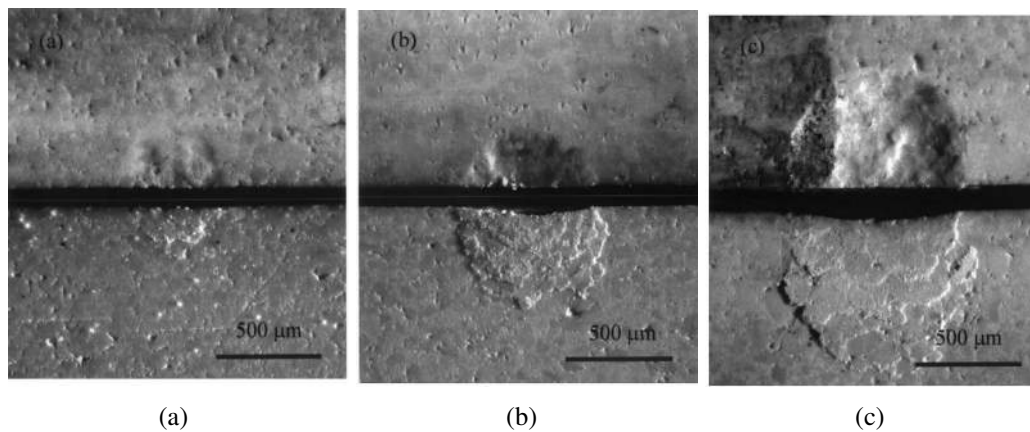


FIGURE 6.6: Micrographies optiques. En haut : la surface indentée, et en bas : des coupes sous l'indenteur dans des échantillons de céramique de nitrure de silicium avec 37 % de porosité (pas très visible) utilisant une sphère de WC de rayon $r = 1,67 \text{ mm}$, à des charges (a) 250 N, (b) 1000 N et (c) 1500 N [170].

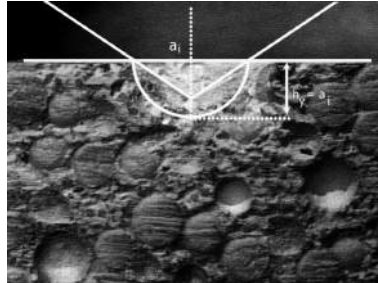


FIGURE 6.7: Photographie d'un échantillon de roche artificielle après indentation montrant la zone compactée sous l'indenteur [173], a_i : le rayon de la zone compactée.

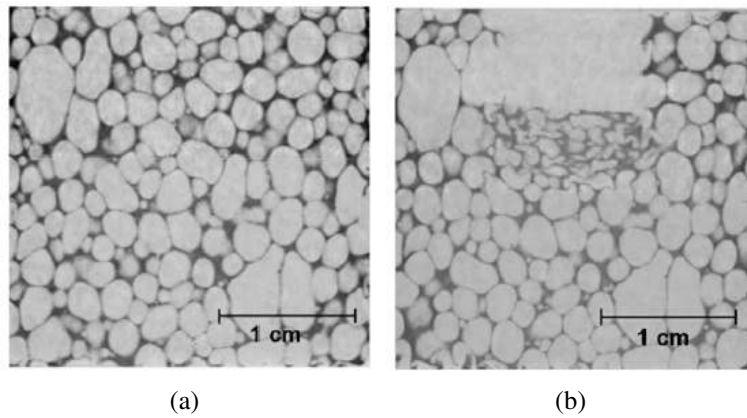


FIGURE 6.8: Coupes tomographiques de mousse Alporas[®] (17 % de densité relative) : (a) état initial, (b) : après indentation [176]. Une zone densifiée de forme hémisphérique est apparue sous l'indenteur.

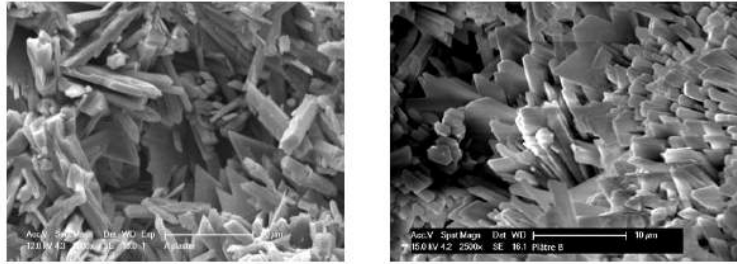


FIGURE 6.9: Images MEB : à gauche plâtre de type « A » à 32 % de porosité, à droite plâtre de type « B » à 56 % de porosité, les cristaux de gypse sous leur forme caractéristique d’aiguilles élancées sont observés [175].

dentation sphérique sur des mousses d’aluminium à cellules fermées et à cellules ouvertes [178]. Mostavafi et al. [179] ont également utilisé la DVC pour étudier le comportement à la rupture de graphite nucléaire polygranulaire sur des barres courtes entaillées (*i.e.* matériau quasi-fragile). Toutefois, dans cette étude les niveaux de déformations étaient très petits, beaucoup plus petits que l’incertitude de mesure en déformation.

6.2.1 Indentation de plâtre moussé

La relation entre la microstructure et les propriétés mécaniques du cœur de la plaque [117, 65, 66], ou l’évaluation de la résistance au feu de cloisons en plaques de plâtre [118] ont déjà été étudiées en détail. Benouis [120] a montré le caractère orthotrope de la plaque de plâtre, qui est une conséquence du comportement à la traction du papier. Toutefois, le plâtre moussé en tant que tel n’a reçu que peu d’attention en tant que partie structurelle, son comportement mécanique et sa résistance à la rupture sont à peine étudiés dans la littérature. Pourtant, certaines propriétés mécaniques sont nécessaires pour les plaques de plâtre, et donc une bonne connaissance de la dégradation des propriétés mécaniques de la plaque est une nécessité.

Récemment, Clément [78, 175] détermine les propriétés mécaniques de céramiques poreuses par essais de micro-indentation instrumentée sphérique. Il a utilisé le plâtre poreux comme matériau modèle, à deux niveaux de porosité différentes (les plâtres « A » et « B » à respectivement 30 et 60% vol). Le type « A » est un plâtre Prestia Selecta (Lafarge), dédié au moulage et présentant une pureté d’au moins 98 %. Le type « B » est un plâtre de grande surface de bricolage avec une pureté supérieure à 90 %. La figure 6.9 montre deux images MEB des plâtres utilisés dans cette étude.

Dans la même étude afin d’illustrer le phénomène de densification, un essai d’indentation sphérique *in-situ* a été réalisé. La formation d’une zone densifiée de forme hémisphérique a été observée sous l’indenteur. La figure 6.10 présente deux coupes médianes de l’échantillon pour deux niveaux de chargement différents. On peut consta-

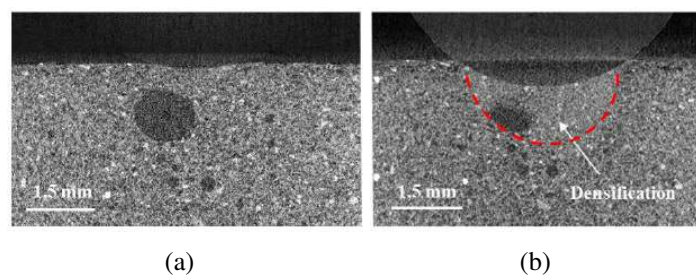


FIGURE 6.10: Images tomographiques d'indentation sphérique *in-situ* avec une sphère en ABS de 6 mm de diamètre : (a) 2 N, (b) 20 N, résolution : 1 voxel \leftrightarrow 6 μ m. Cet exemple, avec une importante bulle d'air sous la zone indentée, met particulièrement en évidence la densification par compaction des cristaux [175].

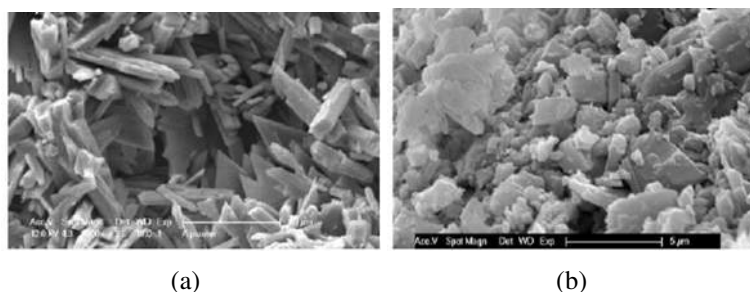


FIGURE 6.11: Observations MEB réalisées après indentation sphérique sur le plâtre « A » (diamètre de l'indenteur : $\phi = 3$ mm, charge : 20 N). a) cristaux de gypse en dehors de la zone endommagée, b) cristaux de gypse dans la zone endommagée : densification sans propagation de fissure macroscopique [175].

ter une importante croissance de la zone densifiée en fonction de la charge appliquée. Une différence de contraste est nettement visible sous l'indenteur. Pour cette gamme de force, la zone densifiée semble être hémisphérique et de taille conséquente (le rayon de la zone compactée est comparable au rayon de contact) mais avec une expansion latérale limitée [175].

Dans le but de visualiser la zone indentée avec une meilleure résolution qu'avec la tomographie à rayons X, la méthode « bonded-interface » a été utilisée. La figure 6.11 montre des observations MEB réalisées après indentation sphérique sur le plâtre « A ». Elles révèlent une densification sous la zone indentée. Cette densification semble se produire par accumulation de morceaux de cristaux de gypse rompus [175]. Il n'est pas possible de savoir à partir de ces images si des phénomènes de glissements entre cristaux sont opérants, comme il a déjà été noté sur du plâtre pris à l'état humide [66].

Clément [175] a proposé une procédure d'identification paramétrique inverse [175] sur les courbes d'indentation sphérique obtenues sur les deux types de plâtre dans le

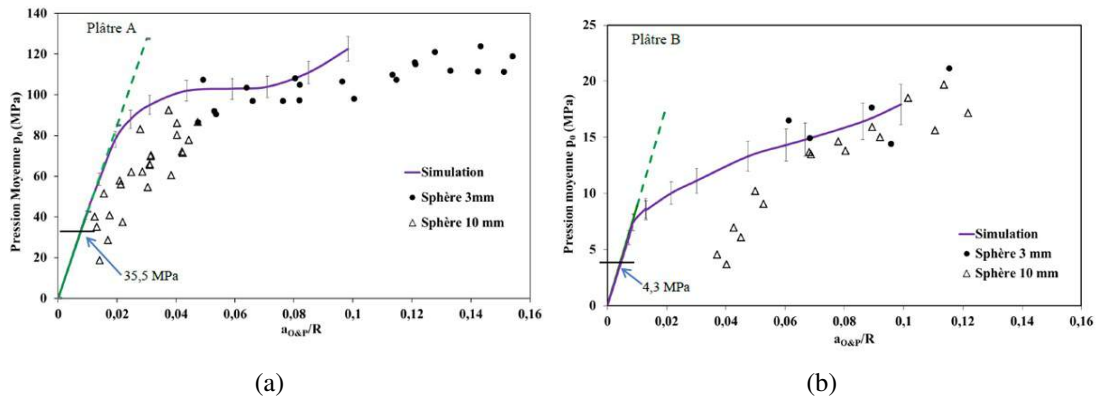


FIGURE 6.12: Courbes de contraintes-déformations d'indentation expérimentales et simulées obtenues avec deux diamètres de sphère de 3 et 10 mm et une gamme de force maximale comprise entre 0,5 et 20 N. Les valeurs seuils (35,5 et 4,3 MPa) indiquées au début de la droite représentant le contact de Hertz sont associées à la limite élastique des matériaux. (a) Plâtre « A », (b) plâtre « B » [175].

but d'identifier les paramètres associés au critère de Drucker-Prager (angle de frottement, cohésion et angle de dilatance). A partir des paramètres de la loi de comportement identifiés, la simulation numérique permet de compléter les courbes de contrainte-déformation pour de faibles déformations, données inaccessibles expérimentalement à cause de la rugosité de surface des échantillons et de la faible limite d'élasticité des matériaux considérés. Ces courbes sont présentées sur la figure 6.12 et superposées aux courbes expérimentales. En analysant la figure 6.12 on remarque que le modèle proposé n'arrive pas à reproduire les résultats expérimentaux notamment pour le plâtre « B » (le plus poreux). L'auteur a justifié cette non-concordance entre les résultats expérimentaux et la simulation par : (i) pour les faibles déformations ($a/R < 0,05$), la différence avec les valeurs expérimentales est bien plus marquée sur le plâtre « B » que sur le plâtre « A », ce qui peut s'expliquer par un état de surface plus rugueux pour le plâtre « B » et un domaine élastique plus restreint, (ii) pour les plus grandes déformations ($a/R > 0,08$), l'erreur entre l'expérience et la simulation devient plus importante notamment pour le plâtre « A ». Deux aspects sont à prendre en compte tout d'abord la convergence du modèle éléments finis qui est plus difficile à ces grandes déformations (des instabilités entraînent une augmentation de la profondeur d'indentation, et par conséquent du rapport a/R , pour une même valeur de force). Ceci se traduit également par une sous-estimation de la pression moyenne, non prise en compte par le critère de Drucker-Prager et (iii) pour les déformations intermédiaires ($0,05 < a/R < 0,08$), la corrélation entre l'expérience et la simulation est la meilleure. Cela s'explique par le fait que l'identification des paramètres a été effectuée avec les déplacements correspondant à cette gamme de déformation.

On a pu remarquer à travers cette étude bibliographique que contrairement aux métaux, peu d'études ont porté sur la caractérisation mécanique des matériaux fragiles à fort taux de porosité par le biais d'essais d'indentation. Les études précédemment publiées mentionnent des matériaux à un taux de porosité de quelques pourcents ou au contraire des matériaux très poreux tels que les matériaux cellulaires. L'essai d'indentation a été utilisé principalement pour déterminer les courbes de contrainte-déformation pour les céramiques à faible taux de porosité. Pour les matériaux qui présentent des taux de porosité plus élevés, une zone densifiée sous la tête de l'indenteur peut apparaître. Cette capacité de compaction locale empêche la rupture par formation de fissures d'indentation. Cependant toutes les études publiées sur les matériaux fragiles ne sont pas habituellement associées à l'identification de la loi de comportement du matériau et en particulier la prise en compte des aspects phénoménologiques tel que la phase de compaction ou la densification. Le matériau de notre étude semble peu étudié dans la littérature et notamment dans notre gamme de porosité. L'utilisation des méthodes inverses pour l'étude de plâtres à fort taux de porosité n'a été que peu traité dans la bibliographie hormis très récemment dans la thèse de Clément [175], mais qui n'a pas caractérisé de plâtres moussés (uniquement microporeux).

Dans la suite, des tests d'indentation sphérique *in-situ* seront menés sur deux types de plâtre moussés différents. L'objectif est d'affiner la compréhension de la phase de compaction qui contrôle la réponse de la plaque de plâtre en arrachement d'une part, et d'autre part de quantifier l'état de contrainte multiaxial qui caractérise la transition entre comportement élastique et compaction. Le mécanisme de compaction sera discuté en fonction de la courbe d'indentation et les observations tomographiques *in-situ*. Une nouvelle méthode de corrélation d'images volumiques, intégrée et adaptée à l'essai d'indentation sphérique sera présentée. Il est proposé de coupler des essais expérimentaux *in-situ*, la corrélation d'images volumiques et la simulation numérique afin de mesurer des champs de déformations (ou contraintes) de très faibles amplitudes dans la zone de transition. L'avantage d'une telle approche est que l'on peut bénéficier de la connaissance préalable sur le champ de déplacement *prévu* via la loi de comportement.

6.3 Etude Expérimentale

Deux types de plâtre moussé nommés respectivement « A » et « B » ont été testés en indentation sphérique *in-situ*, les deux plâtres ayant une microstructure sensiblement différente (à noter que cette terminologie ne se réfère pas aux mêmes types de plâtre étudiés dans la thèse de Clément [175] discutée ci-dessus). La différence de microstructure porte sur différents paramètres : taille, interconnectivité et homogénéité de répartition de la macro-porosité, la taille et l'enchevêtrement des cristaux... Les deux plâtres présentent une densité apparente quasiment identique (de l'ordre de 75 %). La microstructure des deux plâtres est illustrée en figure 6.13.

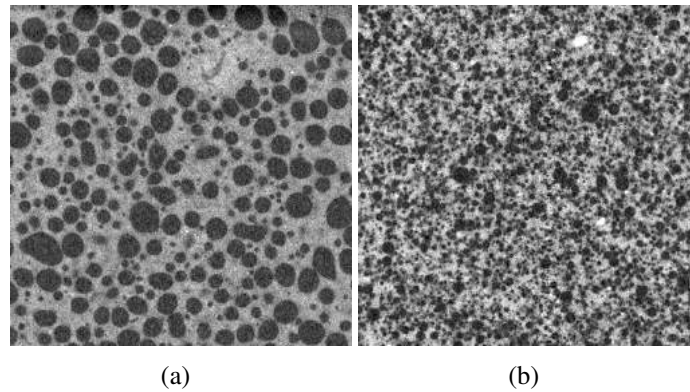


FIGURE 6.13: Coupes tomographiques montrant la microstructure des deux types de plâtres : (a) « A », (b) « B ».

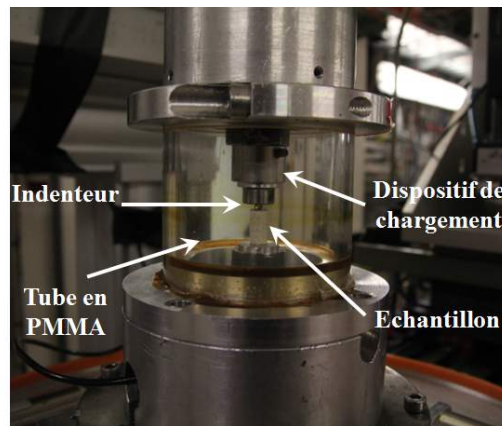


FIGURE 6.14: Dispositif expérimental d'indentation sphérique *in-situ*.

Les échantillons utilisés dans l'expérience sont découpés à partir de plaques de plâtre industrielles. Ensuite le papier supérieur et le roller coating ont été rabotés à l'aide d'un rabot électrique. Les cylindres sans leur papier supérieur et roller coating mesurent 17 mm en diamètre et 10 mm d'épaisseur. La surface supérieure des échantillons est plane, bien lisse et sans densification apparente. Un indenteur sphérique de 6 mm de diamètre est choisi. Le test d'indentation est considéré comme quasi-statique vu la vitesse très faible qui est sélectionnée pour réaliser le test, soit $5 \mu\text{m/s}$. La charge appliquée et le déplacement ont été enregistrés et pilotés pendant le test. Le montage expérimental utilisé est présenté en figure 6.14.

Les échantillons ont été imagés à l'état initial (*i.e.* sans chargement) et à plusieurs niveaux de chargement à la compression. Nous avons réalisé des scans peu espacés en termes de force appliquée pour pouvoir bien suivre l'évolution de la zone densifiée en cours de test. Après chaque pas de chargement, le déplacement de la traverse est in-

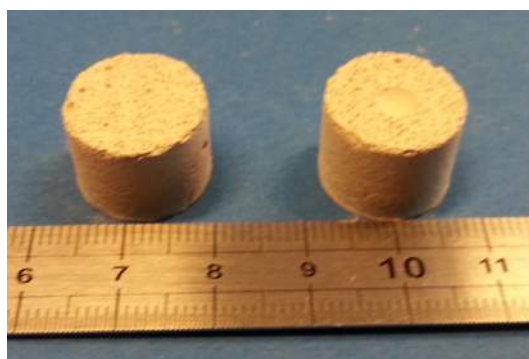


FIGURE 6.15: Echantillon de plâtre « A » avant et après indentation. L’empreinte d’indentation est visible sur la face supérieure de l’échantillon après indentation (échantillon à droite).

terrompu, et le scan suivant est réalisé après un temps de repos de 20 mn environ afin d’éviter le flou dû au déplacement de l’échantillon au cours du processus de relaxation. Les expériences ont été menées sur le tomographe du laboratoire MATEIS avec les paramètres d’acquisition suivants : énergie de faisceau de 90 KV, current des électrons de 200 μ A, la taille physique du voxel est de 12 μ m. 900 radiographies sont acquises au cours des 360° de rotation pour chaque acquisition. La durée totale d’une seule acquisition est d’environ 60 minutes. La figure 6.15 montre l’échantillon préparé à partir de la plaque « A » avant et après indentation.

6.3.1 Résultats expérimentaux

Plâtre « A »

La figure 6.16 montre l’évolution de la charge appliquée en fonction du déplacement de l’indenteur. Une dépendance quasi-linéaire de la charge appliquée à la profondeur de pénétration est observée. Les oscillations dans la courbe de réponse effort-déplacement sont dues à des cycles répétés de l’effondrement de la porosité et de la densification au cours du chargement. Une dépendance comparable de l’effort appliqué avec la profondeur d’indentation a été obtenue pour les roches poreuses [173] et pour le plâtre [175].

La figure 6.17 montre les rendus 3D des volumes reconstruits de l’échantillon dans sa configuration de référence (figure 6.17(a)) et à la huitième étape de chargement (figure 6.17(b)). La zone compactée, où la microstructure est écrasée à cause de l’effort de compression, est visible sur la partie supérieure de la configuration déformée.

L’évolution de la microstructure au cours de l’essai est illustrée par des coupes médianes à différents niveaux de chargement (figure 6.18). On constate que la zone densifiée est située directement sous la tête de l’indenteur et une forme semi-ellipsoïdale se développe. Lorsque l’indenteur a pénétré à une profondeur suffisante, il est supporté

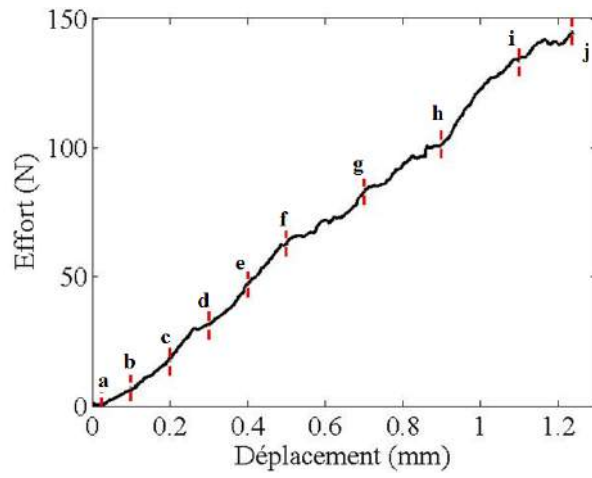


FIGURE 6.16: Courbe de réponse effort-déplacement en indentation sphérique, les lettres sur le graphe indiquent le moment où l'échantillon a été imagé.

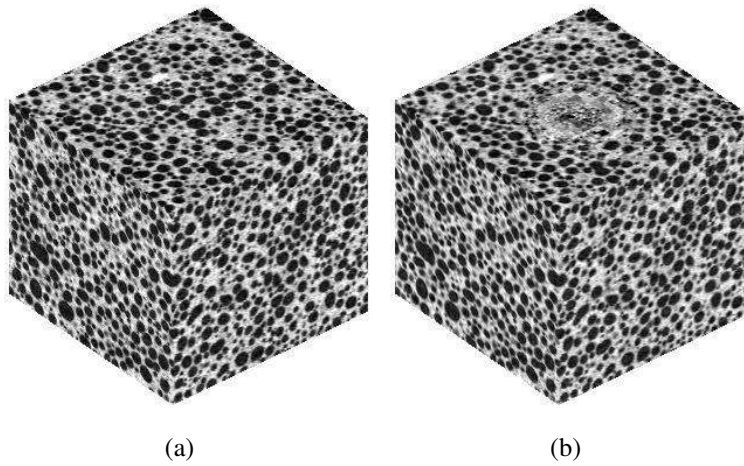


FIGURE 6.17: Rendus 3D, (a) : configuration de référence, (b) : configuration déformée où la région écrasée sous l'indenteur sur la face supérieure peut être clairement observée.

essentiellement par la zone de plâtre compacté. En dehors de la zone compactée, la microstructure reste intacte. Au bout d'un certain niveau de chargement, la région écrasée et compactée sous la tête de l'indenteur agit comme un matériau pratiquement incompressible qui transmet la charge au plâtre intact environnant. Une fois que la zone compactée est complètement développée, la forme de la tête de l'indenteur n'intervient plus dans le processus d'indentation, qui est alors totalement contrôlé par la taille et la forme de la zone écrasée. Un phénomène similaire avec une forme de zone compactée comparable a déjà été observé pour des briques faites d'un matériau réfractaire très poreux (65 % de porosité [172]), une roche artificielle poreuse [173] et une mousse d'aluminium [177, 176]. Récemment les mêmes observations ont été rapportées sur un plâtre poreux [175].

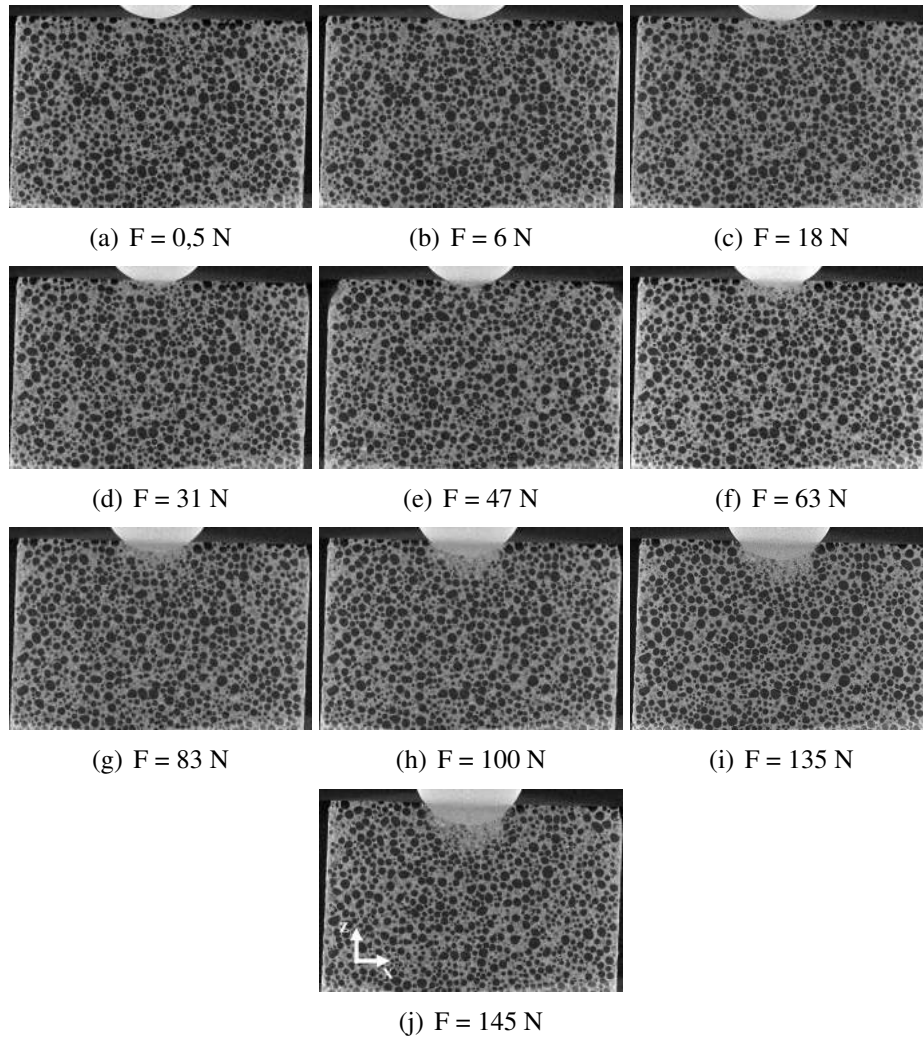


FIGURE 6.18: Coupes tomographiques médianes montrant l'évolution de la microstructure à différents niveaux de chargement. Les labels de sous-figures correspondent aux scans de la figure 6.16. La coupe (a) présente l'état initial. La région écrasée sous l'indenteur peut être clairement observée.

Plâtre « B »

La figure 6.19 montre la courbe d'indentation enregistrée au cours du test. Comme pour le plâtre « A » une dépendance quasi-linéaire de la charge appliquée à l'enfoncement est observée. Les oscillations dans la courbe de réponse effort-déplacement sont également dues à des cycles répétés de l'effondrement de la porosité et de la densification au cours du chargement.

L'évolution de la microstructure au cours du test est illustrée par des coupes mé-

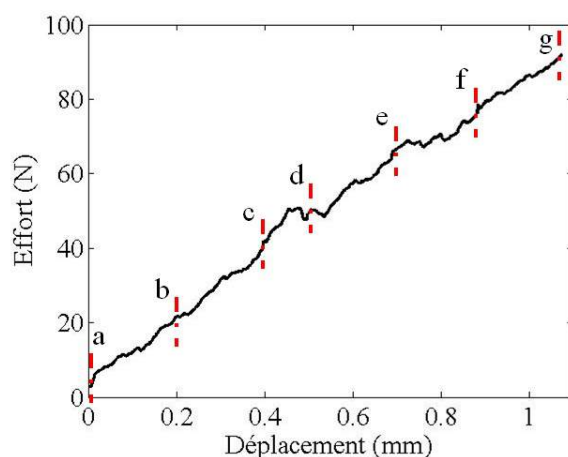


FIGURE 6.19: Courbe de réponse effort-déplacement en indentation sphérique, les lettres sur le graphe indiquent le moment où l'échantillon a été imagé.

dianes à différents niveaux de chargement (figure 6.20). On constate comme pour le plâtre « A » que la zone densifiée est située directement sous de la tête de l'indenteur et une forme semi-ellipsoïdale se développe au cours du chargement.

Il est intéressant de comparer les zones densifiées de chaque plâtre pour une même profondeur d'indentation (figure 6.21). La zone densifiée semble être de taille plus importante et plus « diffuse » dans le plâtre « B » alors qu'il n'est chargé qu'à 90 N. Le plâtre « A », chargé à 140 N, possède une zone densifiée plus petite dont les contours sont mieux définis avec le plâtre moussé environnant. À noter que le rapport des forces appliquées pour le même enfoncement est de l'ordre de $3/2$. Les deux courbes d'indentation obtenues sur les deux types de plâtre sont montrées en figure 6.22. On observe sur les deux graphes la même allure et, bien que les deux matériaux présentent une densité apparente quasiment identique, leur comportement en indentation sphérique est nettement différent. En effet, le plâtre « A » montre des caractéristiques supérieures que celles de plâtre « B ». La relation entre les caractéristiques mécaniques et les paramètres descriptifs de la microstructure reste à affiner, mais il paraît crédible que la plus grande homogénéité dans la répartition des bulles de la plaque « A » soit un des facteurs explicatifs de sa meilleure tenue mécanique. En effet, il a déjà été montré par simulation par éléments finis sur un ciment macro-poreux que les zones de surcontraintes locales sont reliées aux hétérogénéités de répartition des pores [184]. De même, la présence d'une « coque » dense de cristaux de gypse autour des bulles et l'absence d'interconnexions qui affaiblissent la résistance des parois sur les plaques « A » sont également des éléments favorables, comme déjà mentionné par Tonyan [185, 186]. D'autres facteurs sont à considérer dans la comparaison du comportement des matériaux, comme la taille des bulles, la taille et la forme des cristaux et les liaisons intercrystallines. Tout cela nécessiterait une étude plus poussée à l'échelle microscopique.

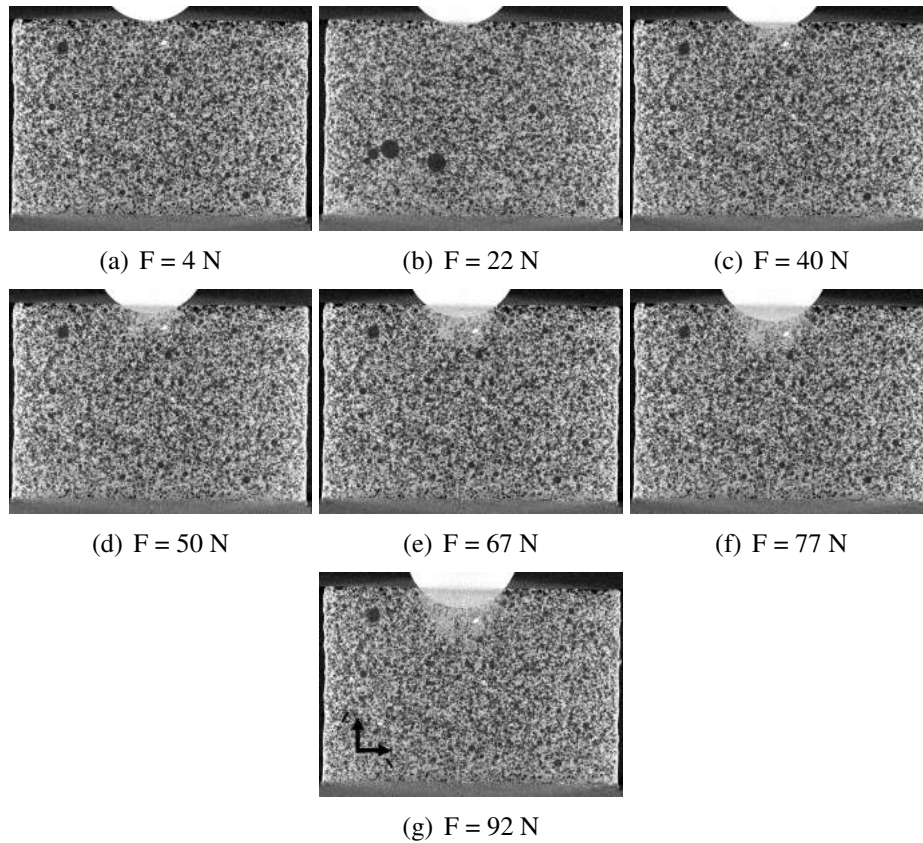


FIGURE 6.20: Coupes tomographiques médianes montrant l'évolution de la microstructure à différents niveaux de chargement. Les labels de sous-figures correspondent aux scans de la figure 6.19. La coupe (a) présente l'état initial. La région écrasée sous l'indenteur peut être clairement observée.

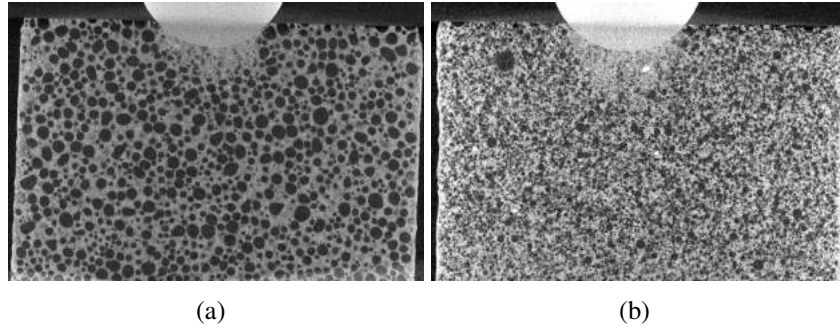


FIGURE 6.21: Comparaison des zones densifiées pour 1,1 mm d'enfoncement : (a) plâtre « A », (b) plâtre « B ».

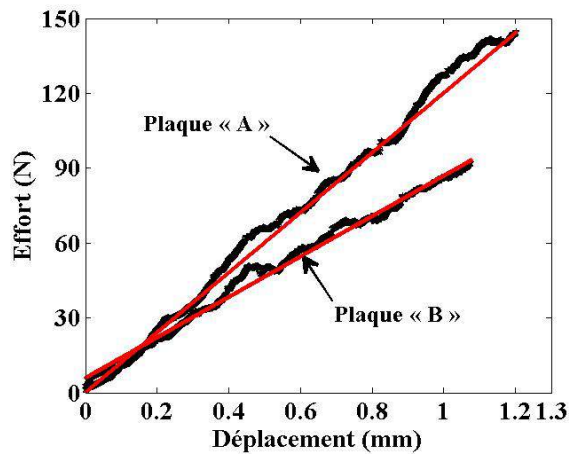


FIGURE 6.22: Courbes d'indentation pour les deux plâtres. Les deux droites présentent l'ajustement linéaire de la mesure.

6.3.2 Estimation de la contrainte d'effondrement de la porosité

Le rayon de la surface de contact, noté a , entre l'indenteur et le matériau est déduit à partir d'une simple construction géométrique :

$$a^2 = 2R\delta \quad (6.5)$$

Après l'enfoncement de l'indenteur de δ avec une aire de contact de rayon a ($a \ll R$), la contrainte d'effondrement de la porosité, notée σ_{eff} , est calculée à partir de la relation suivante :

$$\sigma_{eff} = \frac{F}{S_{cont}} = \frac{F}{\pi a^2} = \frac{F}{2\pi R\delta} \quad (6.6)$$

Plaques	« A »	« B »
σ_{eff} (MPa)	6	4

TABLE 6.1: Contrainte d'effondrement de la porosité.

d'où la relation linéaire entre la force appliquée et l'enfoncement

$$F = 2\pi R \delta \sigma_{eff} \quad (6.7)$$

Sur la base des ajustements linéaires de la figure 6.22 la containte approximative d'effondrement de la porosité de deux plâtre est calculée à partir de l'équation (6.7). Les résultats sont reportés dans le tableau 6.1.

6.3.3 Mesures de champs cinématiques

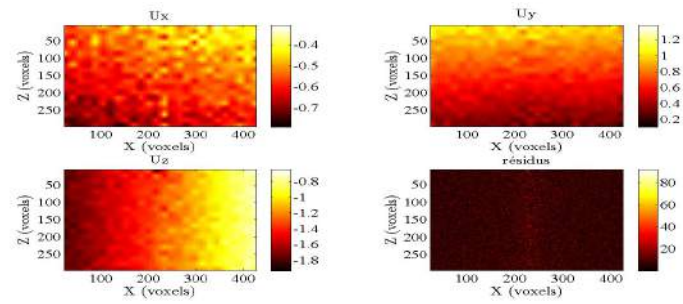
La version globale de la corrélation d'images volumiques (C8-DVC) a été utilisée pour mesurer des champs de déplacements 3D. Un maillage régulier avec des éléments C8 a été utilisé. Le déplacement au niveau du n -ième volume est évalué par rapport au volume initial (état non déformé, considéré comme référence). Le volume d'intérêt a une taille de $400 \times 400 \times 288$ voxels, soit $4,8 \times 4,8 \times 3,5$ mm. La taille des éléments C8 est de 16 voxels, soit $192 \mu\text{m}$. Ce choix a donné lieu à moins de 34 000 degrés de liberté cinématiques inconnus.

Les champs de déplacements mesurés par la version C8-DVC pour les deux types de plâtres « A » et « B » sont illustrés respectivement dans les figures 6.23 et 6.24. Comme la région compactée a perdu sa microstructure initiale, les champs de résidus augmentent de manière significative dans cette région et le champ de déplacement reste indéterminé dans cette zone. Les cartes de résidus de corrélation fournissent un très bon estimateur de la taille et de la forme de la zone compactée car sont interpolées à l'échelle de chaque voxel ce qui permet une description fine de la limite entre la zone compactée et le reste de l'échantillon non-endommagé. L'évolution de la zone écrasée sous la tête de l'indenteur est illustrée en 3D pour différents niveaux de chargement à la figure 6.25. La carte de résidus et sa valeur moyenne fournissent également des indices objectifs de qualité de la mesure et permettent de juger si l'hypothèse d'un comportement élastique du plâtre en dehors de la zone compactée est respectée (aucun signe de déviation de l'élasticité linéaire est observé en dehors de la zone écrasée). Le résidu moyen estimé au dernier scan est de l'ordre de 3,30 % pour le plâtre « A » et de 6,30 % pour le plâtre « B ». Le résidu moyen dans le cas de plâtre « B » est presque le double de celui de plâtre « A ». Cela est dû d'une part à la taille de la zone compactée qui est plus grande dans le cas de plâtre « B » et d'autre part aux artefacts de reconstruction notamment les anneaux de reconstruction qui sont clairement visibles sur les cartes de résidus du plâtre

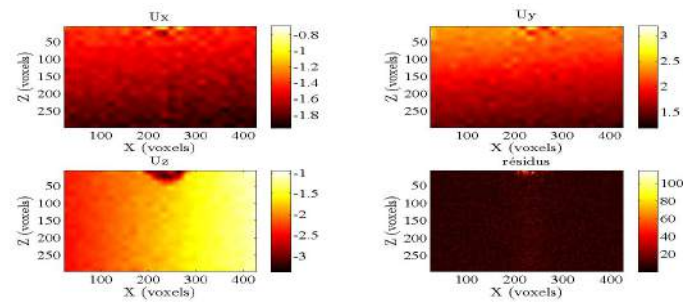
« B ». Une autre source de différence de résidus moyen entre les deux plâtres est liée au fait que les volumes reconstruits du plâtre « B » présentent un niveau de bruit supérieur à ceux du plâtre « A ». Les résultats de la mesure de champs confirment les observations tomographiques et en particulier la formation d'une zone compactée située sous la tête de l'indenteur, avec une frontière très nette avec le plâtre environnant.

En raison du niveau de bruit dans les volumes reconstruits eux-mêmes et la gamme de déplacement de très faible amplitude observée en dehors de la zone écrasée, la mesure est trop bruitée pour permettre une détermination robuste du champ de déformation en particulier à la limite de la zone écrasée. Beaucoup de fluctuations sur les champs de déplacement sont visibles de par la très faible dynamique (moins de 2 voxels) en dehors de la zone écrasée. Une part de ces fluctuations est due aux incertitudes de mesure associées à l'utilisation d'éléments de petite taille dans l'analyse par corrélation d'images. Cette première analyse montre que même avec des éléments de petites tailles, la version C8-DVC fournit une bonne première estimation de champs de déplacement. Cependant, la mesure est polluée par les incertitudes de mesure et une évaluation fiable des champs de déformations ne peut pas être atteinte à une échelle si petite.

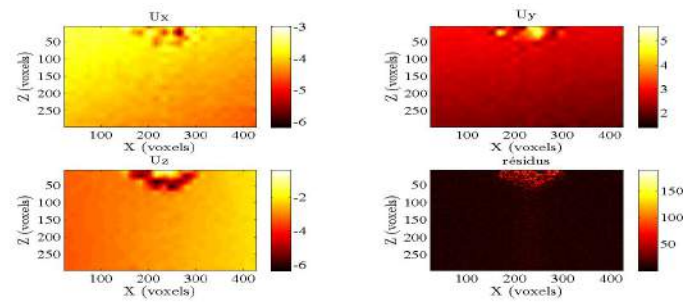
Pour aller au-delà de ces résultats, le point crucial est de choisir la discrétisation spatiale appropriée du champ de déplacement recherché. Un maillage grossier permet de réduire le niveau des incertitudes de mesures, mais cela se fait au détriment d'une faible résolution spatiale. Inversement, l'utilisation de mailles fines induit une meilleure résolution spatiale, mais puisque le nombre de voxels par élément décroît, les incertitudes de mesure sont plus grandes. De plus, des artefacts de reconstruction sont inévitablement présents dans l'image reconstruite [180] et donc des éléments de très petites tailles sont difficilement utilisables. Par conséquent, l'analyse des champs de déplacements résulte d'un compromis entre la résolution spatiale et l'incertitude de mesure [181, 105]. Ces deux quantités sont influencées par la texture de l'image et la complexité du champ de déplacement [182]. De même, quand la taille de l'élément diminue la sensibilité au bruit augmente. Cela peut être tolérable pour des mesures de champs de déplacement, mais devient rapidement limitant pour la détermination de champs de déformation. Récemment, Leclerc *et al.* [105, 104] ont proposé une autre alternative pour contourner ce compromis par le biais d'une régularisation mécanique utilisée lorsque les niveaux de gris ne donnent pas assez d'information. Dans la partie suivante, une stratégie alternative est proposée afin de contourner cette difficulté.



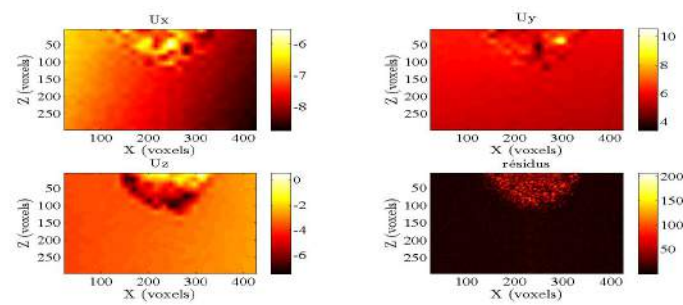
(a)



(b)



(c)



(d)

FIGURE 6.23: Coupes verticales 2D dans les champs de déplacements mesurés par C8-DVC pour différents niveaux de chargement de la courbe 6.16 pour le plâtre « A », (a) : scan (b), (b) : scan (d), (c) : scan (g), (d) : scan (i). Les déplacements sont exprimés en voxels ($1 \text{ voxel} \leftrightarrow 12 \mu\text{m}$) et les résidus en niveaux de gris.

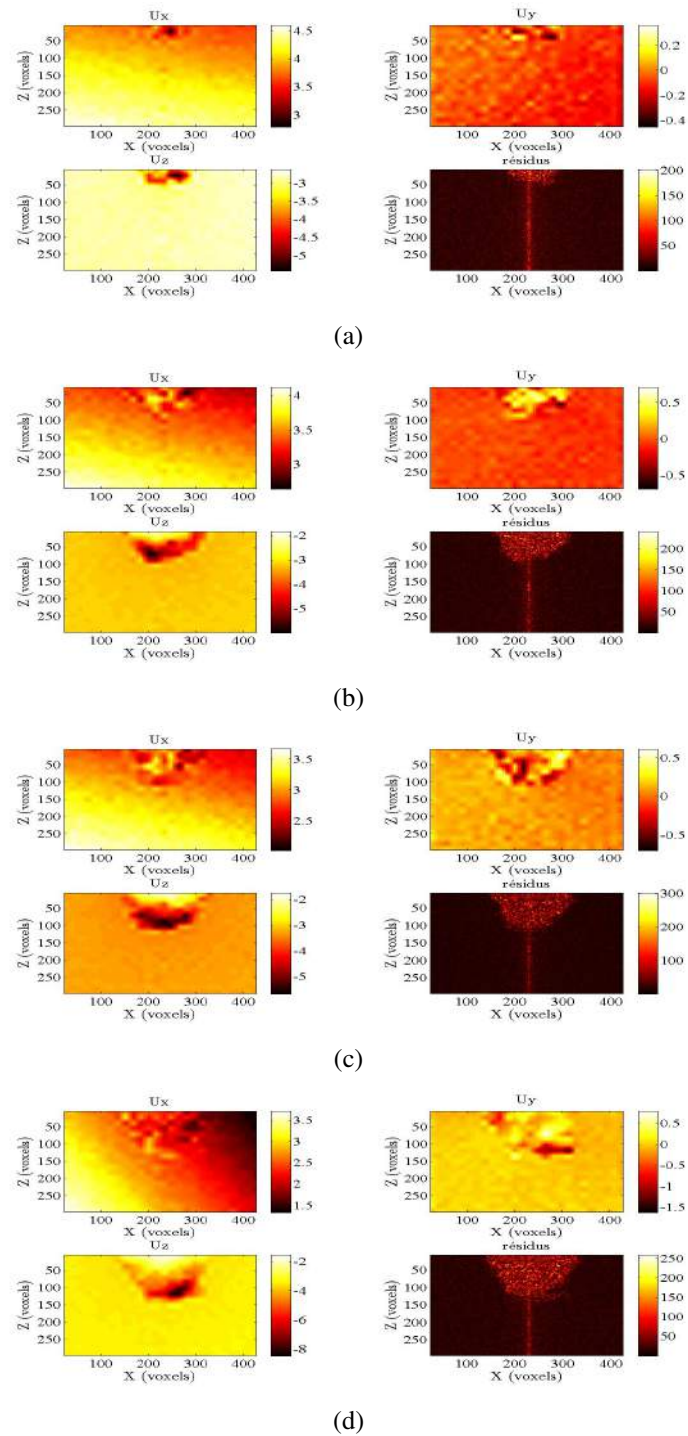


FIGURE 6.24: Coupes verticales 2D dans les champs de déplacements mesurés par C8-DVC pour différents niveaux de chargement de la courbe 6.19 du plâtre « B », (a) : scan (c), (b) : scan (e), (c) : scan (f), (d) : scan (g). Les déplacements sont exprimés en voxels (1 voxel \leftrightarrow 12 μ m) et les résidus en niveaux de gris.

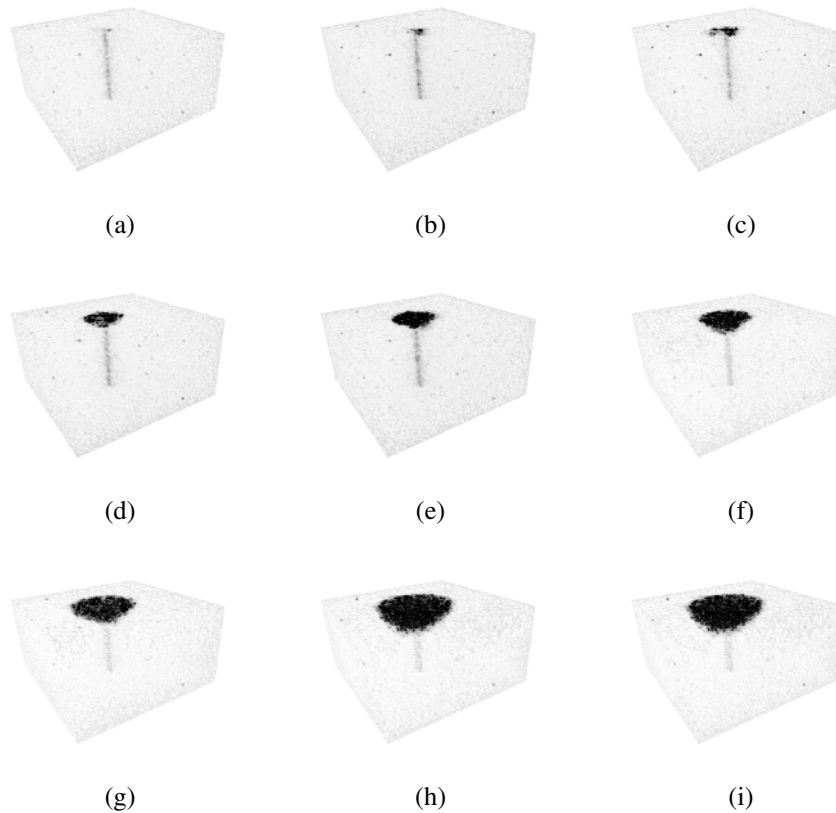


FIGURE 6.25: Rendus 3D des résidus seuillés montrant le développement de la zone indentée sous la tête de l'indenteur au cours de test d'indentation (plaque « A ») et les aréfacts de reconstruction au voisinage de l'axe de rotation.

6.3.4 Base réduite

L'idée de base est de concevoir une base réduite, adaptée à l'essai d'indentation sphérique et qui permette ainsi une description fidèle de la cinématique du test d'indentation en particulier à l'interface de la zone écrasée avec le reste de l'échantillon qui est supposé se comporter élastiquement. Le fait que certaines informations sur le champ de déplacement recherché et la loi de comportement de matériau sont disponibles *a priori* permet une réduction significative du nombre de degrés de liberté du système à résoudre. Les observations tomographiques *in-situ* montrent que l'indentation de plâtre procède par la croissance progressive du domaine écrasé sous la tête de l'indenteur, tandis que le reste de l'échantillon peut être considéré comme élastique. Cette information *a priori* est utilisée pour concevoir une nouvelle approche de DVC basée d'une part sur l'exploitation de la connaissance des conditions aux limites pour sélectionner une

bibliothèque de champs réduite qui contient les déplacements les plus pertinents pour décrire la cinématique de l'essai et d'autre par sur l'exploitation de la connaissance du comportement élastique [183].

Les conditions aux limites utilisées dans les simulations consistent en : (i) un mouvement de corps rigide sur la face inférieure de l'échantillon, ce dernier est ajusté à partir d'une analyse grossière par C8-DVC (figure 6.26). L'estimation de ce champ a été effectuée dans une région éloignée de la zone compactée (figure 6.27). (ii) Des surfaces libres sur toutes les autres surfaces-frontières en dehors de la zone compactée. (iii) Sur la limite de la zone compactée le déplacement est recherché sous une forme simple comparable à un développement sur une base d'harmoniques sphériques tronquée. Plus précisément, la bibliothèque de champs utilisée pour décrire le déplacement sur la frontière de la zone compactée est d'abord limitée à des champs axisymétriques :

$$\begin{cases} u_x(a_i, \varphi, \theta) = v \cos(\varphi) \sin(\theta) + w \cos(\varphi) \cos(\theta) \\ u_y(a_i, \varphi, \theta) = v \sin(\varphi) \sin(\theta) + w \sin(\varphi) \cos(\theta) \\ u_z(a_i, \varphi, \theta) = v \cos(\theta) - w \sin(\theta) \end{cases} \quad (6.8)$$

où θ et φ sont les angles polaire et azimutal respectivement (figure 6.28). Les deux champs, v et w sont des combinaisons linéaires s'écrivant sous la forme :

$$\begin{cases} v(a_i, \theta) = a_1 + a_2 \cos(\theta) + a_3 \cos(2\theta) + a_4 \cos(3\theta) \\ w(a_i, \theta) = a_5 \sin(\theta) + a_6 \sin(2\theta) + a_7 \sin(3\theta) \end{cases} \quad (6.9)$$

où a_i ($i = 1, \dots, 7$) désignent les amplitudes des champs à identifier. En plus de ces champs, deux autres champs qui résultent de forces de cisaillement suivant la direction x et y exercées par l'indenteur sur le spécimen sont calculés numériquement via le code Abaqus[®]. Leurs amplitudes sont notées a_8 et a_9 , respectivement. Ces deux composantes non axisymétriques sont générées en imposant un déplacement uniforme selon x et y sous la zone compactée pour tous les nœuds de la calotte héli-ellipsoïdale.

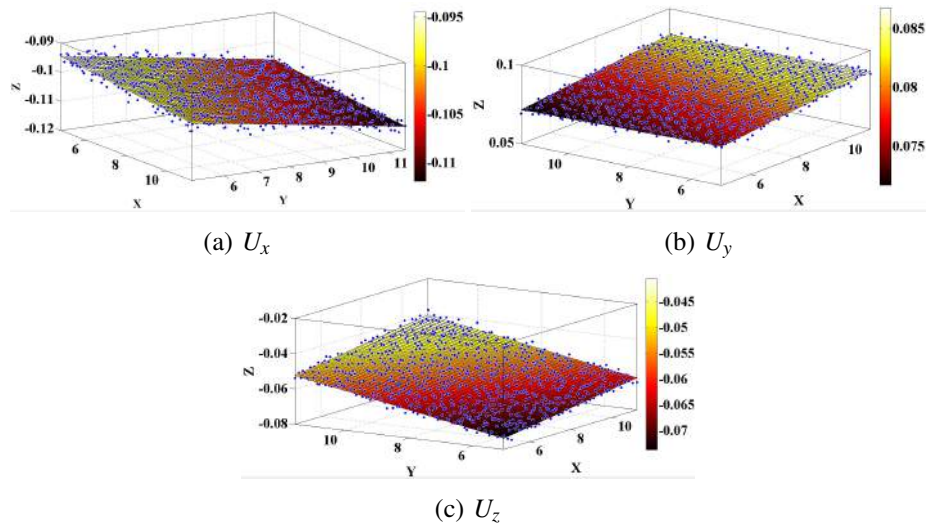


FIGURE 6.26: Déplacements lié à un mouvement de corps rigide mesurés par C8-DVC loin de la zone compactée. Les champs sont exprimés en voxels (1 voxel \longleftrightarrow 12 μm). En pointillés la mesure aux nœuds, le plan représente l'ajustement proposé qui servira par la suite comme conditions aux limites imposées sur la face inférieure de cylindre (voir figure 6.30(a)). A noter la très faible dynamique des trois composantes.

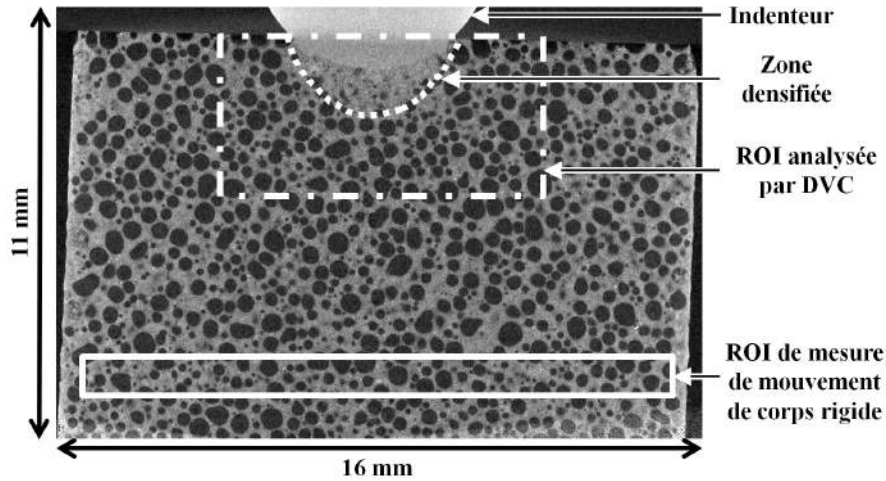


FIGURE 6.27: Coupe tomographique verticale montrant l'endroit de mesure du mouvement de corps rigide par C8-DVC.

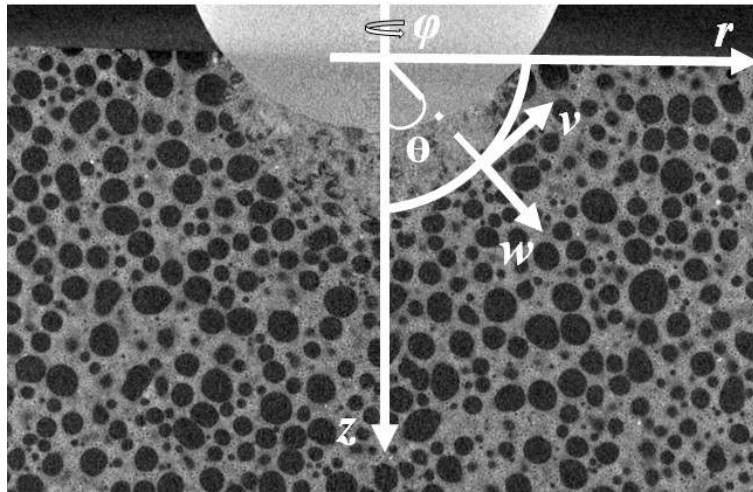


FIGURE 6.28: Repère de coordonnées sphériques.

Les simulations numériques 3D de l'essai d'indentation sphérique ont été réalisées à l'aide du logiciel commercial Abaqus[®]. Dans la modélisation la zone écrasée est exclue, elle est sous-estimée de 20 voxels dans chaque direction ($\approx 2 \times \ell$). Cela permet de s'affranchir de l'effet de surface libre d'un côté, et nous permet dans la suite de relire les champs de contraintes en faisant varier la zone de transition entre la limite de la région analysée par la DVC et la limite réelle de la zone compactée (figure 6.29). Comme aucun signe de déviation de l'élasticité linéaire n'est observé, il est admis que le comportement de plâtre en dehors de la zone écrasée reste élastique linéaire. La région compactée est masquée dans l'ensemble du domaine étudié par la DVC. Pour chaque champ de la bibliothèque (*i.e.* amplitude unitaire a_i tandis que tous les autres a_j ($j \neq i$) sont égales à 0), les champs de déplacement sont calculés numériquement en utilisant le code de calcul Abaqus[®]. Le plâtre poreux est traité comme un milieu élastique, homogène et isotrope, avec un coefficient de Poisson $\nu = 0.15$. À noter que le module d'Young n'entre pas en jeu pour les conditions aux limites de type Dirichlet ou les surfaces libres. La figure 6.30 montre le modèle géométrique utilisé lors des simulations numériques, dans lequel la totalité de l'éprouvette est modélisée avec les dimensions suivantes : diamètre de cylindre 16 mm, hauteur 10 mm. Les conditions aux limites imposées à la simulation sont présentées dans la figure 6.30(a), la figure 6.30(b) illustre un zoom sous la zone indentée où on voit que pour chaque nœud de la surface hemi-ellipsoïdale un déplacement qui résulte de la combinaison linéaire de la base réduite est imposé.

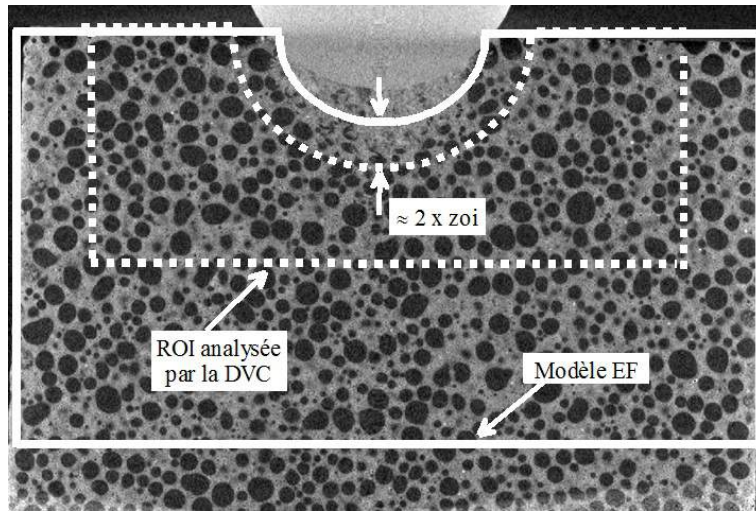


FIGURE 6.29: Coupe tomographique illustrant la zone modélisée et celle analysée par la DVC.

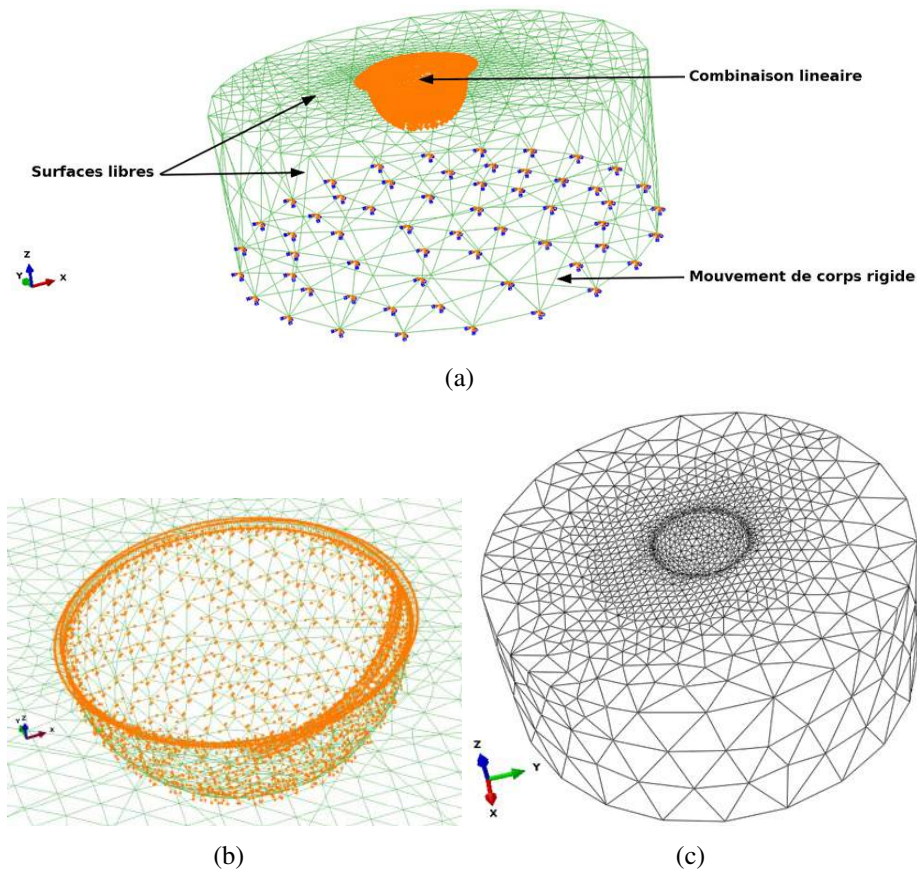


FIGURE 6.30: Simulation numérique : (a) conditions aux limites imposées, (b) zoom montrant le détail des conditions aux limites sous la zone indentée et (c) maillage EF tétraédrique utilisé.

Un aperçu du maillage qui utilise des éléments tétraédriques est illustré en figure 6.30(c). Près de la frontière de la zone écrasée, la taille des éléments est de l'ordre de $100 \mu\text{m}$ (ou 8 voxels). Trois exemples de champs de déplacement générés par Abaqus[®] sont présentés dans la figure 6.31. La figure 6.31(a) présente le champ de déplacement de mouvement de corps rigide. Les figures 6.31(b) et (c) illustrent respectivement les deux champs de déplacement correspondant à la première et la huitième amplitude (a_1 et a_8).

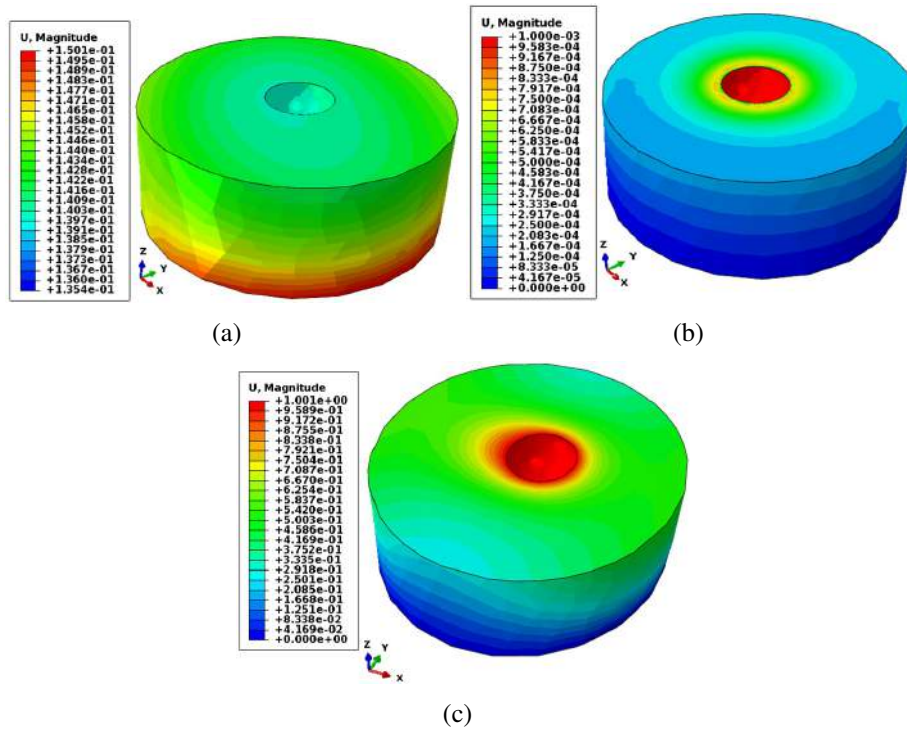


FIGURE 6.31: Exemples de champs de déplacement générés via Abaqus[®]. (a) Champ de mouvement de corps rigide. (b) Champ de déplacement correspondant à la première amplitude a_1 . (c) Champ de déplacement correspondant à la huitième amplitude a_8 .

Au bilan, à partir des simulations par éléments finis, neuf champs de déplacement définis à l'échelle de chaque voxel sont obtenus (de sorte qu'aucun maillage n'est plus nécessaire pour les analyses ultérieures par DVC). Cependant, comme le déplacement de chaque champ s'étend sur l'ensemble du domaine d'étude, le problème à résoudre à chaque itération est global et sa taille reste modeste, soit le nombre de champs qui composent la base réduite (*i.e.* 9×9). Le calcul de corrélation pour identifier les amplitudes optimales n'est pas une étape limitante.

La version C8-DVC a été utilisée pour mesurer des champs de déplacements 3D. Le volume d'intérêt a une taille de $576 \times 576 \times 256$ voxels, soit $6,9 \times 6,9 \times 3,07$ mm. La taille des éléments C8 est de 8 voxels, soit $96 \mu\text{m}$. Ce choix a donné lieu à plus de 497 000 degrés de liberté cinématiques inconnus. Les champs de déplacement mesurés par la version C8-DVC au scan « j » de la figure 6.16 sont illustrés en figure 6.32. Comme la région compactée a perdu sa microstructure initiale de par l'effondrement de la porosité, cette région est masquée dans la région d'intérêt. Les champs de déplacements mesurés avec la base cinématique réduite pour le même scan sont présentés dans la figure 6.33. En comparant les champs de déplacements obtenus par les deux approches, on observe que la même gamme de déplacement est mesurée. Cependant, la plupart des fluctuations

sont filtrées, mais les grandes longueurs d'onde sont préservées.

L'incertitude sur la mesure des champs de déplacement a été estimée dans une zone très éloignée de la zone compactée (figure 6.27), où les déformations sont très petites. Après élimination du mouvement de corps rigide, l'incertitude de mesure sur le champ de déplacement est de l'ordre de 0,03 voxel ou 0,3 μm avec la nouvelle implémentation. En comparant ce dernier niveau avec les résultats obtenus par la version C8-DVC (incertitude de mesure sur le champ de déplacement est de l'ordre de 5 μm ou 0.5 voxel), il y a une diminution marquée de l'incertitude de mesure. Le niveau de résidus moyen de corrélation (5,14 %) est comparable à celui observé avec la base C8-DVC (5,06 %). Ceci valide la base cinématique choisie. Insistons sur le fait que le nombre de degrés de liberté cinématiques a été réduit de 497000 à 9 !

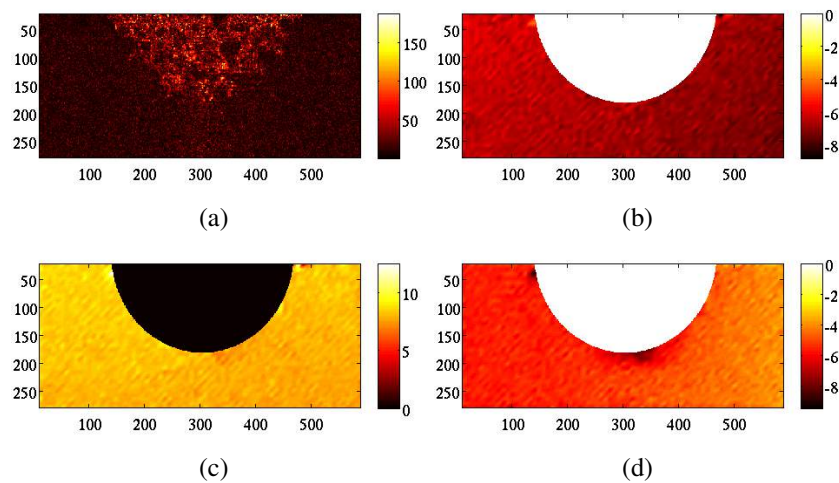


FIGURE 6.32: Coupes dans les champs de déplacement mesurés par C8-DVC et les résidus correspondant. (a) champ de résidus (en niveau de gris), (b) champ de déplacement U_x , (c) champ de déplacement U_y , (d) champ de déplacement U_z . Les champs de déplacement sont exprimés en voxels (1 voxel \longleftrightarrow 12 μm). Les mesures correspondent au scan « j » de la figure 6.16.

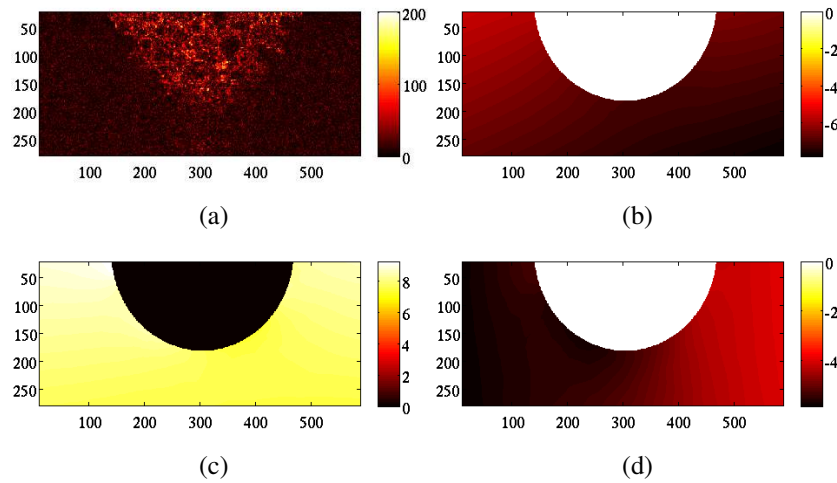


FIGURE 6.33: Coupes dans les champs de déplacement mesurés par la base réduite. (a) champ de résidus en niveau de gris), (b) champ de déplacement U_x , (c) champ de déplacement U_y , (d) champ de déplacement U_z . Les champs de déplacement sont exprimés en voxels (1 voxel \longleftrightarrow $12 \mu\text{m}$). Les mesures correspondent au scan « j » sur la figure 6.16.

A partir de cette dernière détermination, les composantes de déformations ou encore de contraintes élastiques, en particulier à la frontière de la zone compactée, peuvent être calculées d'une manière plus robuste. Les figures 6.34, 6.35 et 6.36 montrent respectivement les champs de déplacement, de déformations et de contraintes estimés dans tout le volume de l'échantillon. On constate que le champ de déplacement mesuré n'est pas un champ axisymétrique. La procédure proposée révèle un champ de déplacement beaucoup plus complexe que ce qui est traditionnellement supposé pour l'indentation sphérique parfaite. Les résultats montrent de très grandes différences entre la distribution de champ de déformation identifié (ou le champ de contrainte) et la distribution idéalement attendue. L'écart entre les champs identifiés et les champs attendus vient essentiellement des conditions de l'essai (parallélisme des deux faces de l'échantillon après rabotage du roller coating, rigidité de la machine, hétérogénéité du matériau, frottement de contact, ...). Cette nouvelle stratégie permet d'identifier les conditions limites réelles de l'essai et permet également de mesurer d'une manière fiable de très petites déformations élastiques.

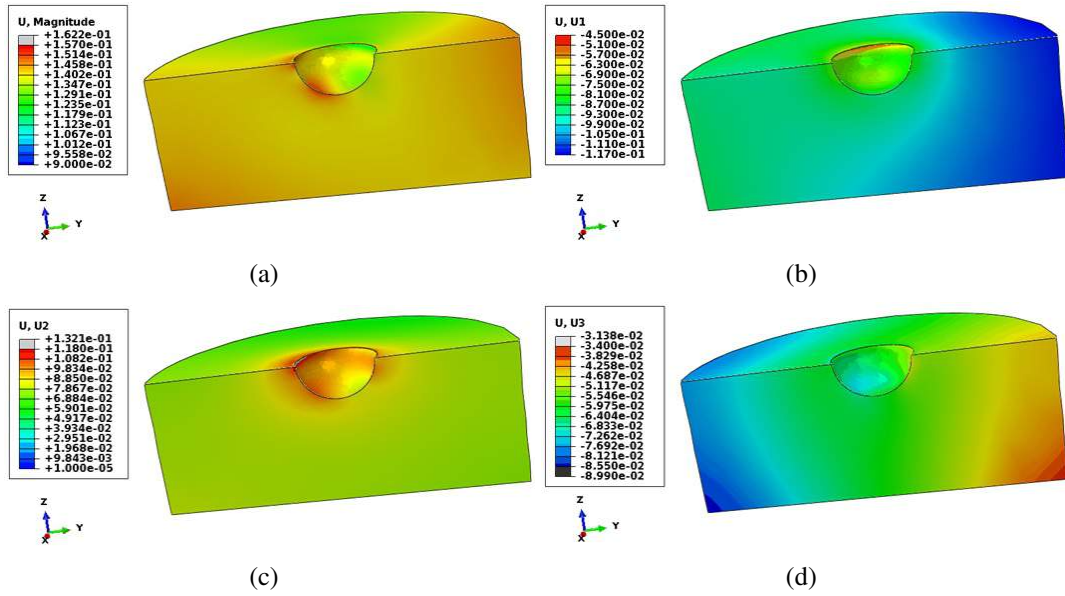


FIGURE 6.34: Résultats de mesures avec les amplitudes optimales. (a) : Champ de déplacement global (module), (b) : champ de déplacement U_x , (c) : champ de déplacement U_y , (d) : champ de déplacement U_z . Les champs de déplacements sont exprimés en mm.

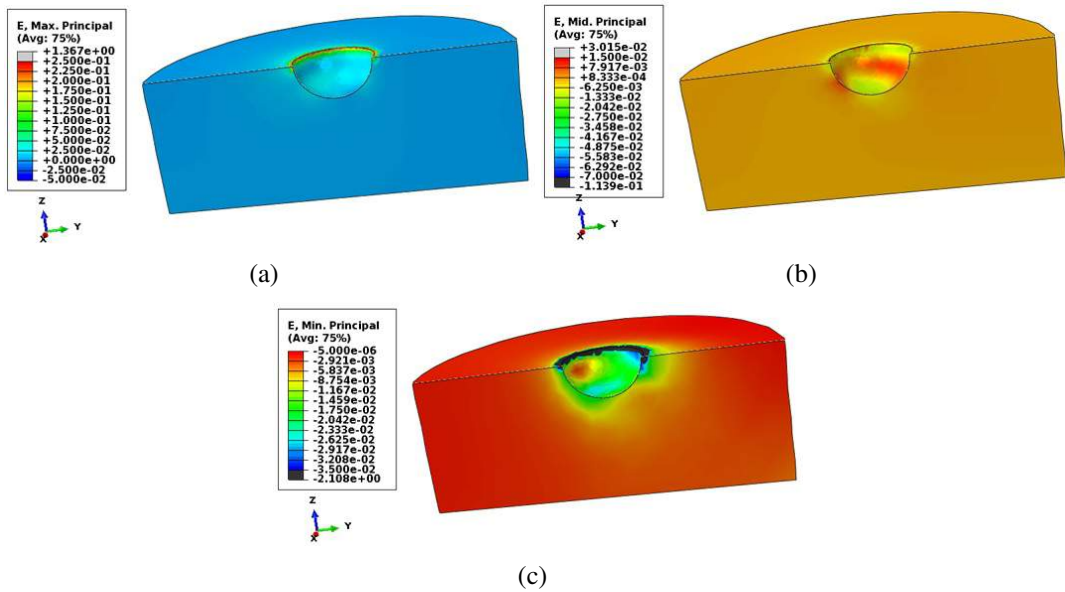


FIGURE 6.35: Résultats de mesures avec les amplitudes optimales. (a) : Champ de déformation principale maximale, (b) : Champ de déformation principale moyenne , (c) : Champ de déformation principale minimale.

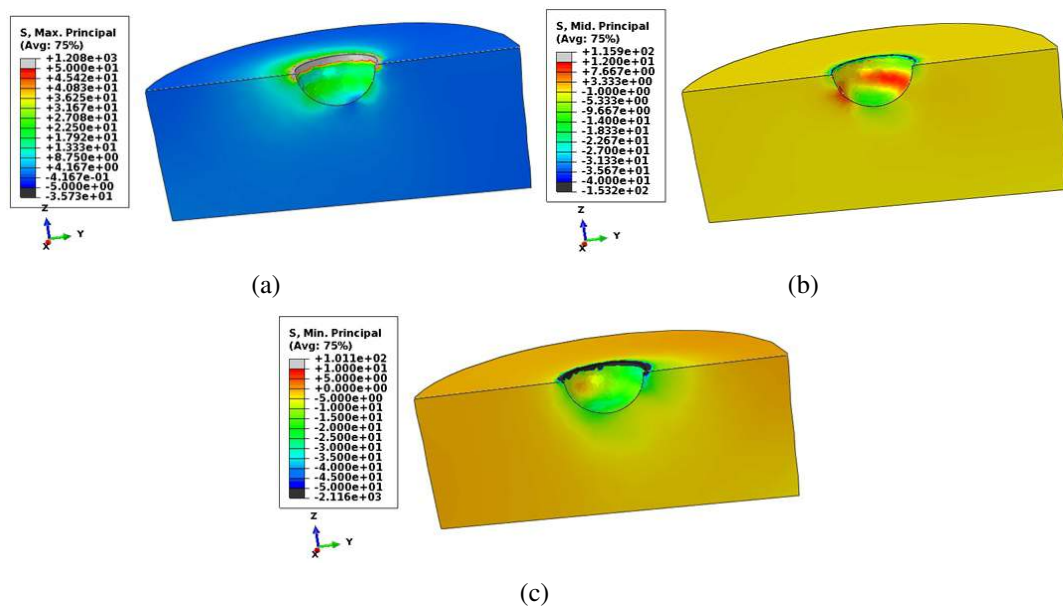


FIGURE 6.36: Résultats de mesures avec les amplitudes optimales. (a) : Champ de contrainte principale maximale, (b) : Champ de contrainte principale moyenne, (c) : Champ de contrainte principale minimale. Les champs de contraintes sont exprimés en MPa. La valeur de module d'Young introduite dans le modèle EF est de 1 GPa.

Afin de quantifier la sensibilité des résultats au choix des champs de déplacements qui constituent la base réduite, deux autres choix sont faits. Le champ de mouvement de corps rigide mesuré par la version globale « C8-DVC » est toujours imposé sur la partie inférieure de l'échantillon et différentes combinaisons de champs numériques (équations (6.8) et (6.9)) sont imposées sur la limite de la zone écrasée. Pour la base qui contient au moins le premier champ de la série (a_1) et les deux champs de cisaillement suivant la direction x et y (*i.e.* les amplitudes a_8 et a_9), les résultats sont très proches de ceux obtenus avec 9 champs. Le résidu de corrélation moyen est égal à 5,16 %, ce qui est très proche de la valeur trouvée par C8-DVC, 5,06 %, et avec le premier ensemble d'amplitudes (*i.e.* a_1 à a_9), 5,14 %. Toute tentative de réduire encore le nombre de champs de la base réduite (moins de trois champs, à savoir des amplitudes a_1 , a_8 et a_9) entraîne une dégradation significative sur le champ de résidus de la corrélation, ce qui signifie que la base réduite proposée est trop pauvre pour décrire fidèlement la cinématique de l'essai. Un exemple illustrant un choix inapproprié de la base est illustré à la figure 6.37. Dans cet exemple le test d'indentation sphérique est supposé parfait et la base réduite est composée uniquement d'un seul champ de déplacement généré via Abaqus[®], ce dernier résulte d'une pression homogène unitaire appliquée sur la surface héli-ellipsoïdale.

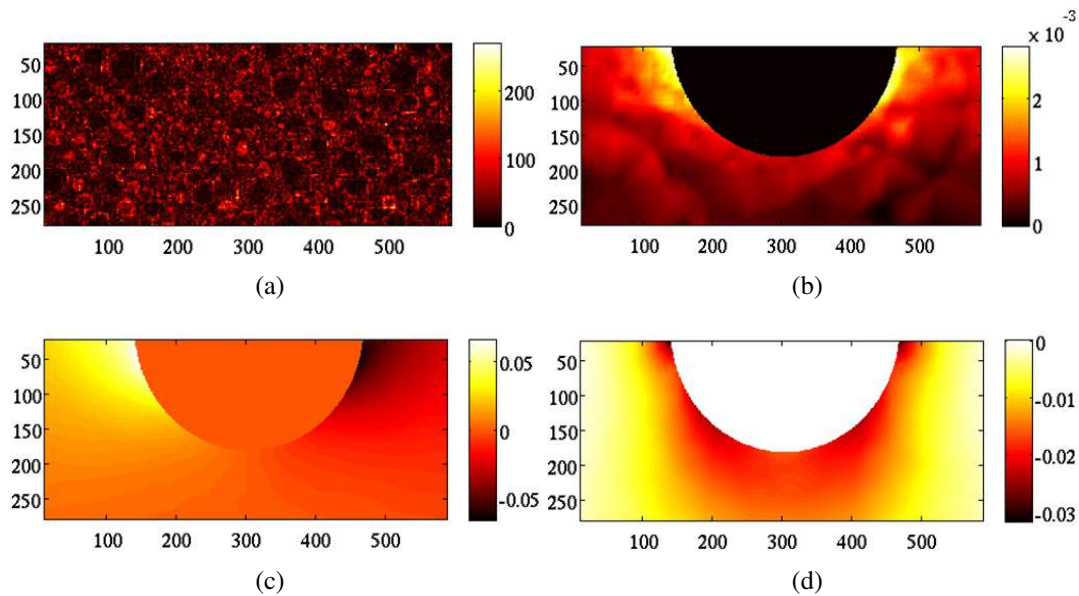


FIGURE 6.37: Résultats de mesures avec les amplitudes optimales pour un test d’indentation sphérique supposé parfait. (a) : champ de résidus, (b) : champ de déplacement U_x , (c) : champ de déplacement U_y , (d) : champ de déplacement U_z . A noter que le champ de déplacement U_x présente une dynamique de très faible amplitude d’où l’effet de non régularité observé sur ce champ par rapport aux deux autres directions.

Insistons sur le fait que les hypothèses fortes qui sont proposées pour réduire la base cinématique ne doivent pas rester incontestées. Le champ de résidus et sa valeur moyenne fournissent des indices objectifs de qualité de la mesure, avec une résolution spatiale appropriée pour bien décrire la cinématique de l’essai et permettre de juger si les hypothèses de départ peuvent être considérées comme acceptables, ou si elles doivent être réexaminées.

En se basant sur les résultats de la mesure obtenus par la nouvelle version de DVC présentée ci-dessus, la détermination robuste des champs de contraintes en particulier dans la zone de transition permet l’identification d’un critère de ruine local. La démarche d’identification fait l’objet de la partie suivante.

6.3.5 Identification d’un critère de ruine local

Dans la partie précédente les champs de contraintes ont été identifiés dans tout le volume de l’échantillon. Afin de les déterminer sur la surface ellipsoïdale qui limite la zone compactée du reste de l’échantillon une interpolation est faite. La figure 6.38 montre des vues du dessous montrant la répartition des différents champs de contraintes sur la limite de la zone écrasée analysée par DVC. Les deux dernières sous-figures illustrent

respectivement la pression hydrostatique « p » et la contrainte équivalente déviatorique « q ». La procédure d'identification révèle une répartition des contraintes plus complexe que ce qui est attendu pour un essai d'indentation sphérique idéal, et permet de mesurer de contraintes de faibles amplitudes.

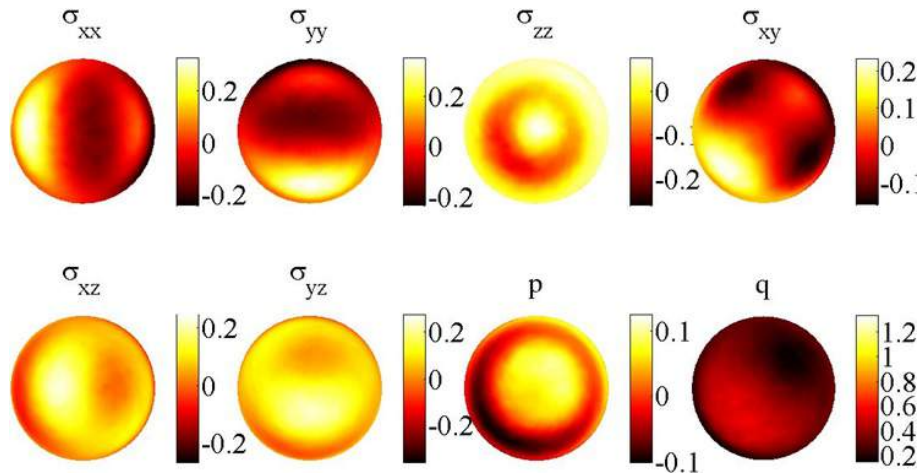
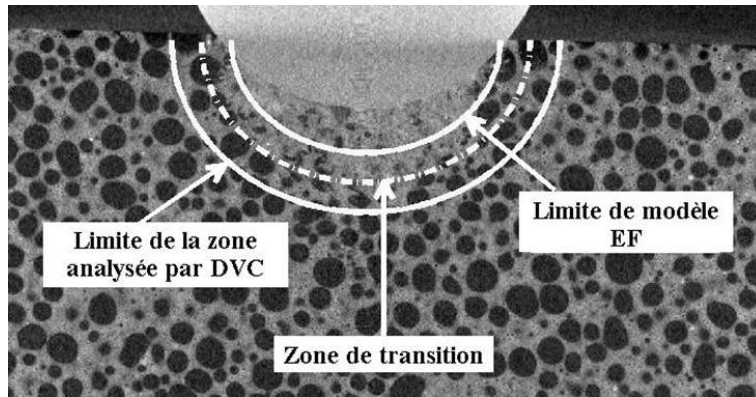


FIGURE 6.38: Vues de dessous illustrant les champs de contraintes identifiés sur la frontière de la zone compactée analysée par DVC. Les contraintes sont exprimées en MPa.

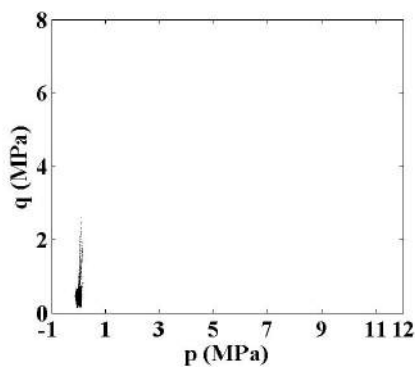
Afin d'illustrer l'état de contrainte identifié sur la surface ellipsoïdale qui limite la zone compactée, les résultats d'identification sont présentés dans le plan $p - q$ (figure 6.39). La figure 6.39 (b) montre le critère identifié sur la limite de la zone analysée par DVC. Le nuage de points sur ce graph présente l'état de contrainte calculé aux nœuds du maillage de la surface ellipsoïdale. On observe que le matériau subit des contraintes modestes centrées autour d'une pression hydrostatique nulle. L'état de contrainte identifié dans la zone de transition est présenté sur la figure 6.39 (c), l'allure du critère identifié ressemble à la fermeture des critères utilisés en la mécanique des sols, une concentration de points de mesure autour d'une pression hydrostatique nulle est toujours présente, cette concentration est suivie par un nuage de points qu'on peut ajuster facilement avec une droite. Une dispersion plus grande est également observée. Les champs de résidus locaux calculés pour les deux cas cités ci-dessus sont illustrés en figure 6.40. Plus on se rapproche de la zone compactée plus les champs de résidus augmentent car le plâtre perd sa microstructure initiale de par la densification. Le résidu moyen est de l'ordre de 8,4 % sur la limite analysée par la DVC, puis il atteint 11,5 % dans la zone de transition.

Les résultats obtenus montrent que la procédure d'identification proposée dans cette étude permet de : (i) identifier l'état de contrainte dans la zone de transition, (ii) quantifier l'état de contrainte triaxiale résultant des trajectoires de chargement difficiles à

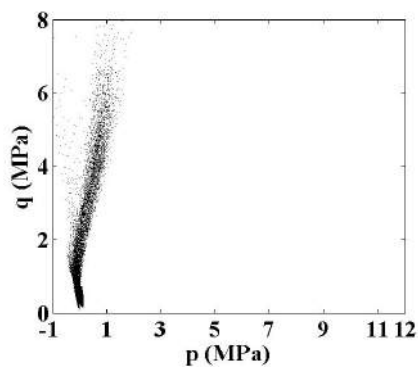
réaliser expérimentalement en particulier sur ce type du matériau et (iii) avec un seul test d'indentation sphérique on a obtenu plusieurs points de mesure grâce au couplage des essais mécaniques *in-situ*, de la corrélation d'images volumiques et de la simulation numérique. En revanche, il est évident que l'exploitation de l'essai d'indentation sphérique ne conduit pas à l'identification complète du critère notamment pour les fortes pressions. L'évolution du critère reste inaccessible car la méthodologie proposée consiste à quantifier *a priori* le même état de contrainte pour chaque niveau du chargement en se situant dans la zone de transition entre la zone compactée et le reste de l'échantillon. Afin de contourner ces limitations et avoir des éléments de réponse sur le comportement mécanique du plâtre poreux notamment dans la plage de sollicitations inaccessibles par le test d'indentation, des essais triaxiaux sur le plâtre moussé (cœur de la plaque) ont été réalisés. Le comportement triaxial du plâtre poreux sera discuté en détails dans le chapitre suivant.



(a)



(b)



(c)

FIGURE 6.39: (a) Coupe tomographique montrant la zone de transition située entre la limite de la zone analysée par DVC et celle du modèle EF. Critère de ruine local présenté dans le plan $p - q$ identifié (b) sur la limite de la zone analysée par DVC (c) dans la zone de transition. L'échelle des deux graphiques est choisie pour être en concordance avec les résultats des essais triaxiaux qui seront discutés dans le chapitre suivant.

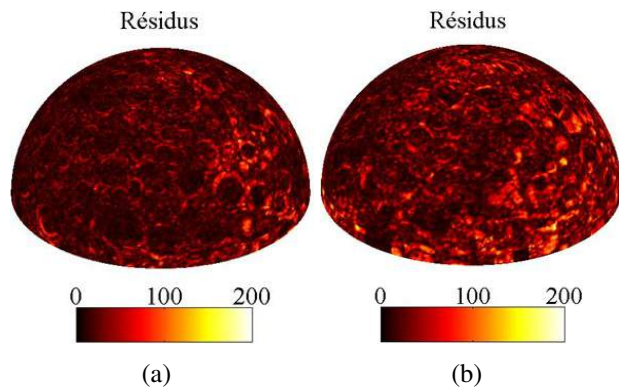


FIGURE 6.40: Rendus 3D de champs de résidus de corrélation calculés (a) sur la limite de la zone analysée par la DVC (b) dans la zone de transition. Les résidus sont exprimés en niveau de gris.

6.4 Analyse d'un essai d'indentation *in-situ* à haute résolution

Dans le but de mieux comprendre le mécanisme d'indentation discuté dans les parties précédentes notamment lors des premiers pas de chargement, des essais d'indentation sphérique *in-situ* à haute résolution ont été réalisés. Les échantillons utilisés dans cette expérience sont découpés à partir de plaques de plâtre industrielles. Les cylindres mesurent 7 mm en diamètre et 13 mm d'épaisseur. Un indenteur sphérique de 3 mm de diamètre est choisi (figure 6.41).

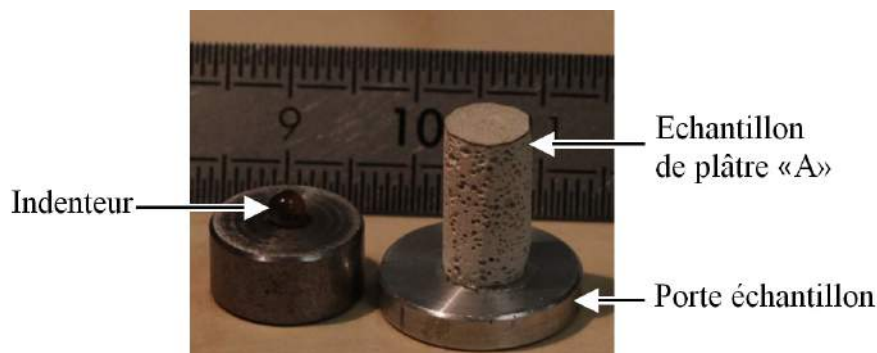


FIGURE 6.41: Echantillon de plâtre « A » ($\phi = 7$ mm, $h = 13$ mm), à gauche l'indenteur sphérique ($\phi = 3$ mm).

Le test d'indentation est mené avec une faible vitesse de déplacement, soit $5 \mu\text{m/s}$. Nos expériences ont été réalisées sur la ligne ID19 de l'ESRF. ID19 est une des lignes

longues ≈ 150 m, dédiée aux techniques d'imagerie en faisceau parallèle, et majoritairement à la microtomographie. Les expériences ont été menées avec les paramètres d'acquisition suivants : énergie de faisceau de 35 kV, courant d'électrons de $184 \mu\text{A}$, la taille physique du voxel est de $1,4 \mu\text{m}$. 2000 radiographies sont obtenues au cours de rotations de 180° pour chaque acquisition. La durée totale d'une seule acquisition est d'environ 6 minutes. Les acquisitions ont été effectuées en tomographie « locale » et le volume imagé au cours du test est un cylindre de 1,4 mm de diamètre et 1,4 mm d'épaisseur, centré autour de l'axe d'indenteur. La charge appliquée et le déplacement ont été enregistrés et pilotés pendant le test. Le dispositif expérimental utilisé est présenté en figure 6.42. Les échantillons ont été imagés à l'état initial (*i.e.* sans chargement) et à plusieurs niveaux de chargement de compression avec un pas de 5 N environ. Nous avons réalisé des scans peu espacés en termes de force appliquée, pour pouvoir comprendre le mécanisme d'endommagement de la plaque en indentation au cours du chargement.

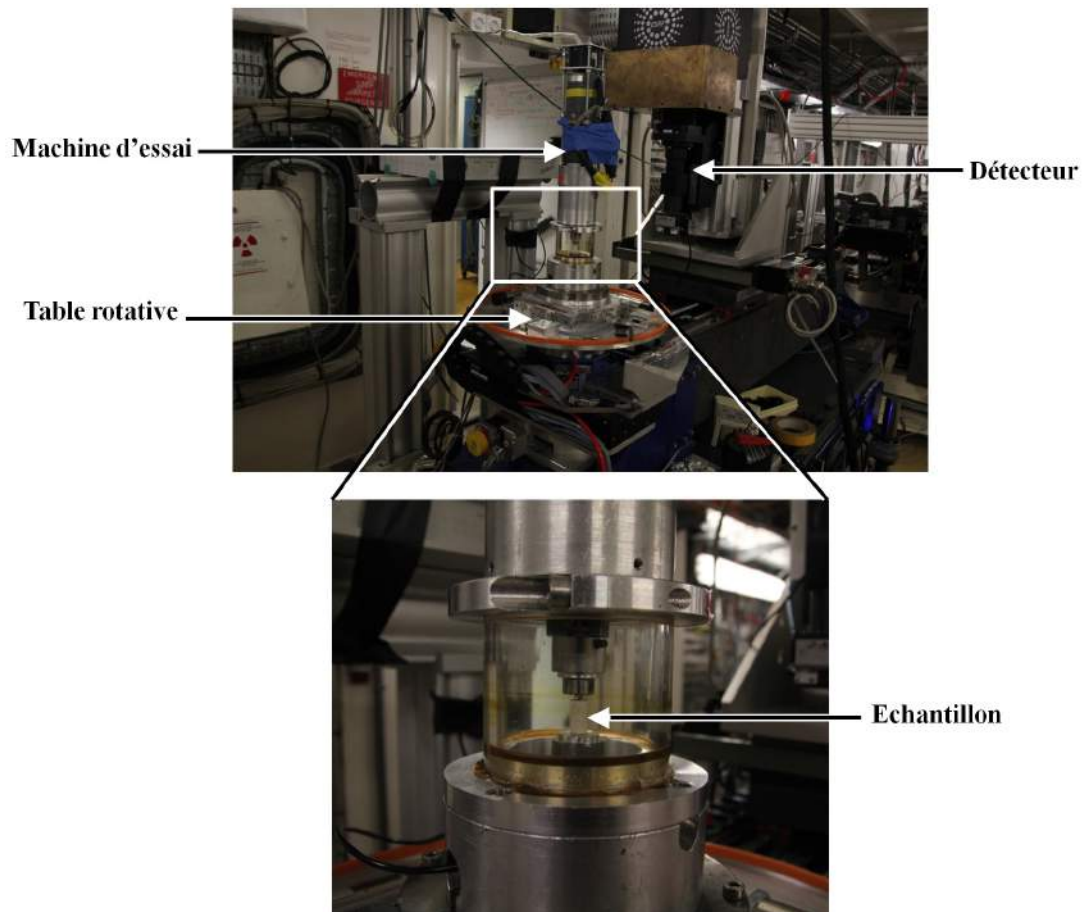


FIGURE 6.42: Dispositif expérimental d'indentation sphérique *in-situ* avec un zoom qui détaille l'emplacement de l'échantillon dans la machine d'essai.

6.4.1 Résultats expérimentaux

Les principales composantes de la plaque « A » sont présentées en figure 6.43, la zone encadrée correspond à la zone analysée par corrélation d'images volumiques. La figure 6.44 montre des coupes tomographiques médianes illustrant l'évolution de la microstructure au cours du test. On constate que jusqu'au troisième pas du chargement (17 N) aucun endommagement n'est visible dans le plâtre. Par contre le papier sous la tête de l'indenteur est comprimé de manière significative (figure 6.44 : scan « a », « b » et « c »). Il est à noter qu'aucun signe de compaction du roller coating n'est observé à ce stade de chargement. Ce n'est qu'à partir du scan « d » que l'endommagement par fissuration est observé. La figure 6.45 montre un zoom de la zone endommagée, la fissure est apparue au voisinage de l'interface plâtre moussé-roller coating. Au scan « e » les observations tomographiques montrent la propagation des fissures à partir de l'interface cœur-roller coating vers l'indenteur. A ce niveau de chargement le début de l'effondrement du cœur de la plaque est observé notamment la rupture des parois minces entre les grosses bulles. Les scans « f », « g » et « h » montrent clairement l'apparition d'un réseau de fissures dans le roller coating accompagné de l'effondrement de la macroporosité de la partie supérieure du cœur de la plaque.

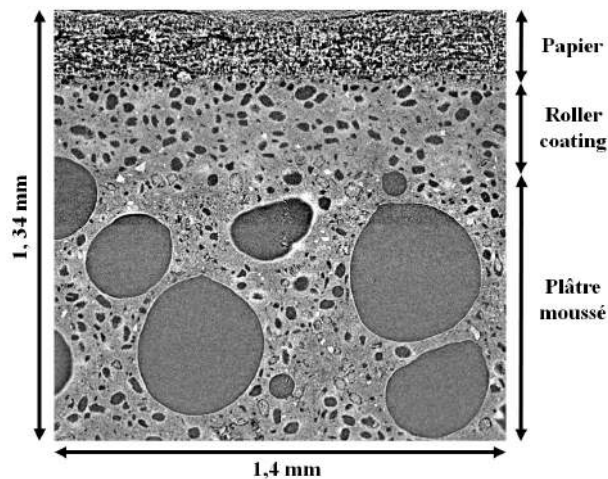


FIGURE 6.43: Coupe tomographique montrant les différentes composantes de la plaque « A ». La zone encadrée correspond à la ROI analysée par corrélation d'images volumiques.

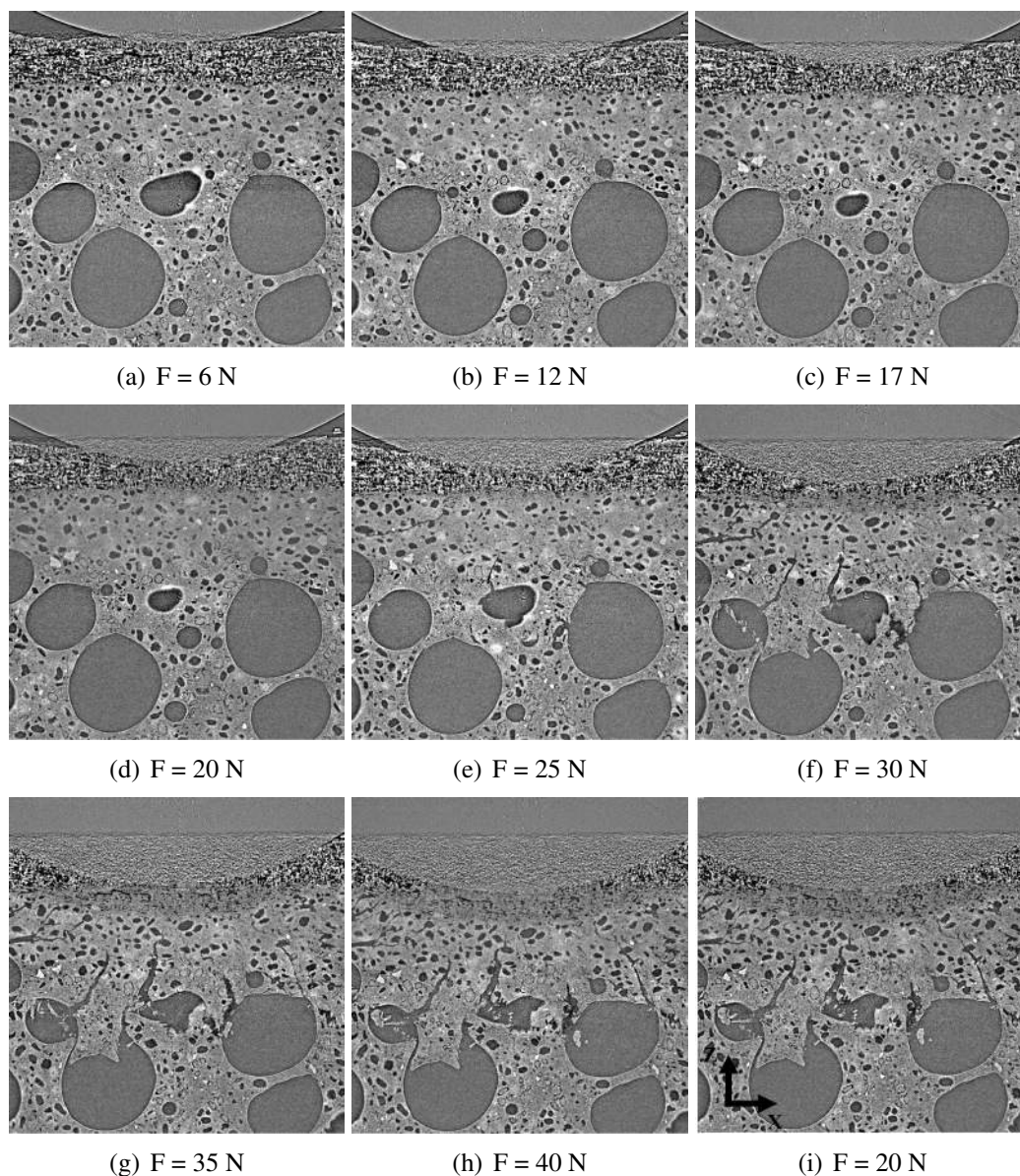


FIGURE 6.44: Coupes tomographiques medianes montrant l'évolution de la microstructure à différents niveaux de chargement lors d'un essai d'indentation sphérique, la taille de l'indenteur est 3 mm.

6.4.2 Mesure de champs de déplacement

La version globale régularisée de corrélation d'images volumiques (C8R-DVC) a été utilisée pour mesurer des champs de déplacements 3D. Un maillage régulier avec des

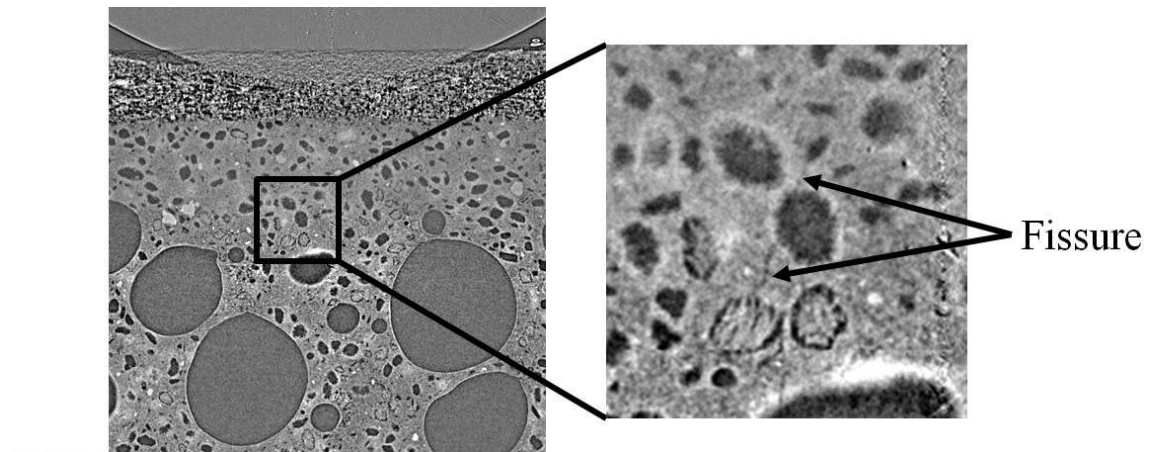


FIGURE 6.45: Coupe tomographique correspondant au scan « d » de la figure 6.44 montrant l'apparition de la première fissure dans le cœur de la plaque au voisinage de l'interface entre le plâtre moussé et le roller coating.

éléments C8 a été utilisé. Le déplacement au niveau du n -ième volume est évalué par rapport au volume initial (état non déformé, considéré comme référence). Le volume d'intérêt a une taille de $504 \times 504 \times 420$ voxels, soit $705 \times 705 \times 588 \mu\text{m}$. La taille des éléments C8 est de 12 voxels, soit $\approx 17 \mu\text{m}$. La longueur de régularisation $R = 20$ voxels.

Dans la suite on présentera les résultats de la mesure pour le scan « e ». Les champs de déplacements mesurés sont illustrés à la figure 6.46. Les champs de résidus sont montrés en figure 6.47. On observe que le roller coating développe une fissuration « en cône de Hertz », des anneaux de reconstruction sont également observés sur les champs de résidus.

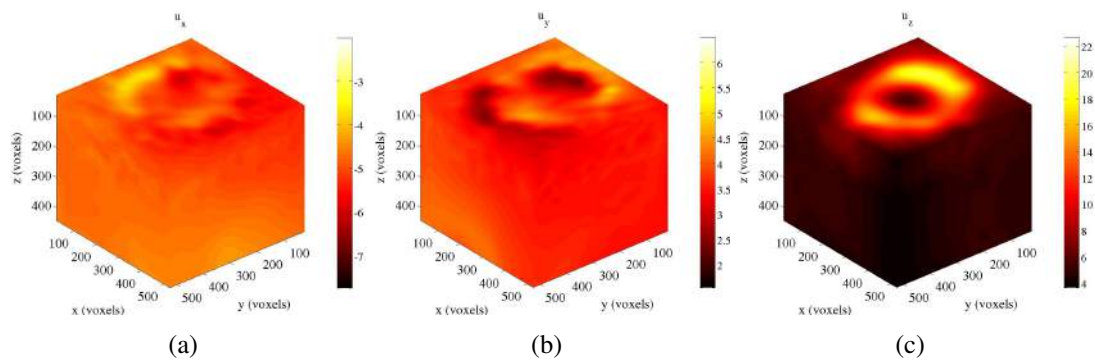


FIGURE 6.46: Rendus 3D des champs de déplacement mesurés par C8R-DVC. (a) Déplacement U_x , (b) déplacement U_y , (c) déplacement U_z . Les déplacements sont exprimés en voxels ($1 \text{ voxel} \leftrightarrow 1,4 \mu\text{m}$). Les résultats correspondent au scan « e » de la figure 6.44.

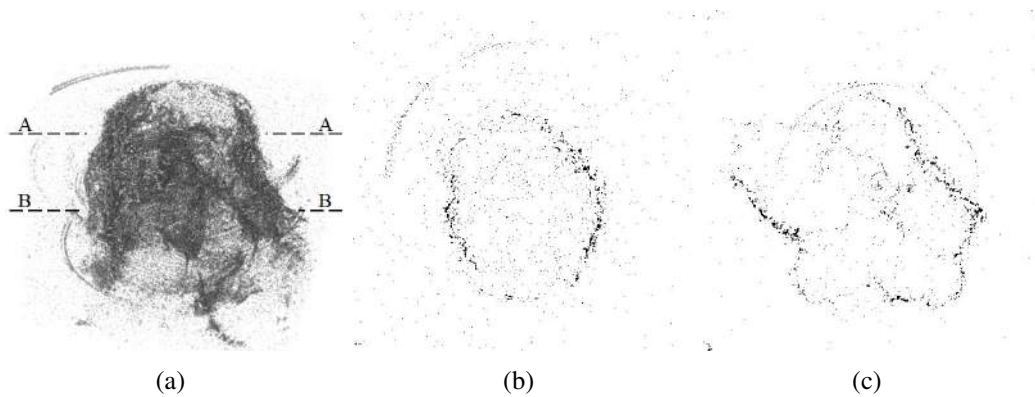


FIGURE 6.47: Résidus seuillés : (a) rendus 3D, (b) et (c) présentent respectivement les coupes A–A et B–B. Le champ de résidus montre que le roller coating développe un réseau de fissures en cône de Hertz. Les résultats correspondent au scan « e ».

6.5 Conclusions

Deux types de plâtre moussé ont été testés en indentation sphérique *in-situ*. Les observations tomographiques montrent la formation d’une zone compactée directement sous la tête de l’indenteur et conduisent à la conclusion que le mécanisme d’indentation procède par la croissance du domaine d’effondrement de la porosité, tandis que le reste de l’échantillon peut être considéré comme élastique (non endommagé). Le plâtre moussé présente une transition brutale entre comportement élastique et compaction forte. Les essais mécaniques *in-situ*, en particulier les essais d’indentation, sont bien adaptés pour une caractérisation exhaustive de la cinématique 3D complète, et donc l’identification des propriétés mécaniques à partir des résultats de la corrélation d’images volumiques est une approche séduisante. Cependant, la microstructure des matériaux, les artefacts de la tomographie et l’hétérogénéité du test peuvent conduire à de grandes incertitudes sur les champs mesurés. Quantifier l’état de contrainte multiaxial qui caractérise la transition entre comportement élastique et la compaction de la mousse de plâtre d’une part, et la nécessité d’estimer finement les champs de déformations à la frontière de la zone compactée d’autre part, nous a conduits à proposer une procédure originale de corrélation d’images volumiques fondée sur des champs de déplacement calculés par Abaqus[®]. L’information *a priori* sur le comportement et les conditions aux limites est utilisée pour concevoir une base réduite. La nouvelle base adaptée à l’essai d’indentation sphérique contient les champs de déplacement les plus pertinents pour décrire le plus fidèlement possible la cinématique de l’essai, en particulier, à l’interface de la zone compactée. La méthodologie proposée est un moyen de contourner ces difficultés grâce à l’intégration d’informations connues *a priori* dans la procédure de corrélation d’images volumiques. Chaque champ de la base réduite est le

résultat d'une simulation par éléments finis en dehors de la zone compactée.

Une réduction très significative de l'incertitude de mesure est observée. Il est à noter que la stratégie proposée pour mesurer des champs de déformations et des champs de contraintes élastiques même si leur niveau est faible est originale et a été mise en oeuvre pour la première fois dans ce travail. Le mérite de cette approche est de fournir des champs non seulement cinématiquement admissibles mais aussi statiquement admissibles. Soulignons que le fait de construire ces champs à partir d'une base calculée par un logiciel EF commercial permet de ne pas limiter son application à un comportement simplement linéaire élastique, mais à tous types de comportement abordables par ces codes (virtuellement illimités). Cette nouvelle stratégie de la DVC ouvre de nouvelles voies pour l'identification des propriétés mécaniques.

Le comportement triaxial du plâtre moussé est encore méconnu dans la littérature. Le couplage d'essais mécaniques *in-situ*, la corrélation d'images volumiques et la simulation numérique d'un côté, l'intégration d'informations connues *a priori* dans la démarche d'identification de l'autre côté ont permis de déterminer l'état de contrainte triaxial dans la zone de transition et d'identifier un critère de ruine local. Enfin ce type d'approche non-intrusive est très générique et peut être facilement étendu à d'autres configurations expérimentales et sur d'autres types de matériaux. Elle utilise le code d'éléments finis comme un moyen de générer une base cinématique. Les amplitudes associées à chaque champ sont ensuite évaluées par une approche globale de corrélation d'images volumiques.

Chapitre 7

Comportement triaxial du plâtre moussé

Le phénomène de compaction a été étudié dans le chapitre précédent et un critère de ruine local a été identifié à partir d'essais d'indentation sphérique in-situ. Afin d'identifier le comportement du plâtre poreux, en particulier pour les fortes pressions, des cubes sont extraits à partir du cœur de plaques de plâtre industrielles. Les échantillons sont sollicités en chargement triaxial dans la machine triaxiale ASTRÉE. Différents trajets de chargement ont été explorés. L'exploitation des différents tests permet d'identifier la surface limite de charge. Les résultats d'identification obtenus sont en accord avec ceux issus de l'exploitation de l'essai d'indentation sphérique. Dans le but de progresser dans la compréhension du phénomène de compaction du plâtre poreux un essai de compression hydrostatique ex-situ a été mené. Grâce aux observations tomographiques l'évolution de la microstructure du plâtre a été suivie. Les résultats de l'expérience ex-situ révèlent d'une part que le cœur de l'échantillon se déforme de manière relativement homogène, et d'autre part qu'il existe des zones de compaction liées aux conditions de contact entre l'échantillon et le montage de compaction. Après un bref rappel de quelques essais déjà menés sur la machine triaxiale ASTRÉE, ce chapitre détaille le protocole expérimental et les différents essais triaxiaux réalisés.

7.1 Essais multiaxiaux sur ASTRÉE

Depuis plus d'une décennie, les essais biaxiaux sur la machine ASTRÉE ont été systématiquement assistés par la mesure de champs de déplacement. La technique de corrélation d'images a été exploitée pour la validation des conditions limites [187]. La corrélation d'images numériques (CIN) a été utilisée pour caractériser le comportement mécanique multiaxial de matériaux hyper-élastiques [188]. Une approche adaptée aux grands déplacements a été développée ce qui a permis de mesurer les champs de déplacement et ensuite d'évaluer les champs de déformations hétérogènes observés lors des essais bi-axiaux [188]. Cette étude a montré que les conditions aux limites expérimentales pouvaient être contrôlées. La CIN a été également employée pour étudier le comportement mécanique d'alliages à mémoire de forme sous chargements multiaxiaux, où grâce à la CIN les conditions aux limites du montage de compression biaxiale ont été corrigées et validées [189]. Plusieurs travaux expérimentaux effectués sur la machine ASTRÉE ont exploité la richesse des champs cinématiques obtenus via la CIN. Ainsi, des lois d'endommagement de matériaux composites divers [190, 109, 191, 192, 194] ont été identifiées voire validées [193]. Des expériences en chargement biaxial ont été effectuées sur des échantillons de caoutchouc. Les résultats obtenus confirment la faisabilité de l'approche d'identification des paramètres qui régissent les modèles hyper-élastiques en particulier dans le cas des grandes déformations [195]. La mesure de champs a également servi à l'étude de l'omorage de fissures de fatigue [196], la détection du seuil de plasticité pour une structure fissurée en mode mixte I+II [197], ou encore pour étudier la fissuration par fatigue en mode mixte I+II+III non proportionnel dans l'acier 316L [198].

Un nombre plus restreint de travaux a été conduit en chargement triaxial sur ASTRÉE. Plusieurs expériences ont contribué à améliorer la maîtrise de cette machine, notamment la gestion de son asservissement. Les travaux de Calloch [199] portant sur la comparaison de trajets de chargement multiaxiaux vis-à-vis de la quantité d'écrouissage engendrée sur l'acier 316L ont permis de démontrer la sensibilité du comportement du matériau étudié au chargement non-proportionnel. Calloch *et al.* [200] ont proposé une nouvelle conception d'un échantillon triaxial en acier 316 inoxydable (figure 7.1). En raison de la nature 3D de l'échantillon, les déformations et les contraintes locales ne peuvent pas être directement déduites et l'analyse des tests nécessite un calcul par éléments finis 3D.

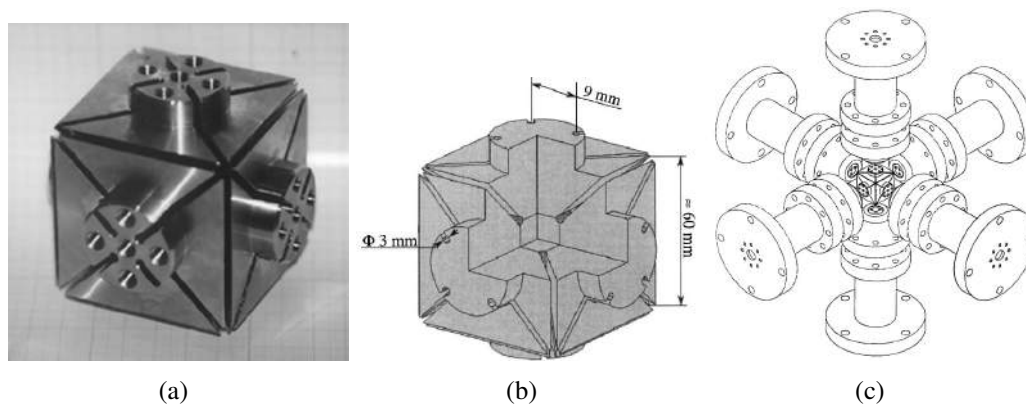


FIGURE 7.1: Epreuve triaxiale (a) vue extérieure, (b) vue intérieure. (C) Schéma comprenant l'éprouvette et les 6 mors d'ASTRÉE [200].

Des essais triaxiaux de compaction de poudres de PTFE ont été menés par Canto [201]. La difficulté de cette étude est qu'à l'état initial la poudre de PTFE a une faible densité et donc l'échantillon subit de très grandes déformations au cours de l'essai. Dans la même étude, un montage de compaction original a été développé (figure 7.2), le comportement de la poudre lors du compactage a été identifié. Le montage de compaction sera décrit dans la section suivante. Récemment, Fredy *et al.* [202] ont réalisé de nouveaux essais de compaction de poudres de PTFE plus finement instrumentés pour identifier le comportement de la poudre. Le montage de compaction a été également utilisé pour caractériser le comportement mécanique d'une mousse fragile à matrice céramique où le comportement multiaxial a été caractérisé. Des essais triaxiaux ont été réalisés suivant différents trajets de chargements et la surface limite de charge a été identifiée [203].

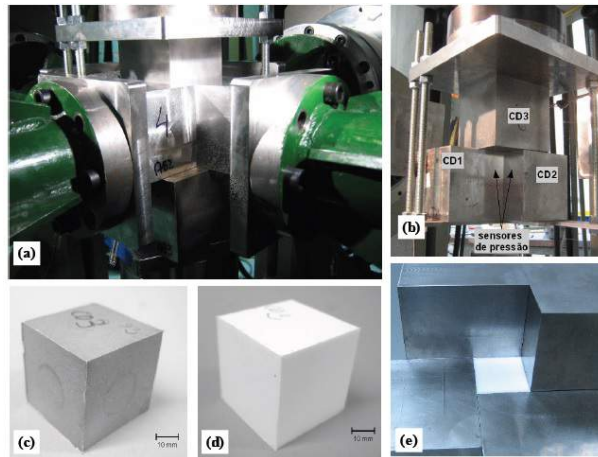


FIGURE 7.2: (a) et (b) montage de compaction installé dans la presse triaxiale AS-TRÉE. (c) Cube de compaction. (d) et (e) échantillon de PTFE après compaction [201].

7.2 Critères de plasticité usuels pour les sols

Une analogie entre le comportement mécanique du plâtre et celui des roches poreuses peut être notée (chapitre 2). Le tableau 7.1 résume les critères de plasticité usuels pour les sols. Où c_u : cohésion non drainée, c : cohésion, ϕ : angle de frottement, q : contrainte déviatorique, p : pression hydrostatique, α : paramètre de frottement, k : paramètre de cohésion.

Type de critère	Formule mathématique	Paramètres	Type de sols
Tresca	$\sigma_1 - \sigma_3 - 2c_u$	c_u	Argiles et limons
Mohr-Coulomb	$\max(\sigma_i) - \min(\sigma_i) - \sin\phi(\max(\sigma_i) + \min(\sigma_i)) - 2c \cos\phi$	c et ϕ	La plupart des sols
Drucker-Prager	$q - \alpha p - k$	k et α	Sables et argiles

TABLE 7.1: Critères de plasticité usuels pour les sols [204]

Dans la suite, les principaux critères (Mohr-Coulomb et Drucker-Prager) couramment utilisés pour décrire la rupture des roches (ou des sols) sont présentés brièvement.

7.2.1 Critère de Mohr-Coulomb

Le comportement élastique est purement linéaire. La surface de charge est caractérisée par six plans dans l'espace des contraintes principales σ_1 , σ_2 et σ_3 . Cette loi

élastique parfaitement plastique est utilisée pour décrire de manière approchée le comportement des sols pulvérulents (sables), des sols cohérents à long terme (argiles et limons) et de certaines roches. Dans l'espace des contraintes principales la surface de charge est une pyramide à section hexagonale ayant pour axe la droite d'équation :

$$\sigma_1 = \sigma_2 = \sigma_3 \quad (7.1)$$

L'équation de la surface de charge est la suivante :

$$f(\sigma) = \sigma_1 - \sigma_3 + (\sigma_1 + \sigma_3) \sin(\phi) - 2c \cos(\phi) = 0 \quad (7.2)$$

où σ_1 et σ_3 représentent les contraintes principales extrêmes ($\sigma_1 > \sigma_2 > \sigma_3$), c et ϕ sont la cohésion et l'angle de frottement. Le potentiel plastique s'écrit, en fonction des contraintes principales extrêmes :

$$G(\sigma_1, \sigma_3) = \sigma_3 - \sigma_1 - (\sigma_1 - \sigma_3) \sin(\psi) \quad (7.3)$$

Lorsque les angles ϕ et ψ sont égaux, la loi d'écoulement plastique devient associée. La partie élastique du comportement est définie par l'élasticité linéaire isotrope de Hooke. Au total, la loi de Mohr-Coulomb comprend cinq paramètres mécaniques : E (module d'Young), ν (coefficient de Poisson), c (cohésion), ϕ (angle de frottement) et ψ (angle de dilatance). Lorsque $\phi = \psi = 0^\circ$, le critère se confond avec celui de Tresca.

Les paramètres de la loi de Mohr-Coulomb sont déterminés couramment à partir des résultats d'essais de laboratoire (essai œdométrique et triaxial). Les déformations plastiques vérifient la relation suivante :

$$\frac{d\varepsilon_v^p}{d\varepsilon_a^p} = \frac{-2 \sin(\psi)}{1 - \sin(\psi)} \quad (7.4)$$

où ε_a^p et ε_v^p sont respectivement les déformations axiales et volumiques plastiques. La quantité $\frac{2 \sin(\psi)}{1 - \sin(\psi)}$ caractérise la variation de volume au cours de la phase plastique. L'angle ψ est appelée angle de dilatance. L'angle de frottement ϕ est déduit de l'essai de compression axisymétrique par la relation suivante :

$$\sin \phi = \frac{\sigma_1 - \sigma_3}{\sigma_1 + \sigma_3} \quad (7.5)$$

Une représentation graphique de la surface de charge de Mohr-Coulomb dans l'espace des contraintes principales et dans le plan déviatorique sont données respectivement dans les figures 7.3 (a) et (b).

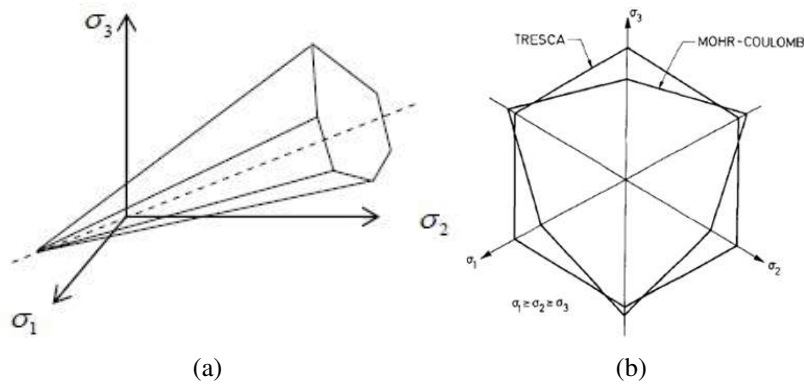


FIGURE 7.3: Représentation de la surface de charge de Mohr-Coulomb : (a) dans l'espace tridimensionnelle des contraintes principales, (b) dans le plan des deviateurs des contraintes.

7.2.2 Critère de Drucker-Prager

Le critère de Drucker-Prager constitue une généralisation du critère de Von Mises aux matériaux pulvérulents (ou les matériaux à frottement interne) [205], prenant en compte le premier invariant du tenseur de contraintes I_1 et le second invariant du tenseur de contraintes déviatoriques J_2 . L'équation de la surface de charge est la suivante :

$$f(\sigma) = \sqrt{J_2} - \alpha I_1 - k = 0 \quad (7.6)$$

où α et k sont deux paramètres qui peuvent être déterminés à partir de résultats d'essais. Si le paramètre α est nul, la loi se réduit à celle de Von Mises. La figure 7.4 donne les représentations du critère de Drucker-Prager dans le plan de contraintes principales et dans le plan déviateur. La surface représentant le critère est un cône à section circulaire admettant la trisectrice comme axe de symétrie.

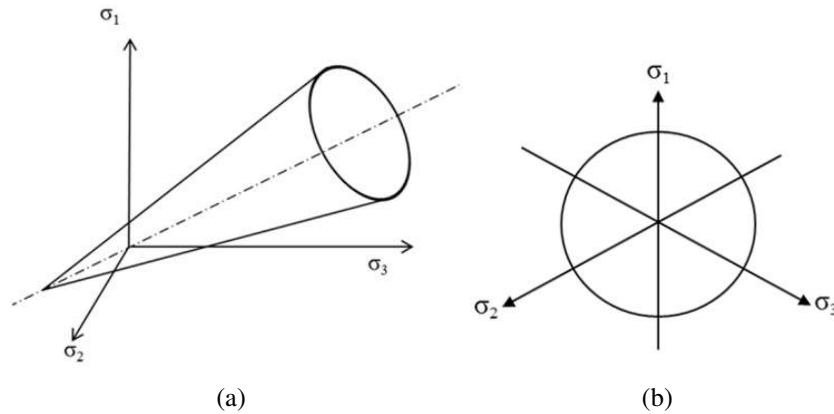


FIGURE 7.4: Représentation du critère de Drucker-Prager : (a) dans l'espace tridimensionnelle des contraintes principales, (b) dans le plan des deviateurs des contraintes.

Des analogies peuvent être établies entre les critères de Mohr-Coulomb et de Drucker-Prager, qui permettent de relier les paramètres α et k aux paramètres c et ϕ . En condition triaxiale axisymétrique ($\sigma_2 = \sigma_3$), l'analogie entre les critères conduit aux relations suivantes :

$$\alpha = \frac{2 \sin \phi}{\sqrt{3} (3 - \sin \phi)} \quad , \quad k = \frac{6c \cos \phi}{\sqrt{3} (3 - \sin \phi)} \quad (7.7)$$

En condition de déformations planes (*i.e.* $\epsilon_2 = 0$), l'hypothèse d'une loi d'écoulement associée et l'analogie entre les critères conduits aux relations suivantes :

$$\alpha = \frac{\tan \phi}{\sqrt{9 + 12 \tan^2 \phi}} \quad , \quad k = \frac{3c}{\sqrt{9 + 12 \tan^2 \phi}} \quad (7.8)$$

Soulignons l'existence de plusieurs modèles améliorés basés sur le critère de Drucker-Prager comme les modèles fermés avec un « cap » pour les fortes pressions hydrostatiques (figure 7.5).

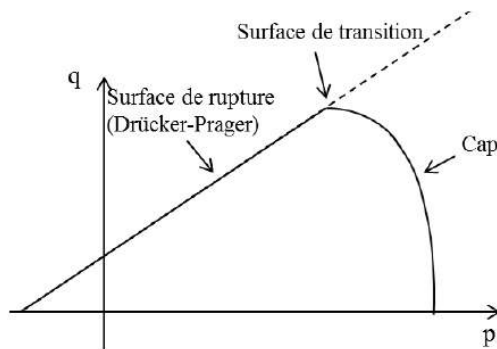


FIGURE 7.5: Représentation des surfaces de charges pour le modèle de Drucker-Prager modifié dans le plan des contraintes hydrostatiques « p » et contraintes déviatoires « q ».

Dans ce qui suit, le montage expérimental utilisé de notre étude sera présenté et différents trajets de chargement seront décrits. Les résultats de l'identification seront discutés dans la suite. Enfin, afin de tenter de mieux comprendre le mécanisme de compaction lors d'un essai triaxial, les résultats issus de l'analyse d'un test de compression hydrostatique *ex-situ* seront présentés.

7.3 Etude expérimentale

Dans le but d'identifier le comportement du plâtre moussé, en particulier pour de fortes pressions, des échantillons cubiques ont été sollicités en chargement triaxial. Plusieurs expériences avec différents trajets de chargement ont été menées sur la presse triaxiale ASTRÉE. La suite détaille le protocole expérimental.

7.3.1 Machine d'essai

Les essais multiaxiaux sont effectués sur la machine ASTRÉE (figure 7.6). Cette machine possède six vérins hydrauliques. Le bâti est constitué d'une base fixe, de quatre colonnes verticales et d'une traverse mobile. Les six vérins sont disposés par paires dans chaque direction de l'espace, x , y (horizontales) et z (verticale) et chacune des directions perpendiculaires les unes aux autres. L'équipement permet l'application d'une charge jusqu'à 250 kN et une course de 250 mm dans le sens vertical et une charge de 100 kN et une course de 250 mm également dans le plan horizontal. Chaque vérin, ou chaque paire de vérins sur le même axe, peut se déplacer de manière indépendante. L'espace d'essai ($900 \times 900 \times 1800 \text{ mm}^3$) est délimité par les six vérins. Le dispositif est conçu pour atteindre des amplitudes élevées de déplacements. On peut passer d'un mode d'asservissement à un autre au cours de l'essai (*i.e.* passage d'un mode de pilotage en déplacement à un mode de pilotage en effort et vice versa).

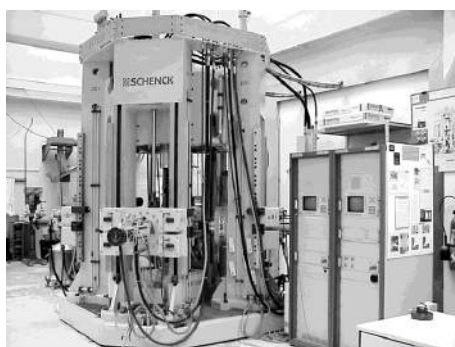


FIGURE 7.6: ASTRÉE : presse triaxiale du LMT-Cachan, la capacité des vérins dans la direction verticale est de 250 kN, dans le plan horizontal 100 kN.

7.3.2 Montage de compaction

Le montage de compaction consiste en six cubes en acier inoxydable Z30C13 se glissant l'un sur l'autre, formant un parallélépipède creux dans lequel est positionné l'échantillon à tester. Le montage est conçu pour être installé dans ASTRÉE (figure 7.7). En plus des mesures des capteurs de la machine (efforts et déplacements), l'essai est instrumenté avec trois capteurs laser (1 capteur pour chaque direction) permettant une mesure plus précise du déplacement au cours du test. Le dispositif de compaction permet d'appliquer de grands déplacements, la dimension de la cavité initiale maximale est $50 \times 50 \times 75 \text{ mm}^3$, pouvant aller jusqu'à une cavité finale de $23 \times 23 \times 23 \text{ mm}^3$. Le dispositif conçu initialement par Canto [201] afin de caractériser le comportement du PTFE durant la phase de compaction lorsqu'il est soumis à différents trajets de chargement associant variation de volume et cisaillement est piloté soit en contrainte soit en déformation.

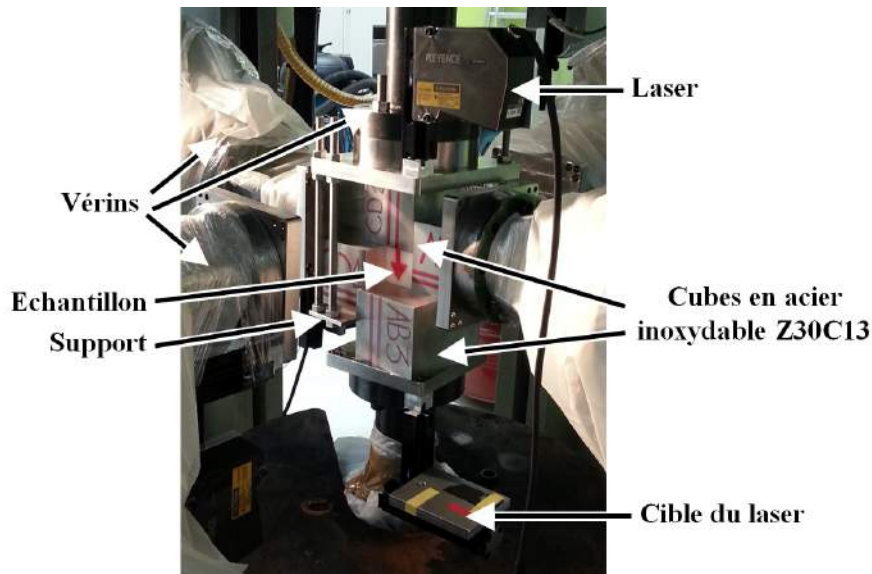


FIGURE 7.7: Montage de compaction installé dans ASTRÉE.

7.3.3 Échantillons

Les échantillons testés dans cette étude sont des cubes de $40 \times 40 \times 40 \text{ mm}^3$ préparés à partir du cœur de la plaque de plâtre « A ». Le papier et le roller coating ont été enlevés des deux côtés de la plaque à l'aide d'un rabot automatique. Après rabotage des parallélépipèdes de $40 \times 40 \times 10 \text{ mm}^3$ sont découpés puis superposés par quatre pour former finalement des cubes (figure 7.8).

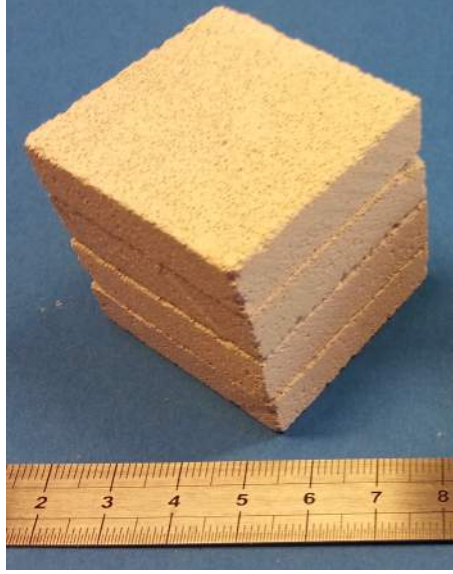


FIGURE 7.8: Echantillon cubique de 40 mm de côté à l'état initial.

7.3.4 Trajets de chargement

Dans la suite de cette partie, les contraintes sont évaluées par

$$\sigma_{xx} = \frac{F_x}{a_2 a_3}, \quad \sigma_{yy} = \frac{F_y}{a_1 a_3}, \quad \sigma_{zz} = \frac{F_z}{a_1 a_2} \quad (7.9)$$

où F_x, F_y, F_z sont respectivement l'effort selon l'axe x, y et z ; et $a_i, i = 1 : 3$ est le côté courant du parallélepède selon l'axe x, y et z . Quant aux déformations, elles sont calculées par

$$\varepsilon_{xx} = \ln\left(\frac{a_0 - \delta_x}{a_0}\right), \quad \varepsilon_{yy} = \ln\left(\frac{a_0 - \delta_y}{a_0}\right), \quad \varepsilon_{zz} = \ln\left(\frac{a_0 - \delta_z}{a_0}\right) \quad (7.10)$$

où $\delta_x, \delta_y, \delta_z$ sont respectivement les déplacements selon les axes x, y et z mesurés par les capteurs laser, a_0 est la longueur du côté du cube à l'état initial ($a_0 = 40$ mm).

Notons qu'il existe dans la littérature plusieurs expressions pour calculer la contrainte et la déformation déviatoriques. La différence entre ces expressions réside dans la constante (ou facteur) qui précède la racine carrée. Dans la suite de ce chapitre les déformations volumiques et déviatoriques sont calculées respectivement par

$$\varepsilon_v = \varepsilon_{xx} + \varepsilon_{yy} + \varepsilon_{zz} = \varepsilon_1 + \varepsilon_2 + \varepsilon_3, \quad \varepsilon_d = \sqrt{\frac{1}{2}((\varepsilon_1 - \varepsilon_2)^2 + (\varepsilon_2 - \varepsilon_3)^2 + (\varepsilon_1 - \varepsilon_3)^2)} \quad (7.11)$$

où ε_1 , ε_2 et ε_3 sont les trois déformations principales.

La pression p est la contrainte moyenne, exprimée en fonction du premier invariant I_1 ,

$$p = \frac{-I_1}{3} = -\frac{\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3}{3} \quad (7.12)$$

où σ_1 , σ_2 et σ_3 sont les trois contraintes principales. q est la contrainte équivalente de Von Mises en fonction du second invariant du tenseur déviatorique J_2

$$q = \frac{2}{3}\sqrt{J_2} = \frac{2}{3}\sqrt{\frac{1}{2}((\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_1 - \sigma_3)^2)} \quad (7.13)$$

Sur la figure 7.9 on montre les trajets de chargement possible dans le plan $p - q$, la partie grise est accessible à l'aide du montage.

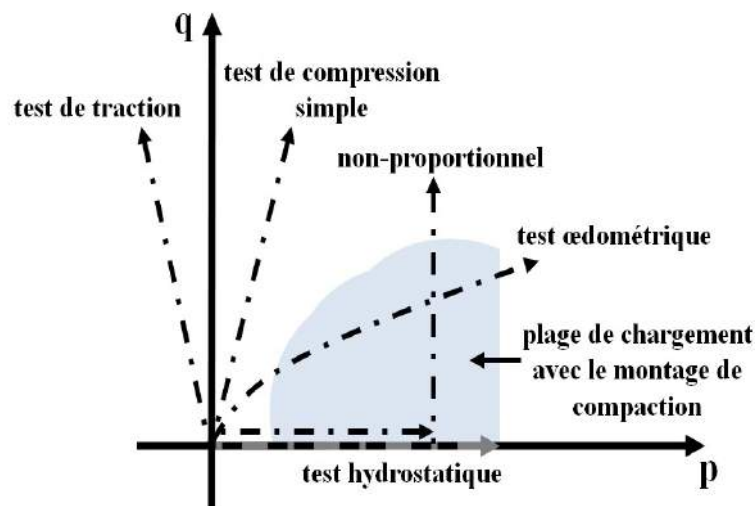


FIGURE 7.9: Le plan des invariants $p - q$, avec la plage de chargements possibles avec le dispositif de compaction.

Plusieurs spécimens ont été testés et différents trajets de chargement ont été explorés afin de mieux cerner et décrire la surface limite de charge. Trois séries d'essais ont été réalisées ; une première en chargement œdométrique (trois tests), la seconde en chargement multiaxial à confinement initial variable (quatre états de confinement initial ont été testés) et la dernière en compression hydrostatique (trois tests). Au total 18 tests triaxiaux ont été menés, soit trois tests par trajet de chargement. Des essais de compression simple ont été également réalisés. Tous les essais ont été effectués sur des échantillons de plâtre de la plaque « A ». Les trajets de chargement explorés dans cette étude sont détaillés ci-dessus.

Chargement œdométrique

Une première série d'essais œdométriques ($\epsilon_{xx} = \epsilon_{yy} = 0, \epsilon_{zz} \neq 0$) a été réalisée. Après la mise en contact entre les blocs et l'échantillon, les deux vérins dans les directions x et y sont maintenus en déplacement et le déplacement du vérin suivant la direction z continue à croître. Il atteint 27 mm à la fin de l'essai, la pression suivant la direction z est d'environ 80 MPa. Ensuite les spécimens sont déchargés progressivement jusqu'à la perte de contact entre l'échantillon et les blocs.

Chargement multiaxial à confinement variable

Afin de mieux décrire le plan $p - q$ une deuxième série d'essais a été réalisée. Elle consiste à solliciter les échantillons suivant des trajets de chargement multiaxiaux à confinement initial variable pilotés en déplacement. Pour illustrer le trajet de chargement on a choisi de détailler celui où le confinement initial était de 5,5 MPa. Les éprouvettes sont compactées hydrostatiquement (tenseur de déformation $\epsilon \propto I$) jusqu'à une pression de 5,5 MPa. Ensuite l'échantillon est sollicité en chargement multiaxial, où

$$\dot{\epsilon} = \begin{pmatrix} \dot{\epsilon}_{xx} & 0 & 0 \\ 0 & \dot{\epsilon}_{yy} & 0 \\ 0 & 0 & \dot{\epsilon}_{zz} \end{pmatrix} \quad (7.14)$$

Le déplacement des vérins dans les directions x et y est interrompu et les vérins sont maintenus à effort constant (déplacement suivant la direction x et y autorisé). Par contre le déplacement suivant l'axe z continue à croître, il atteint 27 mm à la fin du test (la contrainte $-\sigma_{zz}$ est d'environ 80 MPa). Les échantillons sont décompressés progressivement jusqu'à l'ouverture du contact entre l'échantillon et les cubes.

Chargement hydrostatique

Une troisième série d'essais de compression hydrostatique a été effectuée. Les éprouvettes sont compactées « hydrostatiquement » ($\epsilon_{xx} = \epsilon_{yy} = \epsilon_{zz}$) jusqu'à une pression de 120 MPa environ. Ensuite elles sont décompressées progressivement jusqu'à l'annulation du contact entre l'échantillon compacté et les cubes composant le montage de compaction. L'échantillon à l'état final est un cube d'environ 28 mm de côté.

Compression simple

Les essais de compression simple ont été réalisés sur une machine de traction/compression électromécanique Instron équipée d'une cellule de force de 100 kN.

Les échantillons testés sont des parallélépipèdes de dimensions $20 \times 20 \times 40$ mm, composés d'une superposition de quatre échantillons, prélevés au cœur de la plaque, de section carrée de 20 mm de côté par 10 mm d'épaisseur. Soulignons que les tests de compression simple sont interrompus pour une déformation axiale de l'ordre de 1,5% (très faible par rapport aux autres essais).

7.4 Résultats expérimentaux

Au vu du nombre de tests triaxiaux réalisés (18 tests), on a choisi d'illustrer les résultats obtenus en ne présentant qu'un test par trajet de chargement. Les essais des différentes campagnes présentent une bonne reproductibilité.

7.4.1 Chargement œdométrique

Les figures 7.10 (a) et (b) présentent respectivement l'évolution des courbes effort-déplacement et contrainte-déformation au cours d'un chargement œdométrique. La réponse du matériau suivant la direction verticale ressemble à celle de matériaux cellulaires sous compression.

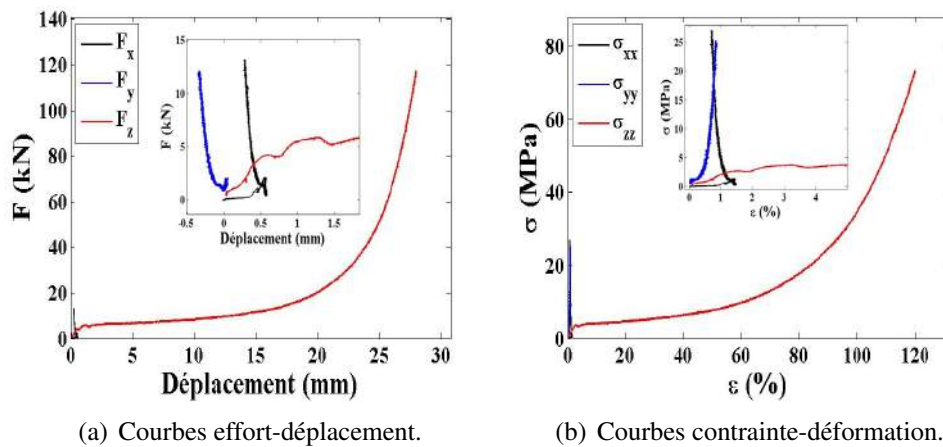


FIGURE 7.10: Réponse typique du plâtre moussé sous chargement œdométrique avec une vue agrandie des premiers stades du chargement.

La figure 7.11 illustre l'évolution des relations $\epsilon_v - \epsilon_d$, $\epsilon_v - p$, $q - \epsilon_d$ et $q - p$ durant l'essai œdométrique. La figure 7.11 (a) montre qu'après la mise en contact et l'application du confinement initial on obtient dans le plan $\epsilon_v - \epsilon_d$ une droite avec une pente proche de l'unité ($\epsilon_v = \epsilon_d$ est imposée par les conditions aux limites de l'essai œdométrique). On obtient également une relation linéaire entre la contrainte déviatorique

q et la contrainte de pression hydrostatique p (figure 7.11 (d)). Un matériau de type Drucker-Prager (ou Mohr-Coulomb) simple donnerait une telle réponse (p et q reliés par loi affine dans ce type de chargement). L'angle de frottement ϕ calculer par l'Eq. 7.5 est de l'ordre de $27,5^\circ$. La figure 7.12 montre un exemple de calcul de cet angle.

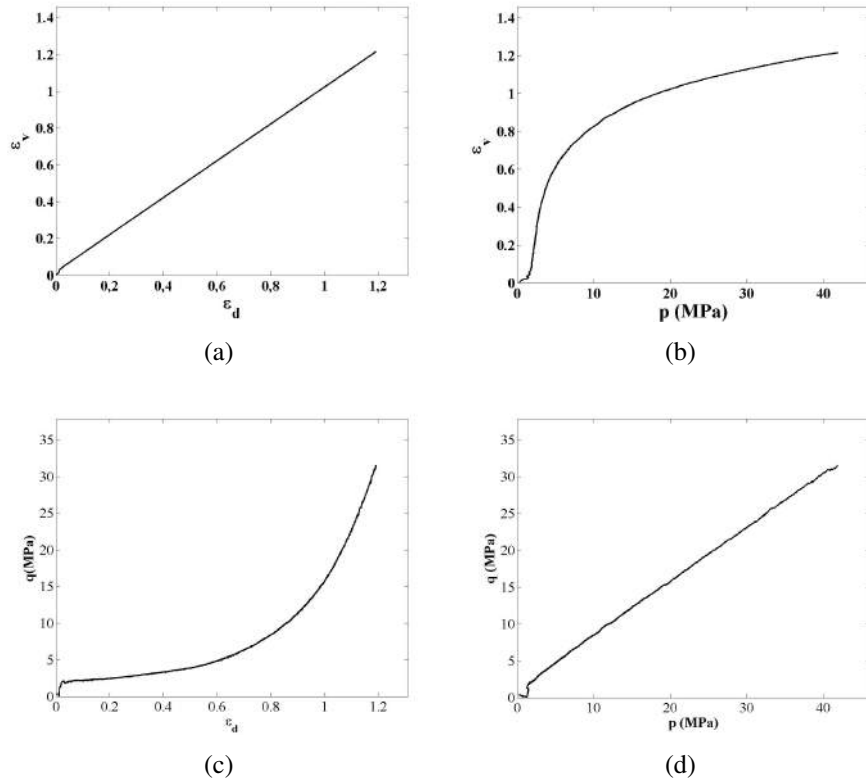


FIGURE 7.11: Essai œdométrique. Les résultats sont présentés dans différents plans. A noter que la figure (a) montre le trajet de chargement choisi alors que les figures (b-d) illustrent la réponse de l'échantillon.

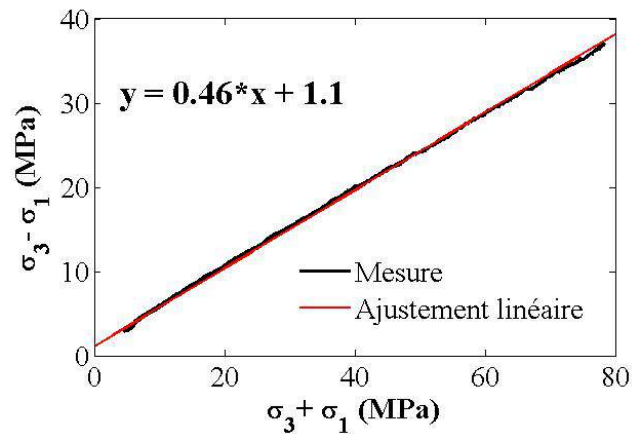


FIGURE 7.12: Exemple de calcul de l'angle de frottement à partir des résultats d'un test œdométrique. Pour cet essai σ_3 est selon l'axe de chargement et $\sigma_1 \approx \sigma_2$ est la contrainte due au confinement latéral.

La figure 7.13 présente l'état de l'échantillon avant et après chargement œdométrique. On passe d'un échantillon composé d'une superposition de quatre parallélépipèdes du plâtre moussé ($40 \times 40 \times 40$ mm) à un seul parallélépipède de dimensions $40 \times 40 \times 14$ mm avec des faces très lisses.

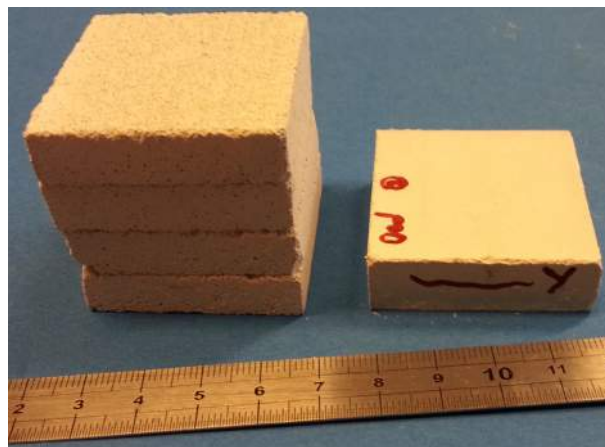


FIGURE 7.13: Essai œdométrique : comparaison entre l'état initial et l'état final de l'échantillon.

7.4.2 Chargement multiaxial à confinement variable

Les figures 7.14 (a) et (b) présentent respectivement l'évolution des courbes effort-déplacement et contrainte-déformation au cours d'un test multiaxial avec un confine-

ment initial de 5,5 MPa. Le détail qui illustre les premiers stades du chargement (figure 7.14 (a)) montre que les consignes de pilotage sont respectées. Les différentes courbes se croisent pour un effort égal à 8 kN qui correspond à un confinement initial d'environ 5,5 MPa. La réponse du matériau suivant la direction verticale est proche de celle des matériaux cellulaires sous compression, alors qu'on remarque une augmentation de la contrainte suivant les directions x et y (détail sur la figure 7.14(b)), liée à la réduction de section de l'échantillon sollicité sous chargement constant.

La figure 7.15 montre les relations $\varepsilon_v - \varepsilon_d$, $\varepsilon_v - p$, $q - \varepsilon_d$ et $q - p$. Sur la sous-figure 7.15 (d) le trajet de chargement est présenté. La pente de la seconde partie du graphe est de l'ordre de 1,5, ce qui est proche de la pente imposée (*i.e.* dans un essai multiaxial avec un confinement initial de $\sigma_{xx} : q = 2p - 2\sigma_{xx}$). Cela confirme la bonne qualité de l'asservissement de la machine. Sur la sous-figure 7.15 (a) l'évolution de ε_v en fonction de ε_d est montrée. Après l'application du confinement initial, ε_v varie linéairement par rapport à ε_d pour une très grande gamme de déformation. Pour un matériau de Mohr-Coulomb (ou Drucker-Prager) parfait une réponse affine de ε_d par rapport à ε_v est attendue avec une pente qui donne une estimation de l'angle de dilatance (ψ). Nous observons ici, comme pour l'essai œdométrique, une réponse compatible avec ce type de comportement avec $\psi \approx 19,5^\circ$ pour un modèle (faiblement) non associé ($\phi \approx 27,5^\circ$). L'angle de dilatance est calculé à partir de l'Eq. 7.4, cette faible angle de dilatance confirme l'effondrement brutale du plâtre moussé sans (ou avec peu) de transfert latéral de la déformation. Ceci est compatible avec les observations tomographiques réalisées sur l'essai d'indentation où on observe une transition brutale entre le matériau compacté et le plâtre environnant. Un exemple de calcul de l'angle de dilatance est illustré à la figure 7.16.

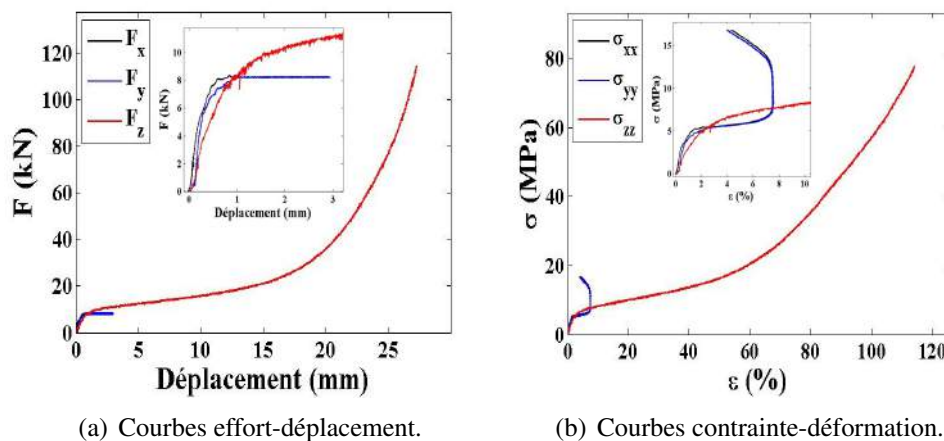


FIGURE 7.14: Réponse typique du plâtre moussé sous chargement multiaxial (confinement initial de 5,5 MPa) avec une vue agrandie des premiers stades du chargement.

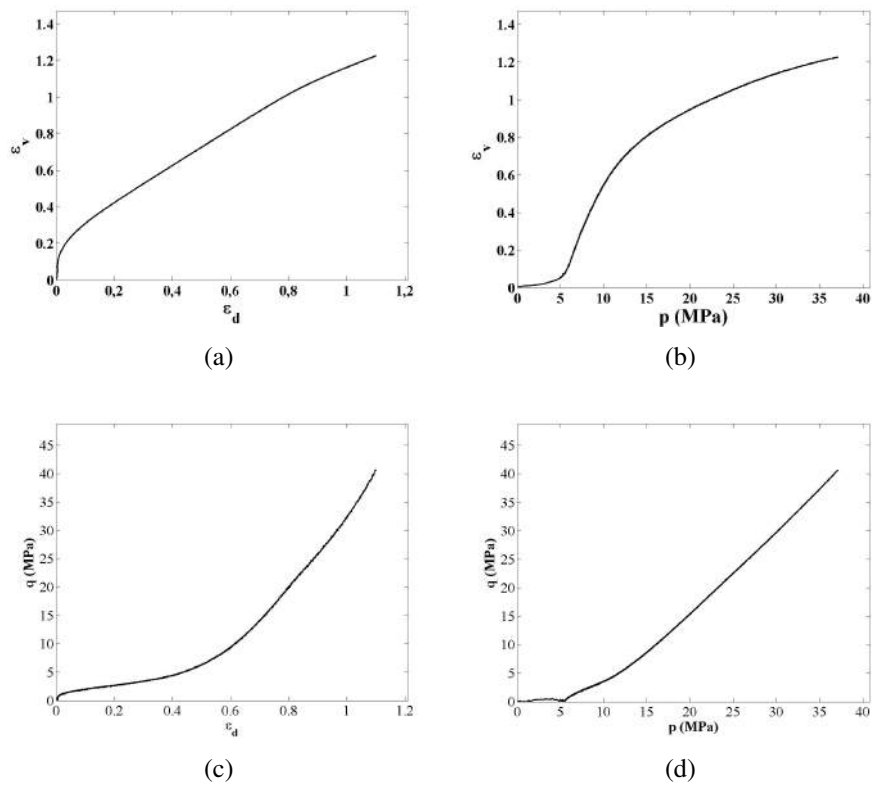


FIGURE 7.15: Essai multiaxial avec confinement initial de 5,5 MPa, les résultats sont présentés dans différents plans.

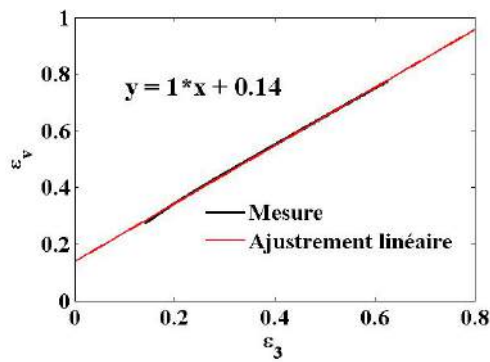


FIGURE 7.16: Exemple de calcul de l'angle de dilatance à partir d'un test multiaxial à confinement variable.

La figure 7.17 présente l'état de l'échantillon avant et après chargement multiaxial à confinement initial de 5,5 MPa. L'échantillon à l'état final est un parallélépipède de

dimensions $37 \times 37 \times 12$ mm.

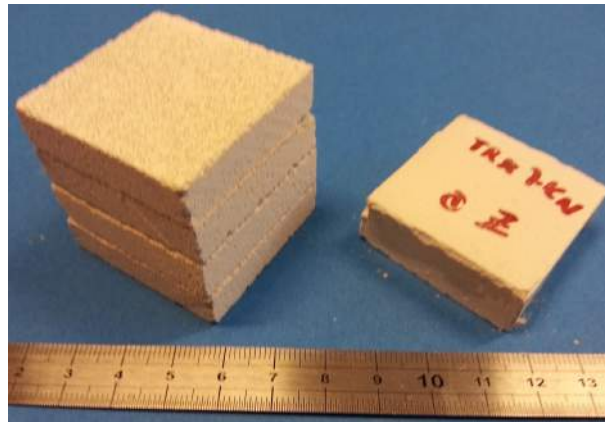


FIGURE 7.17: Essai multiaxial à confinement initial de 5,5 MPa : comparaison entre l'état initial et l'état final de l'échantillon.

7.4.3 Chargement hydrostatique

La figure 7.18 (a) illustre l'évolution des courbes effort-déplacement au cours d'un essai de compression hydrostatique. Les courbes contrainte-déformation sont présentées sur la figure 7.18 (b). Sur ces courbes (figure 7.18) on retrouve le comportement classique d'une mousse (sous sollicitation de compression) qui comprend une courte phase élastique ($\epsilon \approx 0,5\%$), suivie d'un plateau, nommé classiquement plateau de contrainte, et d'une phase de densification pendant laquelle la contrainte augmente fortement en fonction de la déformation. Soulignons l'excellente correspondance de la réponse macroscopique suivant les trois directions de la sollicitation.

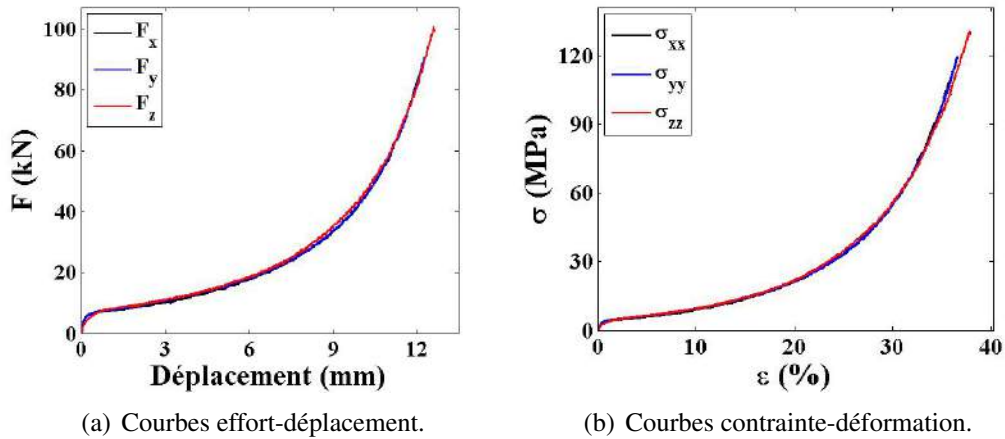


FIGURE 7.18: Essai de compression hydrostatique.

L'exploitation des mesures macroscopiques (effort et déplacement) a permis d'estimer la déformation volumique (ϵ_v), la déformation déviatorique (ϵ_d), la pression moyenne (p) et la contrainte déviatorique équivalente (q). La figure 7.19 illustre l'évolution des différentes quantités dans différents plans. La figure 7.19 (a) montre qu'après la mise en contact entre les blocs de compaction et l'échantillon ($\epsilon_d = 0,003$), la déformation déviatorique reste quasiment constante jusqu'à ce que la déformation volumique dépasse 0,8. A partir de cette valeur la déformation déviatorique augmente en fonction du chargement appliqué, mais au vu des valeurs enregistrées (de l'ordre de 10^{-2}) la qualité de l'asservissement est jugée très satisfaisante. L'information sur l'incertitude de mesure reste inaccessible à cause de la nature confinée des tests triaxiaux. Néanmoins, d'après la figure 7.19(a), on peut donner une estimation de l'incertitude de mesure de déformation (de l'ordre de 10^{-3}). Le plan ϵ_v - ϵ_d nous montre également que le matériau subit un changement de volume important (*i.e.* déformation plastique). Cette réponse n'est pas décrite par le modèle de Drucker-Prager (ou celui de Mohr-Coulomb). Afin de modéliser ce comportement l'utilisation d'un critère fermé (avec « cap ») est nécessaire comme nous le verrons ultérieurement.

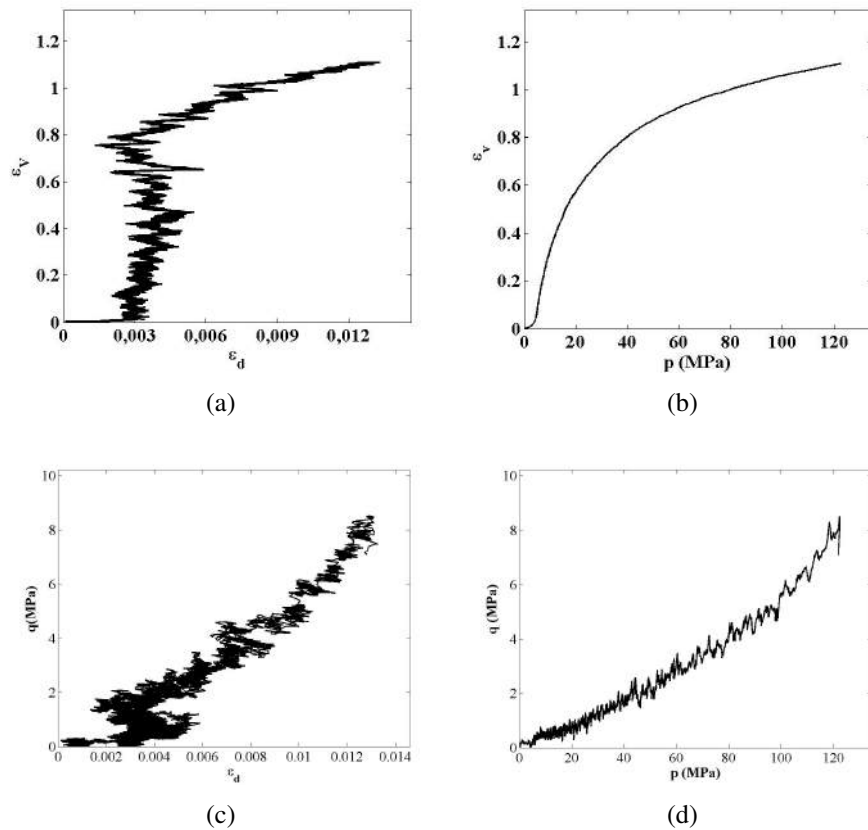


FIGURE 7.19: Essai de compression hydrostatique. Les résultats sont présentés dans différents plans.

La figure 7.20 présente l'état de l'échantillon avant et après sollicitation en compression hydrostatique. On passe d'un échantillon composé d'une superposition de quatre parallélépipèdes du plâtre moussé à un seul cube du plâtre compacté de dimensions $28 \times 28 \times 28$ mm avec des facettes très lisses. Le matériau à l'état final est moins friable que celui que nous obtiendrons après l'essai œdométrique.

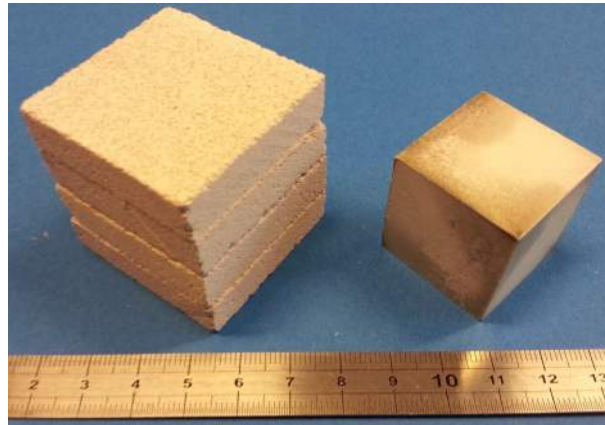


FIGURE 7.20: Essai de compression hydrostatique : comparaison entre l'état initial et l'état final de l'échantillon.

Dans le but de mieux comprendre le mécanisme de compaction, un essai de compression hydrostatique *ex-situ* a été réalisé où le chargement a été interrompu à différents niveaux du chargement puis l'échantillon a été imagé au tomographe afin de suivre l'évolution de la microstructure au cours du test. Le mécanisme de compaction sera discuté en détails plus loin dans ce chapitre.

7.4.4 Compression simple

La figure 7.21 (a) illustre l'évolution de la courbe effort-déplacement au cours d'un essai de compression simple. La courbe contrainte-déformation est présentée sur la figure 7.21 (b). Dans un premier temps, la force de compression augmente de manière linéaire avec le déplacement. Cette phase élastique est suivie par un comportement non-linéaire qui donne lieu à l'apparition d'un pic, après lequel une chute de contrainte est observée. La figure 7.22 montre une photographie de l'échantillon en fin d'essai où plusieurs fissures longitudinales (dans le sens de la compression) sont observées. La baisse de la charge correspond à l'apparition de la première fissure longitudinale. Le volume de plâtre sollicité n'est pas le même tout le long de l'essai puisqu'une partie d'échantillon est effondrée à la fin du test. Pour étudier le mécanisme de rupture du plâtre moussé sous compression simple d'une manière plus poussée, la réalisation d'un essai de compression *in-situ* nous semble une piste intéressante. Elle permettra de déduire le mécanisme de rupture en compression simple et en particulier l'analyse fine de la distribution de la déformation sur toute la hauteur de l'échantillon. Des mécanismes de rupture comparables à celui présenté ici ont été observés sur des mousses syntactiques (porosité allant de 30 à 65 %) à base de microsphères de verre et de résine époxyde *et al.* [206, 207]. L'amorçage des fissures longitudinales a été clairement attribuée à l'épaisseur des parois de microsphères et la fraction volumiques des microsphères, ainsi qu'à d'autres para-

mètres possibles telles que les propriétés de la matrice et à la géométrie de l'éprouvette testée [208].

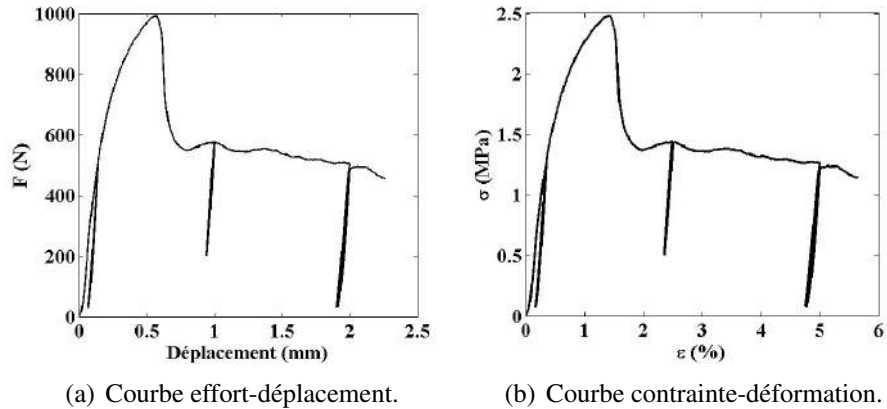


FIGURE 7.21: Réponse typique du plâtre moussé sous compression simple. Les courbes présentent trois décharges au cours du test.

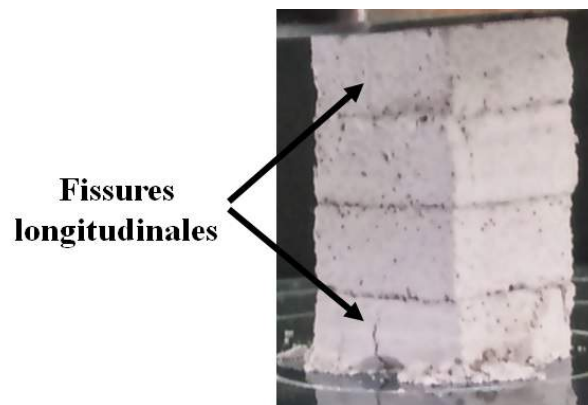


FIGURE 7.22: Etat final d'un échantillon après un essai de compression simple.

7.4.5 Surface limite de charge

L'exploitation des différents tests réalisés nous a permis d'identifier la forme de la surface limite de charge, ainsi que son évolution. Le résultat d'identification est illustré dans le plan contrainte déviatorique-contrainte moyenne (figure 7.23 (a)) pour différents taux de déformation volumique (chaque type de symbole correspond à une même déformation volumique). On suppose que l'évolution de la loi de comportement identifiée (*i.e.* écrouissage) est pilotée par un seul paramètre qui est la déformation volumique

(la densité étant prise comme variable interne). On observe que les enveloppes des surfaces de charge ont des formes sensiblement elliptiques. Le carré plein qui détermine la réponse du matériau sous compression uniaxiale est tracé sur la figure 7.23 (b). Le point correspondant à l'apparition de la première microfissure est considéré comme la fin de la phase élastique (*i.e.* l'effort maximum sur la courbe 7.21 (a)). Les résultats d'identification nous montrent qu'une partie du critère reste non-identifiable à partir des trajets de chargement explorés dans cette étude notamment pour les faibles pressions. Comme il a été montré dans le chapitre précédent cette partie de l'espace $p - q$ correspond à un régime instable qui traduit la transition brutale entre plâtre compacté et le reste de l'échantillon qui sollicité essentiellement dans son domaine élastique.

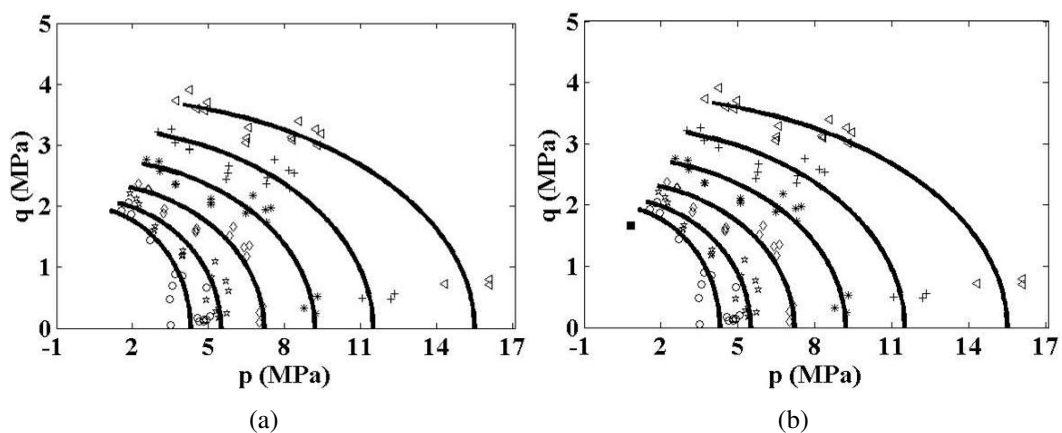


FIGURE 7.23: (a) Surface seuil identifiée dans le plan $p - q$, le trait continu présente un ajustement de résultats d'identification. Le carré plein sur la sous-figure (b) correspond à la réponse du matériau sous compression uniaxiale.

Sur la figure 7.24 sont tracés les résultats d'identification à partir des essais d'indentation sphérique discutés dans le chapitre précédent et ceux issus de l'identification à partir des essais triaxiaux réalisés sur ASTRÉE. La méthodologie proposée dans ce travail a permis d'identifier la surface limite de charge du plâtre moussé ainsi que son évolution pour une large éventail de niveaux de sollicitations. Une présentation schématique de l'évolution de la surface limite de charge identifiée est illustrée sur la figure 7.25.

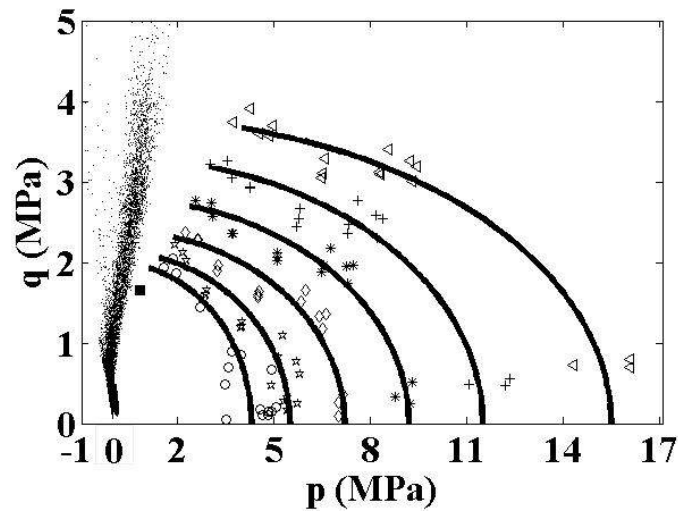


FIGURE 7.24: Surface seuil identifiée. Résultats d'identification à partir d'essais d'indentation sphérique (pour les faibles pressions, $p < 1$ MPa, représentés par des points). Résultats d'identification à partir des essais triaxiaux ($p > 1$ MPa, représentés par des symboles).

Pour les faibles pressions hydrostatiques ($p < 1$ MPa), le plâtre moussé présente un comportement instable (montré sur la figure 7.25) dû à la transition brutale entre comportement élastique et compaction. L'identification du critère dans cette gamme de pressions a été réalisée en exploitant les essais d'indentation sphérique. La stabilisation apportée par le plâtre environnant de la zone compactée, la propagation progressive du front de compaction dans ce test et l'intégration des informations connues *a priori* sur le comportement mécanique du plâtre dans la procédure de corrélation d'images volumiques ont permis de quantifier l'état de contrainte triaxiale dans la zone de transition. Pour des pressions hydrostatiques plus fortes, le plâtre poreux présente un comportement mécanique global stable (schématisé sur la figure 7.25 lié à la densification). L'identification de la surface limite de charge pour des niveaux plus élevés de pression hydrostatique a été effectuée avec les essais triaxiaux. La présentation schématique de l'évolution de la surface de charge (figure 7.25) a été proposée dans la littérature. Wong et Baud [32] ont étudié le comportement mécanique de grès poreux avec des essais triaxiaux. Les surfaces limites trouvées sont proches dans leurs formes des surfaces limites identifiées dans cette étude, avec des distinctions entre rupture brutale (avec des bandes de cisaillement) et une compaction stable à plus forte pression.

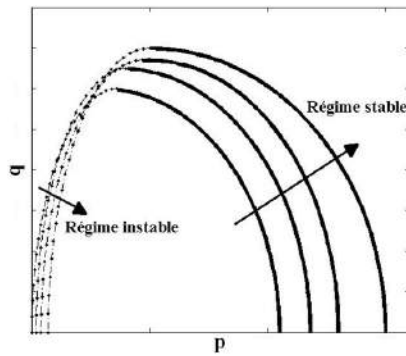


FIGURE 7.25: Présentation schématique de l'évolution de la surface limite de charge.

7.4.6 Validité de critère de Drucker-Prager

Desrues [209] a discuté la validité du critère de Drucker-Prager par rapport aux limitations du choix des angles de frottement pour modéliser le comportement des matériaux à frottement interne qui ne supportent pas de traction. Ce qui constitue une approximation raisonnable pour le plâtre moussé. La surface limite de Drucker-Prager a une section circulaire dans le plan déviatorique (figure 7.26 (a)). Dans le cas d'une compression biaxiale ($\sigma_1 = \sigma_2 \neq 0$ et $\sigma_3 = 0$), ce critère est atteint pour un angle de frottement de $\phi_c = \arcsin(3/5) = 36,8^\circ$. L'absence de traction satisfaisant le critère impose donc que $\phi < \phi_c$. On observe ainsi qu'un état de compression simple n'est pas supportable (il nécessiterait un angle de frottement égal à 90°). On en déduit que la forme algébrique particulière du critère de DP n'est pas adaptée pour le plâtre moussé. Une forme alternative compatible avec nos observations tomographiques pour la forme de la surface limite de charge est une pyramide à section triangulaire, caractérisée par trois plans dans l'espace des contraintes principales σ_1 , σ_2 et σ_3 (figure 7.26 (b)).

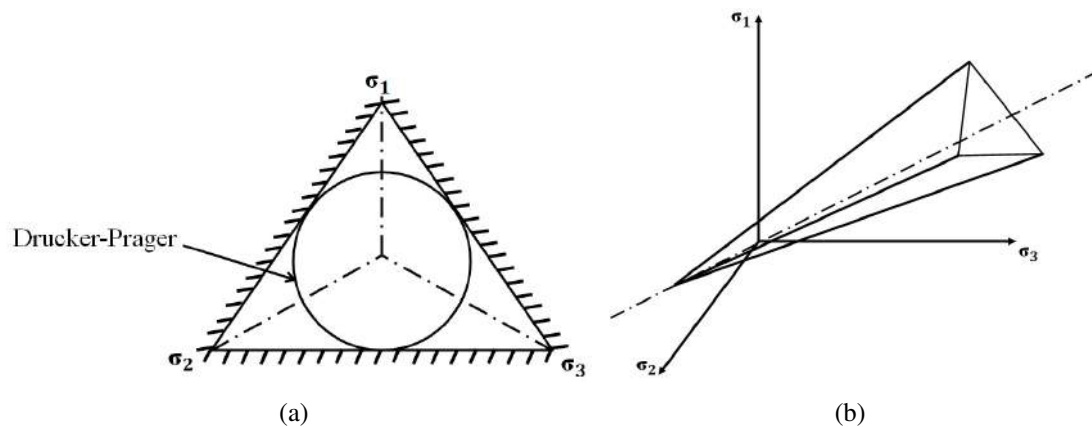


FIGURE 7.26: Représentation de la surface de charge de critère proposé : (a) dans le plan des deviateurs des contraintes, (b) dans l'espace tridimensionnel des contraintes principales.

7.4.7 Tomographie d'une éprouvette comprimée de manière hydrostatique

La figure 7.27 montre des coupes tomographiques à différents plans montrant l'évolution de la microstructure durant l'essai de compression hydrostatique. On observe que contrairement au test d'indentation sphérique où une transition brutale entre le plâtre compacté sous l'indenteur et le reste de l'échantillon est observée, le cœur de l'échantillon subit une déformation relativement homogène. On distingue aussi la formation d'une zone compactée sur les faces de contact entre l'échantillon et les six blocs du montage de compaction liée au cisaillement intense imposé sur la face. Ce phénomène est amplifié aux coins du montage. Les figures 7.27 (e) et (f) montrent que même si le spécimen est sollicité en compression hydrostatique (théoriquement $\epsilon_d = 0$) les interfaces entre les 4 plaques ne gardent pas leur allure initiale. Ces interfaces montrent en particulier l'existence d'une composante déviatorique dans le chargement appliqué, celle-ci est liée essentiellement aux conditions expérimentales de l'essai (frottement aux parois (figure 7.28)). Elle est de plus en plus élevée lorsque la déformation volumique est plus importante ($\epsilon_v > 0,8$) comme déjà montré dans l'analyse de l'essai de compression hydrostatique discuté précédemment dans ce chapitre.

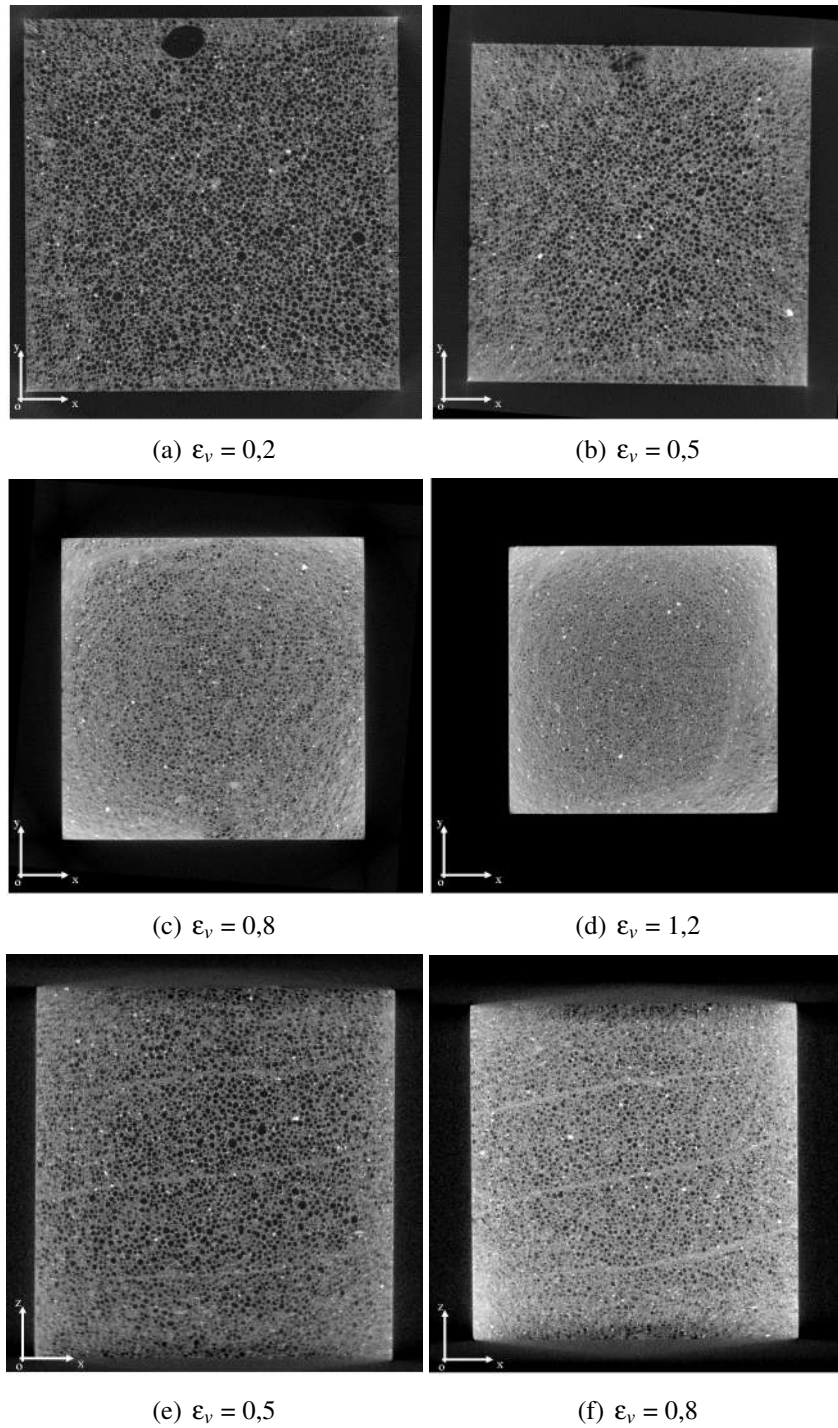


FIGURE 7.27: Coupes tomographiques médianes montrant l'évolution de la microstructure au cours de test de compaction hydrostatique. Les sous-figures (a), (b), (c) et (d) sont présentées dans le plan xOy , tandis que (e) et (f) sont dans le plan xOz .

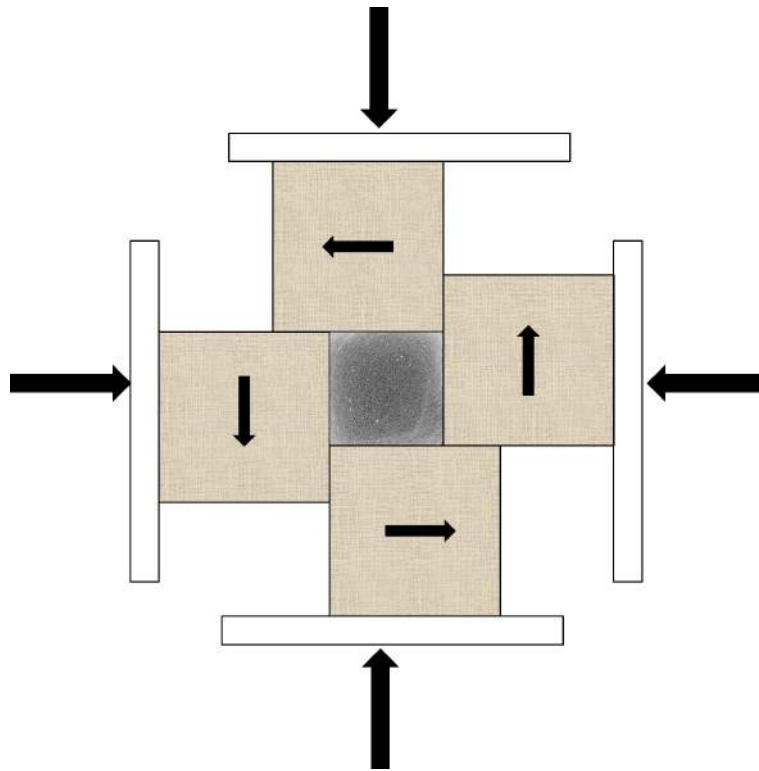


FIGURE 7.28: Schéma simplifié montrant les conditions aux limites appliquées à l'échantillon et expliquant la surcompaction des bords (notamment les coins) ainsi que la rotation globale de l'échantillon visible dans les figures 7.27 (e) et (f).

7.5 Conclusions

Ce chapitre s'inscrit dans une démarche d'identification de la loi de comportement du cœur de la plaque de plâtre. L'objectif était d'une part de donner des éléments de réponse sur le comportement triaxial du plâtre à fort taux de porosité et de mieux comprendre le mécanisme de compaction, et d'autre part, de valider à l'aide des essais expérimentaux triaxiaux les résultats obtenus par l'exploitation des essais d'indentation (chapitre 5). Cela nous a amené à réaliser des essais triaxiaux pour les matériaux quasi fragiles à fort taux de porosité. L'exploitation de ces essais a permis de disqualifier un critère de type Drucker-Prager pour ce matériau et de proposer une forme de surface limite de charge et son évolution également pour le plâtre moussé. Les enveloppes de surfaces limites de charge identifiées à fortes pressions ($p > 1$ MPa) ont des formes sensiblement elliptiques. Les résultats d'identification obtenus via les essais triaxiaux sont en accord avec les résultats d'identification présentés dans le chapitre précédent. Cela donne une surface de charge cohérente dans une large gamme de pression hydrostatique.

L'essai de compression hydrostatique *ex-situ* a permis de donner des éléments de réponse sur le mécanisme de compaction de plâtre moussé. Les observations tomographiques ont mis en évidence l'existence d'une surcompaction aux interfaces entre l'échantillon et le montage, phénomène lié aux conditions expérimentales. L'essai *ex-situ* a contribué également à mieux qualifier la nature du chargement appliqué.

L'exploitation des données tomographiques issues des essais triaxiaux *ex-situ* (avec des pas de chargement relativement faibles) par la corrélation d'images volumiques semble une piste intéressante pour approfondir l'identification du comportement du plâtre à haute pression de confinement, même si ce régime ne conditionne pas les tests normalisés.

Chapitre 8

Conclusion et perspectives

L'objectif du travail entrepris lors de cette thèse était la compréhension des mécanismes de rupture et d'endommagement de la plaque de plâtre à partir d'essais mécaniques *in-situ* et le développement d'un outil combinant la tomographie aux rayons X, les essais mécaniques, la mesure de champ et la simulation afin d'identifier le comportement mécanique du plâtre. Une méthodologie d'analyse d'essais et d'identification a été décrite au cours de ce manuscrit. Un ensemble de dispositifs expérimentaux originaux a été utilisé afin de caractériser à l'aide de la tomographie aux rayons X les mécanismes de rupture et d'endommagement lors des différents tests réalisés à l'intérieur de tomographes de laboratoire et synchrotron. Une campagne d'essais a ainsi pu être menée sur la ligne ID19 au synchrotron de Grenoble (ESRF). Une spécificité importante de cette étude est liée d'une part à la nature fragile du matériau étudié et d'autre part à sa grande porosité qu'il possède (plus de 75%). Ceci a nécessité des développements particuliers pour l'analyse de différents essais par corrélation d'images numériques (CIN) et volumiques (DVC).

Dans le premier chapitre, un état de l'art de la caractérisation des matériaux poreux a été présenté et les différentes approches de modélisation du comportement mécanique ont été rappelées. La plaque de plâtre ainsi que ses différents composants ont été exposés. Les propriétés mécaniques de la plaque sont dictées par celles du cœur, du papier et de l'interface papier-plâtre. L'étude bibliographique a montré que le comportement du plâtre moussé n'a reçu que peu d'attention en dépit de son usage extrêmement courant. La relation microstructure-propriétés mécaniques n'est souvent prise en compte qu'à travers la porosité totale, les caractéristiques de la microstructure n'étant que très rarement considérées. L'étude a aussi confirmé la dégradation des propriétés mécaniques du plâtre en contact avec l'eau. Deux propriétés sont critiques pour le papier. La première est sa résistance à la traction et la deuxième est sa capacité d'absorption d'eau. La résistance à la traction du papier améliore la résistance à la flexion et celle à la traction de la plaque, alors que la capacité d'absorption d'eau est un facteur critique pour l'adhésion papier-plâtre. L'ajout d'amidon est essentiel pour obtenir une bonne liaison entre

le cœur et le papier en particulier lorsque la plaque est produite à des vitesses et des températures de séchage élevées.

La tomographie aux rayons X est un outil permettant de caractériser la microstructure des matériaux. Sa nature non-destructive permet de suivre l'évolution de la microstructure au cours du chargement. La microstructure réelle de l'échantillon peut être exploitée afin de générer des maillages adaptés. Une fois la microstructure maillée, elle peut être utilisée dans un code de calcul de type EF avec la loi de comportement appropriée. Les volumes reconstruits peuvent également être utilisés pour la mesure de champs cinématiques. Ainsi la corrélation d'images globale est une technique de mesure non-intrusive qui permet de déterminer les champs de déplacement à différents niveaux de sollicitations. Elle permet également l'identification de réseaux de fissures grâce à l'analyse de différents champs en particulier celui des résidus de corrélation. A cela vient s'ajouter l'effet de la régularisation mécanique qui permet de diminuer fortement l'incertitude de mesure. Ces deux techniques ont été associées dans ce travail. Ceci a conduit à enrichir de manière considérable l'analyse des données tomographiques, en permettant notamment de mieux caractériser le mécanisme de rupture de la plaque lors des différents tests réalisés.

L'étude bibliographique a mis en évidence que le mécanisme de ruine de la plaque de plâtre en arrachement est encore mal connu. L'essentiel des études précédentes déduisent le mécanisme de ruine d'une part de l'analyse de la courbe de réponse d'arrachement et d'autre part à partir d'analyses post-mortem de l'éprouvette. Toutefois, ces observations ne permettent pas de bien décrire le scénario de rupture ainsi que son développement.

Des essais de flexion trois et quatre points ont été effectués sur des échantillons de plaques de plâtre jusqu'à rupture. La CIN a été utilisée pour étudier les mécanismes de dégradation mécanique, la multi-fissuration du cœur de la plaque, la décohésion papier-plâtre, la redistribution de charge, ... Le choix a été fait de considérer une loi d'endommagement déterministe avec peu de paramètres pour tenir compte de la dégradation de la rigidité en flexion quatre points. Une procédure d'identification non-linéaire a été proposée pour résoudre numériquement ce problème. Cette méthodologie basée sur la CIN nous a permis d'identifier simultanément les conditions aux limites de l'essai et la loi d'endommagement. Les résultats montrent que la méthode proposée permet de caractériser les imperfections de l'essai et en particulier la rupture de la symétrie qui a inévitablement lieu dans le régime non-linéaire. L'analyse d'essais de flexion a mis en évidence que la fissuration du cœur de la plaque est un phénomène précoce dans le processus de ruine.

Des essais de flexion trois et quatre points *in-situ* ont été également effectués sur des échantillons de plaques de plâtre jusqu'à rupture. Grâce à l'association des observations tomographiques avec la corrélation d'images volumiques régularisée le mécanisme de rupture de la plaque en flexion a été identifié. L'analyse des différents tests a permis

de confirmer le mécanisme de ruine déjà déduit à partir d'observations surfaciques. La présence du papier autorise une dégradation progressive de la rigidité de la plaque par multifissuration du cœur. Les résultats obtenus à partir des essais de flexion *in-situ* confirment en particulier l'apparition de fissures en mode *II* (délamination) entre le papier tendu et le cœur de la plaque. Les résultats obtenus permettent d'affirmer que le comportement mécanique de la plaque de plâtre en flexion est régi essentiellement par les propriétés mécaniques du papier et de la qualité de l'interface papier-plâtre. L'analyse des essais de flexion a montré qu'afin d'analyser finement les différents tests l'utilisation de la corrélation d'images comme outil expérimental est précieuse. Dans le cas d'essais de flexion quatre points, la détection des fissures via l'analyse des champs de résidus seuls n'est pas possible. Nous insistons sur le fait que l'analyse fine des champs de déplacement notamment celui dans la direction d'ouverture des fissures peut fournir des informations précieuses sur le réseau de fissures. Ce dernier est également observable sur les champs de déformation.

Parallèlement aux essais de flexion, des essais d'arrachement *in-situ* ont été réalisés. Une méthodologie complète d'analyse de test d'arrachement a été proposée. Grâce à l'apport de la tomographie aux rayons X, les essais d'arrachement *in-situ* et la corrélation d'images volumiques le mécanisme de rupture de la plaque en arrachement a été identifié dans l'ordre d'apparition chronologique de différentes dégradations. L'analyse de la courbe d'arrachement montre qu'après la mise en contact entre le clou et l'échantillon, la progression est d'abord linéaire et correspond à un régime élastique. Après la rupture du roller coating, une légère compaction a été observée sur la partie supérieure de la plaque en contact avec la tête du clou. Cette légère compaction est considérée comme le facteur critique qui favorise la rupture du papier en cisaillement. Après la rupture du papier supérieur l'enfoncement progresse de manière importante à effort plus ou moins constant dans la zone plateau qui caractérise la phase de compaction du cœur de la plaque. A ce stade la charge appliquée est supportée totalement par le cœur de la plaque grâce aux propriétés mécaniques de la mousse de plâtre. Au cours de la phase de compaction la tête du clou poinçonne le papier supérieur, puis pénètre dans le cœur de la plaque à une profondeur assez importante (quart de l'épaisseur initiale), ce qui conduit à la ruine finale de l'échantillon par fissuration du cœur en cisaillement sous forme d'un cône. L'exploitation des données tomographiques par corrélation d'images volumiques a été effectuée et fait apparaître en particulier un écrasement local de la partie supérieure du cœur de la plaque directement sous la tête du clou avant la rupture du papier supérieur. La mesure de champs de déplacement a confirmé le mécanisme de ruine, elle nous a également permis d'affiner et de justifier le scénario de ruine à l'arrachement proposé à partir de l'analyse de la courbe d'arrachement et les observations tomographiques *in-situ*.

La taille de la tête du clou a une influence importante sur le mécanisme de rupture. Lorsque le diamètre de la tête augmente, le scénario de rupture est modifié principale-

ment par : (i) l'apparition d'une fissure radiale sur la face tendue de l'éprouvette (observée sur l'un des tests réalisés), (ii) le palier de compaction est beaucoup plus court et (iii) le papier supérieur reste intact jusqu'à la rupture du cœur par fissuration en cisaillement. La modification du diamètre de la tête du clou conduit à une résistance à l'arrachement comparable à celle du test de référence. Afin de tenter de quantifier l'apport de chaque composante de la plaque à la résistance à l'arrachement, une étude plus poussée de l'essai d'arrachement a été menée en analysant les courbes d'arrachement et les données tomographiques obtenues sur des échantillons sans papier supérieur et sans roller coating.

Les différents tests d'arrachement ont montré que, chronologiquement, le premier mode de dégradation de la plaque est la rupture du roller coating et la compaction du cœur de la plaque sous la tête du clou. Ces observations permettent d'affirmer que c'est la compaction du cœur qui est le mode d'endommagement le plus important. La comparaison des différents tests réalisés dans cette étude a montré que le comportement mécanique de la plaque de plâtre en arrachement est piloté essentiellement par les propriétés mécaniques du cœur. D'un point de vue mécanique, la détermination d'un critère de poinçonnement ou de compaction du cœur de la plaque s'avère très important en pratique afin de modéliser l'essai d'arrachement.

Pour progresser dans la compréhension des mécanismes de ruine de la plaque de plâtre en arrachement, et notamment pour mieux analyser la phase de compaction du cœur de la plaque, deux types de plâtre moussé ont été testés en indentation sphérique *in-situ*. Les observations tomographiques montrent la formation d'une zone compactée directement sous la tête de l'indenteur et conduisent à la conclusion que le mécanisme d'indentation procède par la croissance du domaine d'effondrement de la porosité, tandis que le reste de l'échantillon peut être considéré comme élastique (non endommagé). Le plâtre moussé présente une transition brutale entre comportement élastique et compaction forte. Les essais mécaniques *in-situ*, en particulier les essais d'indentation, sont bien adaptés pour une caractérisation exhaustive de la cinématique 3D complète, et donc l'identification des propriétés mécaniques à partir des résultats de corrélation d'images volumiques est une approche séduisante.

Cependant, la microstructure des matériaux, les artéfacts de la tomographie et l'hétérogénéité du test peuvent conduire à de grandes incertitudes sur les champs mesurés. Quantifier l'état de contrainte multiaxial qui caractérise la transition entre comportement élastique et la compaction de la mousse de plâtre d'une part, et estimer finement les champs de déformations à la frontière de la zone compactée d'autre part, nous a conduit à proposer une procédure originale de corrélation d'images volumiques fondée sur des champs de déplacement calculés par Abaqus[®]. L'information *a priori* sur le comportement et les conditions aux limites est utilisée pour concevoir une base réduite. La nouvelle base adaptée à l'essai d'indentation sphérique contient les champs de déplacement les plus pertinents pour décrire le plus fidèlement possible la cinématique de

l'essai, en particulier, à l'interface de la zone compactée. La méthodologie proposée est un moyen de contourner ces difficultés grâce à l'intégration d'informations connues *a priori* dans la procédure de corrélation d'images volumiques. Chaque champ de la base réduite est le résultat d'une simulation par éléments finis en dehors de la zone compactée. Une réduction très significative de l'incertitude de mesure est observée. Il est à noter que la stratégie proposée pour mesurer des champs de déformations et des champs de contraintes élastiques même si leur niveau est faible est originale et a été mise en oeuvre pour la première fois dans ce travail. Le mérite de cette approche est de fournir des champs non seulement cinématiquement admissibles mais aussi statiquement admissibles. Soulignons que le fait de construire ces champs à partir d'une base calculée par un logiciel EF commercial permet de ne pas limiter son application à un comportement simplement linéaire élastique, mais à tous types de comportement abordables par ces codes (virtuellement illimités). Cette stratégie de la DVC ouvre de nouvelles voies pour l'identification des propriétés mécaniques. Le couplage d'essais mécaniques *in-situ*, de corrélation d'images volumiques avec la simulation numérique d'un côté, l'intégration d'informations connues *a priori* dans la démarche d'identification de l'autre côté ont permis de déterminer l'état de contrainte triaxial dans la zone de transition et d'identifier un critère de ruine local.

Dans le but de donner des éléments de réponse sur le comportement triaxial du plâtre à fort taux de porosité et de mieux comprendre le mécanisme de compaction d'une part et de valider les résultats d'identifications obtenus via les essais d'indentation d'autre part, une campagne d'essais triaxiaux originaux pour les matériaux fragiles à fort taux de porosité a été conduite sur la machine triaxiale ASTRÉE. L'exploitation de ces essais a permis de disqualifier un critère de type Drucker-Prager pour ce matériau et de proposer une forme de surface limite de charge et son évolution également pour le plâtre moussé. Les enveloppes de surfaces limites de charge identifiées à fortes pressions ($p > 1$ MPa) ont des formes elliptiques. Les résultats d'identification obtenus par les essais triaxiaux sont en accord avec ceux obtenus avec les essais d'indentation sphérique.

L'essai de compression hydrostatique *ex-situ* a permis de donner des éléments de réponse sur le mécanisme de compaction de plâtre moussé. Les observations tomographiques ont mis en évidence l'existence de zones de compaction aux interfaces entre l'échantillon et le montage de surcompaction, cela est dû essentiellement aux conditions expérimentales. L'essai *ex-situ* a également contribué à mieux qualifier la nature du chargement appliqué.

8.1 Perspectives

Plusieurs perspectives se dégagent de cette thèse et la prolongent. Il serait intéressant de poursuivre le travail réalisé en suivant l'approche présentée dans ce manuscrit dans les directions suivantes :

- Le premier point est la validation de la loi de comportement identifiée par des simulations numériques. L'utilisation des lois de comportement disponibles dans les bibliothèques des codes de simulations numériques notamment les modèles utilisés couramment dans le domaine de la mécanique des sols nous semble une piste intéressante. Dans le cas où les modèles existants n'arrivent pas à bien décrire le comportement du plâtre moussé, l'implantation de la loi de comportement identifiée dans le code de calcul via l'implémentation des routines UMAT (*User MATerial*) est une solution alternative.
- Les différents essais de caractérisation présentés dans ce travail ont été réalisés sur le plâtre à l'état sec. Afin de mieux comprendre l'influence de l'humidité sur les mécanismes de rupture de la plaque de plâtre en flexion et/ou en arrachement, la réalisation d'essais mécaniques en environnement contrôlé peut apporter des éléments de réponse. L'étude de l'influence des cycles d'humidification-séchage sur la microstructure du papier de la plaque de plâtre peut également être observée par tomographie aux rayons X. Dans un tomographe de laboratoire pour avoir une bonne résolution spatiale (de l'ordre de $1\ \mu\text{m}$) de la microstructure du papier, plusieurs heures d'acquisition sont nécessaires. La difficulté vient d'une part de la résolution spatiale assez fine et du caractère peu absorbant des fibres de cellulose. D'autre part l'expérience nécessite une maîtrise extrêmement fine des conditions expérimentales sur toute la durée d'acquisition.
- La réalisation d'essais de flexion *in-situ* à l'aide de machine d'essai permettra une meilleure maîtrise du pilotage de l'essai avec des pas de chargement relativement petits. Ceci permettra de mieux comprendre le mécanisme de ruine de la plaque. L'exploitation des volumes reconstruits près de l'interface papier-plâtre par corrélation d'images volumiques régularisée avec un maillage fin permet également d'appréhender la compréhension du rôle de l'amidon dans l'amélioration de la qualité de l'interface papier-plâtre.
- Enfin l'approche présentée dans ce travail est très générique et peut être facilement étendue à d'autres configurations expérimentales et sur d'autres types de matériaux. Elle utilise le code d'éléments finis comme un moyen de générer une base cinématique. Les amplitudes associées à chaque champ sont ensuite évaluées par une approche globale de corrélation d'images volumiques. Le comportement du plâtre moussé à l'échelle microscopique peut également être étudié en exploitant la même méthodologie exposée dans cette étude.

Bibliographie

- [1] ASTM C473-03 Standard Tests Methods for Physical Testing of Gypsum Panel Products. *U.S. Patent 520*, 123, 1894.
- [2] R., Bruce, D., Mitakidis. Improved Gypsum Board. *U.S. Patent No. 5,085, 929*, 1992.
- [3] Kuntze, Richard A. Gypsum : Connecting Science and Technology. *ASTM stock number. MNL67*, 2009.
- [4] Ashby M.F., Evans A.G., Fleck N.A., Gibson, L.J., Hutchinson, J.W., Wadley, H.N.G. Metal Foams : A Design Guide. *Butterworth-Heinemann*, 2000.
- [5] Gibson L.J., Ashby, M.F. Cellular Solids : Structure and Properties. *Cambridge University Press*, 1997.
- [6] U., Ramamurty, M.C., Kumaran. Mechanical property extraction through conical indentation of a closed-cell aluminum foam. *Acta Materialia*, 52, 181-89, 2004.
- [7] S., Youssef, E., Maire, R., Gaertner. Finite element modelling of the actual structure of cellular materials determined by X-ray tomography. *Acta Materialia*, 53, 719-730, 2005.
- [8] Laroussi, M. Modélisation du comportement des mousses solides à porosité ouverte : une approche micromécanique. *Thèse de doctorat, ENPC*, 2002.
- [9] Shaw, MC., Sata, T. The plastic behavior of cellular materials. *Int. J. Mech. Sci.*, 8(7), 469-478, 1966.
- [10] Bart-Smith, H., Bastawros, A.F., Mumm, D.R., Evans, A.G., Speck, D.J., Wadley, H.N.G. Compressive deformation and yielding mechanisms in cellular Al alloys determined using X-ray tomography and surface strain mapping. *Acta Materialia*, 46, 3583-3592, 1998.
- [11] E., Maire, F., Wattebled, J.Y., Buffière, G., Peix, Deformation of a metallic foam studied by X-ray computed tomography and finite element calculations. *in : T.W. Clyne, A.B. Simancik (Eds.), Proceedings of the Euromat 99 Conference in München, vol. 5, Wiley vch (Phs)*, 68-73, 1999.
- [12] A.F., Bastawros, H., Bart-Smith, A.G., Evans. Experimental analysis of deformation mechanisms in a closed-cell aluminum alloy foam. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 48, 301-22, 2000.

- [13] E., Andrews, W. Sanders, L.J. Gibson. Compressive and tensile behaviour of aluminium foams. *Materials Science and Engineering : A*, 270(2), 113-124, 1999.
- [14] F., Pierron, B., Guo, R., Rotinat. Méthodologie d'identification du comportement mécanique des mousses hyperélastiques par mesures de champs et méthode inverse. *Mécanique & Industries*, 10(1), 55-59, 2009.
- [15] S., Meille, M., Lombardi, J., Chevalier, L., Montanaro. Mechanical properties of porous ceramics in compression : On the transition between elastic, brittle, and cellular behavior. *Journal of the European Ceramic Society*, 32, 3959-3967, 2012.
- [16] S., Deschanel. Dynamique des précurseurs de la rupture des matériaux hétérogènes : application aux mousses polymères vitreuses. *Thèse de doctorat*, INSA de Lyon, 2005.
- [17] C., Motz, R., Pippan. Deformation behaviour of closed-cell aluminium foams in tension. *Acta Materialia*, 49, 2463-70, 2001.
- [18] M., Styles. Characterization of the flexural behaviour of aluminium foam composite sandwich structures. *PhD thesis, Australian National University*, 2008.
- [19] D., Tabor. The Hardness of Metals. *Oxford University Press*, 175 pages, 2000.
- [20] M., Wilsea, K.L., Johnson, M.F., Ashby. Indentation of foamed plastics. *International Journal of Mechanical Sciences*, 17(7), 457-460, 1975.
- [21] O.B., Olurin, N.A., Fleck, M.F., Ashby. Indentation resistance of an aluminium foam. *Scripta Materialia*, 43, 983-989, 2000.
- [22] P.S., Kumar, S., Ramachandra, U., Ramamurty. Effect of displacement-rate on the indentation behavior of an aluminum foam. *Materials Science and Engineering A347*, (2003) 330-337, 2003.
- [23] T.M., McCormack, R., Miller, O., Kesler, L.J., Gibson. Failure of sandwich beams with metallic foam cores. *International Journal of Solids and Structures*, 38, 4901-20, 2001.
- [24] H., Bart-Smith, J.W., Hutchinson, A.G., Evans. Measurement and analysis of the structural performance of cellular metal sandwich construction. *International Journal of Mechanical Sciences*, 43, 1945-63, 2001.
- [25] M., Styles, P., Compston, S., Kalyanasundaram. The effect of core thickness on the flexural behaviour of aluminium foam sandwich structures *Composite Structures*, 80, 532-538, 2007.
- [26] V.S., Deshpande, N.A., Fleck. Multi-axial yield behaviour of polymer foams. *Acta Materialia*, 49(10), 1859-1866, 2001.
- [27] Y., Kim, S., Kang. Development of experimental method to characterize pressure-dependent yield criteria for polymeric foams. *Polymer Testing*, 22(2), 197-202, 2003.

- [28] Y.M., Moreu, N. J., Mills. Rapid hydrostatic compression of low-density polymeric foams. *Polymer Testing*, 23(3), 313-322, 2004.
- [29] P., Viot. Hydrostatic compression on polypropylene foam. *International Journal of Impact Engineering*, 36(7), 975-989, 2009.
- [30] J., Desrues, R., Chambon, M., Mokni, M., F., Mazerolle. Void Ratio Evolution Inside Shear Bands in Triaxial Sand Specimens Studied by Computed Tomography. *Geotechnique*, 46(3), 529-546, 1996.
- [31] K.A., Alshibli, S., Sture, N.c., Costes, M., Frank, M., Lankton, S., Batiste, R., Swanson. Assessment of Localized Deformations in Sand Using X-ray Computed Tomography. *ASTM Geotechnical Testing Journal*, 23(3), 274-299, 2000.
- [32] T.F., Wong, P., Baud. Mechanical compaction of porous sandstone. *IFP Oil and Gas Scie. techn*, 6, 715-727, 1999.
- [33] T.F., Wong, C., David, W., Zhu. The transition from brittle faulting to cataclastic flow in porous sandstone : Mechanical deformation. *J. Geophys. Res*, 102, 3009-3025, 1997.
- [34] M.J., Bouteica, J.P., Sarda, O. Vincke. Constitutive Law for Permeability Evolution of Sandstones During Depletion *SPE International Symposium on Formation Damage Control*, 23-24, 2000, Lafayette, Louisiana
- [35] P.M.T.M., Schutjens, T.H., Hanssen, M.H.H., Hettema, J., Merour, P., de Bree, J.W.A., Coremans, G., Helliesen. Compaction-Induced Porosity/Permeability Reduction in Sandstone Reservoirs : Data and Model for Elasticity-Dominated Deformation. *Journal SPE Reservoir Evaluation & Engineering*, 7(3), 202-216, 2004.
- [36] P., Baud, E., Kleina, T.F., Wong. Compaction localization in porous sandstones : spatial evolution of damage and acoustic emission activity. *Journal of Structural Geology*, 26, 603-624, 2004.
- [37] W.A., Olsson, D.J., Holcomb. Compaction localization in porous rock. *Geophysical Research Letters*, 27, 3537-3540, 2000.
- [38] E., Klein, P., Baud, T., Reuschle, T.F., Wong. Mechanical behaviour and failure mode of Bentheim sandstone under triaxial compression. *Phys. Chem. Earth. Pt*, 26, 21-25, 2001.
- [39] S, Loaiza-Ambuludi. Partie I : Étude cinétique, mécanistique et toxicologique de l'oxydation dégradante de l'Ibuprofène par l'oxydation avancée électrochimique et photochimique. Partie II : Étude des propriétés physiques et du comportement mécanique des Basaltes. *Thèse de doctorat, Université Paris-Est*, 2012.
- [40] S., Loaiza, J., Fortin, A., Schubnel, Y., Gueguen, S., Vinciguerra, M., Moreira. Mechanical behavior and localized failure modes in a porous basalt from the Azores. *Geophysical Research Letters*, 39(19), 2012. DOI : 10.1029/2012GL053218.

- [41] S.D., Papka, S., Kyriakides. In-plane crushing of a polycarbonate honeycomb. *Int. J. Solids Structures*, 5(3-4), 239-267, 1998.
- [42] P., Bésuelle, G., Viggiani, N., Lenoir, J., Desrues, M., Bornert. X-ray Micro CT for Studying Strain Localization in Clay Rocks under Triaxial Compression. *Advances in X-ray Tomography for Geomaterials edited by J., Desrues, G., Viggiani, P., Bésuelle, Wiley*, 2006.
- [43] E.M., Charalampidou, S.A., Hall, S., Stanchits, H., Lewis, G., Viggiani. Characterization of shear and compaction bands in a porous sandstone deformed under triaxial compression. *Tectonophysics*, 503, 8-17, 2011.
- [44] E., Andò, S.A., Hall, G., Viggiani, J.Desrues, P., Bésuelle. Grain-scale experimental investigation of localised deformation in sand : a discrete particle tracking approach. *Acta Geotechnica*, 7,1-13, 2012.
- [45] S.A., Hall, N., Lenoir, Y., Pannier, J., Desrues, M., Bornert, G., Viggiani, P., Bésuelle, M., di Michiel, J., Otani. Characterisation of localised deformation in granular geomaterials using x-ray (micro) tomography and 3D-volumetric digital image correlation. *Photomechanics*, 2008.
- [46] J.F., Bruchon, J.M., Pereira, M., Vandamme, N., Lenoir, P., Delage, M., Bornert. Full 3D investigation and characterisation of capillary collapse of a loose unsaturated sand using X-ray CT. *Granular Matter*, 15, 783-800, 2013.
- [47] A.P., Roberts, E.J., Garboczi. Elastic Properties of Model Random Three Dimensional Open-Cell Solids. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 33-55, 2002.
- [48] A.P., Roberts, E.J., Garboczi. Computation of The Linear Elastic Properties of Random Porous Materials With a Wide Variety of Microstructure. *Proceeding of the Royal Society of London A*, 458, 1033-1054, 2002.
- [49] A.P., Roberts, E.J., Garboczi. Elastic moduli of model random threedimensional closed-cell cellular solids. *Acta Materialia*, 49(2), 189-197, 2001.
- [50] H.X., Zhu, J.R., Hobdell, A.H., Windle. Effects of cell irregularity on the elastic properties of open-cell foams. *Acta Materialia*, 48(20), 4893-4900, 2000.
- [51] J.Y., Buffière, E., Maire, J., Adrien, J.P., Masse, E., Boller. In Situ Experiments with X ray Tomography : an Attractive Tool for Experimental Mechanics. *Experimental Mechanics*, 50(3), 289-305, 2010.
- [52] F., Renard, D., Bernard, J., Desrues, E., Plougouven, A., Ougier-Simonin. Characterisation of Hydraulic Fractures in Limestones Using X-ray Microtomography. *GeoX Conference*, 1-6, 2006.
- [53] O., Caty, E., Maire, S., Youssef, R., Bouchet. Modeling the properties of closed-cell cellular materials from tomography images using finite shell elements. *Acta Materialia*, 56, 5524-5534, 2008.

- [54] E.J., Garboczi, A.R., Day. An algorithm for computing the effective linear elastic properties of heterogeneous materials : 3-D results for composites with equal phase Poisson ratios. *J. Mech. Phys. Solids*, 43, 1349-1362, 1995.
- [55] W.E., Lorensen, H.E., Cline. Marching cubes : high resolution 3-D surface construction algorithm. *Computer Graphics*, 213, 163-169, 1987.
- [56] D., Ulrich, B. van Rietbergen, H., Weinans, P. Rügsegger. Finite element analysis of trabecular bone structure : a comparison of image-based meshing techniques. *Journal of Biomechanics*, 31, 1187-1192, 1998.
- [57] K., Madi, S., Forest, M., Boussuge, S., Gailliègue, E., Lataste, J.Y., Buffière, D., Bernard, D., Jeulin. Finite element simulations of the deformation of fused-cast refractories based on X-ray computed tomography. *Computational Materials Science*, 39, 224-229, 2007.
- [58] T., Zhang, E., Maire, J., Adrien, P.R., Onck, L., Salvo. Local tomography study of the fracture of an ERG metal foam. *Advanced Engineering Materials*, 15(8), 767-772, 2013.
- [59] <http://www.placoplatre.fr/Une-entreprise-pionniere/65-ans-d-innovation>
- [60] <http://www.placoplatre.fr/Une-entreprise-pionniere/Nos-implantations/Les-sites-industriels-Placoplatre/Usine-de-Vaujourn>
- [61] E., Maire. Tomographie à rayons x appliquée à l'étude des matériaux. *Techniques de l'Ingénieur*, 2004.
- [62] R., Tomasiewicz The Adhesion of Paperboard to the Gypsum Core of Wallboard : An Investigation of Adhesive Bond Quality in Response to Paper Production Variables and Relative Humidity. *Master thesis*, Faculty of North Carolina State University, 2003.
- [63] R.E., Kirk, D.F., Othmer. *Encyclopedia of Chemical Technology*, 2nd ed., John Wiley & Sons, New York, 1964.
- [64] K.J., Anusavice. *Phillips Science of Dental Material Tenth Edition*, Philadelphia, Pennsylvania : L W.B. Saunders Co, 1996.
- [65] P., Coquard. Résistance mécanique des plâtres secs et humides. *Thèse de doctorat de l'Université d'Aix-Marseille III*, France, 1992.
- [66] S., Meille. Etude du comportement mécanique du plâtre pris en relation avec sa microstructure. *Thèse de doctorat, INSA de Lyon*, 2001.
- [67] H., Jaffel. Caractérisation multi-échelles de matériaux poreux en évolution : cas du plâtre. *Thèse de doctorat, Ecole polytechnique*, France, 2006.
- [68] E., Badens. Etude de l'adsorption de l'eau sur les cristaux de gypse et de son influence sur les propriétés mécaniques du plâtre pûr et additivé., in Génie des procédés et physico-chimie. *Thèse de doctorat de l'Université d'Aix-Marseille III*, France, 1998.

- [69] J.P., Caspar, C., Dany, L., Amathieu, P., Reynaud, G., Fantozzi. Influence de la microstructure du plâtre pris sur ses propriétés mécaniques. *XXIème congrès Euroypsum*, Versailles, France, 1996.
- [70] J., Sanahuja, L., Dormieux, S., Meille, C., Hellmich, A., Fritsch. Micromechanical Explanation of Elasticity and Strength of Gypsum : From Elongated Anisotropic Crystals to Isotropic Porous Polycrystals. *Journal of Engineering Mechanics-Asce*, 136, 239-53, 2010.
- [71] M., Murat. Rapport final d'activité (1973-1980) de la Commission 23-GP (Gypsum/Plaster) de la RILEM. *Matériaux et Construction*, 1(1), 39-62, 1982.
- [72] E., Badens, S., Veesler, R., Boistelle, D., Chatain. Relation between Young's Modulus of set plaster and complete wetting of grain boundaries by water. *Colloids and Surfaces A : Physicochemical and Engineering Aspects*, 156(1-3), 373-379, 1999.
- [73] M., Murat, L., Pusztaszeri, M., Gremion. Corrélations « texture cristalline-propriétés mécaniques » des plâtres durcis. Étude préliminaire. *Matériaux et Construction*, 8(5), 77-385, 1975.
- [74] K.K., Phani, S.K., Niyogi, A.K., Maitra, M., Roychaudhury. Strength and elastic modulus of a porous brittle solid : An acousto-ultrasonic study. *Journal of Materials Science*, 21(12), 4335-4341, 1986.
- [75] L., Amathieu, R., Boistelle. Improvement of the mechanical properties of set plasters by means of four organic additives inducing -101 faces. *Journal of Crystal Growth*, 79, 169-177, 1986.
- [76] I., Soroka, P.J., Sereda. Interrelation of Hardness, Modulus of Elasticity, and Porosity in Various Gypsum Systems. *Journal of the American Ceramic Society*, 51(6), 337-340, 1968.
- [77] S., Meille, E.J., Garboczi. Linear elastic properties of 2D and 3D models of porous materials made from elongated objects. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, 9, 371-90, 2001.
- [78] P., Clément, S., Meille, J., Chevalier, C., Olagnon. Mechanical characterization of highly porous inorganic solids materials by instrumented micro-indentation. *Acta Materialia*, 61(18), 6649-6660, 2013.
- [79] A., Lundh, C., Fellers. The z-toughness method for measuring the delamination resistance of paper. *Nordic Pulp and Paper Research Journal*, 16(4), 298-305, 2001.
- [80] A., Koubaa, Z., Koran. Measure of the internal bond strength of paper/board. *Tappi Journal*, 78(3), 103-111, 1995.
- [81] J.C., Bastidas, J.J., Pawlak, R.A., Venditti, J.A., Heitmann, M.A., Hubbe, J.F., Kadla. A colloidal probe microscopy study of cellulose/gypsum interactions. *Materials Characterization*, 59(2), 144-150, 2008.

- [82] L.J., Pingel. Studies on Bonding in Paper-Gypsum Composite Structures. *University of Maine Thesis*. Orono, 1990.
- [83] G.T., Herman. Image Reconstruction from Projections. The Fundamentals of Computerized Tomography. *Academic Press*, (San Francisco, USA), 1980.
- [84] S., Helgason. The Radon transform, volume 5 of Progress in mathematics. *Birkhäuser, Boston, 2nd edition*, 1999.
- [85] S., Roux. Réinventer la tomographie? *Neuvièmes Journées du LMT-Cachan, Relais du Plessis*, Richelieu, 2013.
- [86] Youssef S. Etude par tomographie X et modélisation par éléments finis du comportement mécanique des mousses solides. *Thèse de doctorat*, l'INSA de Lyon, 2004.
- [87] Amira, <http://www.amiravis.com/>.
- [88] ImageJ, <http://imagej.nih.gov/ij/index.html/>.
- [89] Bay, B.K., Smith, T.S., Fyhrie D.P., Saad, M. Digital Volume Correlation : Three-dimensional Strain Mapping Using X-ray Tomography. *Experimental Mechanics*, 39, 217-226, 1999.
- [90] Buffière, J. Y., Maire, E., Clotens, P., Lormand, G., Fougères, R. Characterization of internal damage in a MMCp using X-ray synchrotron phase contrast microtomography. *Acta Mater*, 47, 1613-25, 1999.
- [91] Maire, E., Caty, O., Adrien, J. X Ray Tomography Study of Cellular Materials : Experiments and Modelling. *Mechanical Properties of Cellular Materials, IUTAM Bookseries*, 12, 35-42, 2009.
- [92] Ferrié, E., Buffière, J. Y., Ludwig, W., Gravouil, A., Edwards, L. Fatigue crack propagation : in situ visualization using X-ray microtomography and 3D simulation using the extended finite element method. *Acta. Mater*, 5, 1111-1122, 2006.
- [93] Coles, M.E., Spanne, P., Muegge, E.L., Jones, K.W. Computed microtomography of reservoir core samples. *International Symposium of the Society of Core Analysts*, Stavanger, Norway, September 12-14, 1994.
- [94] N., Lenoir. Comportement mécanique et rupture dans les roches argileuses étudiés par tomographie à rayons X. *Thèse de doctorat*, université Joseph Fourier-Grenoble 1.
- [95] M.A., Sutton, W.J., Wolters, W.H., Peters, W.F., Ranson, S.R., McNeill. Determination of displacements using an improved digital correlation method. *Image and Vision Computing*, 1(3), 133-139, 1983.
- [96] T.C., Chu, W.F., Ranson, M.A., Sutton, W.H., Petters. Applications of digital image-correlation techniques to experimental mechanics. *Exp. Mech*, 3(25), 232-244, 1985.

- [97] G., Besnard, F., Hild, S., Roux. "Finite-element" displacement fields analysis from digital images : application to Portevin-Le Châtelier bands. *Exp. Mech*, 46, 789-803, 2006.
- [98] T.S., Smith, B.K., Bay, M.M., Rashid. Digital volume correlation including rotational degrees of freedom during minimization. *Exp. Mech*, 42, 272-278, 2002.
- [99] E., Verhulp, B., van Rietbergen, R., Huiskes. A three-dimensional digital image correlation technique for strain measurements in microstructures. *J. Biomech*, 37, 1313-1320, 2004.
- [100] M., Bornert, J.M., Chaix, P., Doumalin, J.C., Dupré, T., Fournel, D., Jeulin, E., Maire, M., Moreaud, H., Moulinec. Mesure tridimensionnelle de champs cinématiques par imagerie volumique pour l'analyse des matériaux et des structures. *Instrumentation, Mesure, Métrologie*, 4(3-4), 43-88, 2004.
- [101] S., Roux, F., Hild, P., Viot, D., Bernard. Three dimensional image correlation from X-ray computed tomography of solid foam. *Comp. Part A*, 39, 1253-1265, 2008.
- [102] J. Réthoré, J.P., Tinnes, S., Roux, J.Y., Buffière, F., Hild. Extended three-dimensional digital image correlation (X3D-DIC). *C. R. Mécanique*, 336, 643-649, 2008.
- [103] J., Rannou, N., Limodin, J., Réthoré, A., Gravouil, W., Ludwig, M.C., Baietto, J.Y. Buffière, A. Combescure, F. Hild, and S. Roux. Three dimensional experimental and numerical multiscale analysis of a fatigue crack. *Comp. Meth. Appl. Mech. Eng*, 199, 1307-1325, 2010.
- [104] H., Leclerc, J.N., Périé, S., Roux, F., Hild. Voxel-scale digital volume correlation. *Exp. Mech*, 51(4), 479-490, 2011.
- [105] H., Leclerc, J.N., Périé, F., Hild, S., Roux. What are the limits to the spatial resolution ? *Mechanics & Industry*, 13, 361-371, 2012.
- [106] S., Roux, T., Taillandier-Tomas, A., Bouterf, H., Leclerc, T.F., Morgeneyer, F., Hild. Digital Volume Correlation from Tomographic Images : Results and Challenges. *IUTAM Symposium on Advances of Optical Methods in Experimental Mechanics*, 2012.
- [107] K., Madi, G., Tozzi, Q.H., Zhang, J., Tong, A., Cossey, A., Au, D., Hollis, F., Hild. Computation of full-field displacements in a scaffold implant using digital volume correlation and finite element analysis. *Medical Engineering & Physics*, 35, 1298-1312, 2013.
- [108] N., Limodin, J., Réthoré, J., Adrien, J.Y., Buffière, F., Hild, S., Roux. Analysis and Artifact Correction for Volume Correlation Measurements Using Tomographic Images from a Laboratory X-ray Source. *Experimental Mechanics*, 51(6), 959-970, 2011.

- [109] D., Claire, F., Hild, S., Roux. A finite element formulation to identify damage fields : The equilibrium gap method. *Int. J. Num. Meth. Eng.*, 61(2), 189-208, 2004.
- [110] J., Réthoré, S., Roux, F., Hild. An extended and integrated digital image correlation technique applied to the analysis of fractured samples. *European Journal of Computational Mechanics*, 18(3-4), 285-306, 2009.
- [111] H., Leclerc, J.N., Périé, S., Roux, F., Hild. Integrated digital image correlation for the identification of mechanical properties. In *Gagalowicz A. et Philips W., editors, Computer vision / Computer graphics collaboration techniques*, 5496, 61-171, Springer Berlin / Heidelberg, 2009.
- [112] J., Réthoré. A fully integrated noise robust strategy for the identification of constitutive laws from digital images. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, 84(6), 6316660, 2010.
- [113] S., Roux, F., Hild, H., Leclerc. Mechanical assistance to DIC. *Full field measurements and identification in Solid Mechanics*, 159-168, 2012.
- [114] Z., Tomičević, F., Hild, S., Roux. Mechanics-aided digital image correlation. *Journal of Strain Analysis for Engineering Design*, 48(5), 330-343, 2013.
- [115] T., Taillandier-Thomas, S., Roux, T.F., Morgeneyer, F., Hild. Localized strain field measurement on laminography data with mechanical regularization. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B*, 2014.
- [116] M.A., Sutton. Computer Vision-Based, Noncontacting Deformation Measurements in Mechanics : A Generational Transformation. *Appl. Mech. Rev.*, 65, 050000, 23 pages, 2013, doi : 10.1115/1.4024984.
- [117] Murat, M., Pusztaszeri, L., Gremion, M. Corrélation texture cristalline-propriétés mécaniques de plâtres durcis, étude préliminaire. *Matériaux et Construction*, 47(8), 337-385, 1974.
- [118] Sakji, M.S. Comportement thermomécanique avec endommagement d'une plaque multicouche carton-plâtre-carton soumise au feu. *Thèse de doctorat, Université de Marne-La-Vallée, France*, 2006.
- [119] Sakji, S., Soize, C., Heck, J. Probabilistic Uncertainty Modeling for Thermomechanical Analysis of Plasterboard, Fire Load. *J. Structural Engineering*, 10(134), 1611-1618, 2008.
- [120] Benouis, A. Comportement mécanique des ouvrages en plaques de plâtre sur ossature métallique. *Thèse de doctorat, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, France*, 1995.
- [121] Gupta, N., Woldesenbet, E. Characterization of Flexural Properties of Syntactic Foam Core Sandwich Composites and Effect of Density Variation. *J. Composite Materials*, 24(39), 2197-2212, 2005.

- [122] McGowan, P.A. Relationship between Moisture Content and Mechanical Properties of Gypsum Sheathing – Phase 2 Research. *11th Canadian Conference on Building Science and Technology Banff, Alberta, 2007.*
- [123] Hild, F., Roux, S., 2006. Digital image correlation : from measurement to identification of elastic properties, a review. *Strain*, 42, 69-80.
- [124] Hild, F., Roux, S., Gras, R., Guerrero, N., Marante, M.E., Flórez-López, J. Displacement measurement technique for Euler-Bernoulli kinematics. *Opt. Lasers Eng*, 47, 495-503, 2009.
- [125] Réthoré, J., Elguedj, T., Simon, P., Coret, M., 2009. On the use of nurbs functions for displacement derivatives measurement by digital image correlation. *Experimental Mechanics*, 7(50), 1099-1116.
- [126] Leplay, P., Réthoré, J., Meille, M., Baietto, M. C., Damage law identification of a quasi-brittle ceramic from a bending test using digital image correlation. *Journal of the European Ceramic Society*, 30, 2715-2725, 2010.
- [127] Forquin, P., Rota, L., Charles, Y., Hild, F. A method to determine the toughness scatter of brittle materials. *International Journal of fracture*, 1-2(125), 171-187, 2004.
- [128] Périé, J. N., Leclerc, H., Roux, S., Hild, F. Digital Image Correlation and biaxial test on composite material for anisotropic damage law identification. *Int Journal of Solids & Structures*, 46(11-12), 2388-2396, 2009.
- [129] Eberl, C., Gianola, D.S., Hemker, K. J. Mechanical Characterization of Coatings Using Microbeam Bending and Digital Image Correlation Techniques. *Experimental Mechanics*, 1(50), 85-97, 2010.
- [130] Hild, F., Roux, S., Guerrero, N., Marante, M. E., Flórez-López, J. Calibration of constitutive models of steel beams subject to local buckling by using digital image correlation. *European Journal of Mechanics A/Solids*, 30, 1-10, 2011.
- [131] Belrhiti, Y., Germaneau, A., Doumalin, P., Dupre, J.C., Alzina, A., Michaud, P., Pop, I.O., Huger, M., Chotard, T. Study of the mechanical behaviour of a flexible ceramic by optical methods. *International Conference on Full-Field Measurement Techniques and their Applications in Experimental Solid Mechanics, Montpellier, SupAgro, France, May 27-29, 2013.*
- [132] Gras, R., Leclerc, H., Roux, S., Otin, S., Schneider, J., Périé, J.N. Identification of the out-of-plane shear modulus of a 3D woven composite. *Exp. Mech. in press*, 53(5), 719-730, 2013.
- [133] Aveston, J., Cooper, G. A., Kelly, A. Single and Multiple Fracture. Proceedings National Physical Laboratory : Properties of Fiber Composites. *IPC Science and Technology Press, Surrey (UK)*, 15-26, 1971.

- [134] Evans, A. G., Domergue, J.-M., Vagaggini, E. Methodology for Relating the Tensile Constitutive Behavior of Ceramic-matrix Composites to Constituent Properties. *J. American Ceramic Society*, 77(6), 1425-1435, 1994.
- [135] Hild, F., Burr, A., Leckie, F. A. Matrix Cracking and Debonding in Ceramic-Matrix Composites. *International Journal Solids and Structures*, 33(8), 1209-1220, 1996.
- [136] Hui, C.Y., Phoenix, S.L., Ibnabdeljalil, M., Smith, R.L. An Exact Closed Form Solution for Fragmentation of Weibull Fibers in a Single Filament Composite with Applications to Fiber-Reinforced Ceramics. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 43(10), 1551-1585, 1995.
- [137] Hild, F., Domergue, J.M., Evans, A.G., Leckie, F.A. Tensile and Flexural Ultimate Strength of Fiber-Reinforced Ceramic-Matrix Composites. *International Journal of Solids and Structures*, 31(7), 1035-1045, 1994.
- [138] Hild, F., Feillard, P. Ultimate Strength Properties of Fiber-Reinforced Composites. *Reliability Engineering and System Safety*, 56(3), 225-235, 1997.
- [139] T., Nakano, T., Mukunoki, J., Otani, J.P., Gourc. Development of a Bending Test Apparatus for Quasi-dynamical Evaluation of a Clayey Soil Using X-ray CT Image Analysis. Visualization using industrial x-ray CT scanner. *Advances in Computed Tomography for Geomaterials : GeoX 2010 Edited by Khalid A. Alshibli and Allen H. Reed 2010 ISTE Ltd. Published 2010 by ISTE Ltd.*
- [140] F., Forsberg, M., Sjö Dahl, R., Mooser, E., Hack, P., Wyss. Full Three-Dimensional Strain Measurements on Wood Exposed to Three-Point Bending : Analysis by Use of Digital Volume Correlation Applied to Synchrotron Radiation Micro-Computed Tomography Image Data. *Strain*, 46, 47-60, 2010.
- [141] R., Brault, A., Germaneau, J.C., Dupré, P., Doumalin, S., Mistou, M., Fazzini. In-situ Analysis of Laminated Composite Materials by X-ray Micro-Computed Tomography and Digital Volume Correlation. *Experimental Mechanics*, 53, 1143-1151, 2013.
- [142] Wenk, R.J. Gypsum board – Opportunities and Challenges. *XIII Eurogypsum Congress*, 1987.
- [143] Peterson, K. Engineered Gypsum Panels. *Sixth International Conference on Gypsum, Ortech, International, Toronto, May 2000.*
- [144] Byford et al. Private communication from BPB Research Centre, London.
- [145] Cantwell, P. Failure Mechanism of Nail Pull. *BPB Group Technical Department, Report number : 21717*, 2003.
- [146] Mark Flumiani, M., Elliot, T., Bruce, B. Nail Pull Mechanism as Determined by Computed Tomography. *Private communication from Innogyps Research Centre, Canada*, 66 p, 2008.

- [147] Guvenilir, A., Breunig, T. M., Kinney J. H., Stock S. R. Direct observation of crack opening as a function of applied load in the interior of a notched tensile sample of Al-Li2090. *Acta Mater*, 45, 1977-1987, 1997.
- [148] Elliot, J.A., Windele, A.H., Hobdell, J. R., Eeckhaut, G., Olman, R. J., Ludwing, W., Boller, E., Cloetens, P., Baruchel, J. In-situ deformation of an open-cell flexible polyurethane foam characterized by 3D computed microtomography. *J. Mater. Sci*, 37, 1547-1555, 2002 ;
- [149] Hild, F., Maire, E., Roux, S., Witz, J. F. Three dimensional analysis of a compression test on stone wool. *Acta Mater*, 7, 3310-3320, 2009.
- [150] Limodin, N., Réthoré, J., Buffière, J.-Y., Gravouil, A., Hild, F., Roux, S. Crack closure and stress intensity factor measurements in nodular graphite cast iron using 3D correlation of laboratory X ray microtomography images. *Acta Mat*, 57, 4090-4101, 2009.
- [151] FischerCripps AC. The IBIS Handbook of Nanoindentation. PO Box 9 Forestville NSW 2087 Australia : Fischer-Cripps Laboratories Pty Ltd.
- [152] Hertz, H. Uber die Berührung fester Körper. *Z. Reine und Angew. Math*, 92, 156-171, 1882.
- [153] Oliver, W.C., Pharr, G.M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *J. Mat. Research*, 7(6), 1564-1583, 1992.
- [154] Collin, J.M., Mauvoisin, G., Pilvin, P., El Abdi, R. Identification des paramètres de lois de comportement élastoplastique par indentation continue sphérique. *18 ème Congrès Français de Mécanique*, 2007.
- [155] I.N, Sneddon. The relation between load and penetration in the axi-symmetric Boussinesq problem for a punch of arbitrary profile. *Int. J. of Eng. Sci.*, 3, 1965.
- [156] A.P., Ternovskii, V.P., Alekhin, M.Kh., Shorshorhov, M.M., Khurshchov, V.N., Skvortsov. Micromechanical tests of materials by micropressure. *Zavod Lab*, 39(10), 1242-1247, 1973.
- [157] S.I, Bulychev, V.P., Alekhin, M.Kh., Shorshorov, A.P., Ternovskii. Determining Young's modulus from the indenter penetration diagram. *Zavod Lab*, 41(9), 11137-11140, 1975.
- [158] M.Kh., Shorshorov, S.I., Bulychev, V.P., Alekhin. Work of Plastic Deformation during Indenter Indentation. *Sov Phys. Dokl*, 26(8), 1982.
- [159] M., Dao, N., Chollacoop, K.J., Van Vliet, T.A., Venkatesh, S., Suresh. Computational modeling of the forward and reverse problems in instrumented sharp indentation. *Acta Materialia*, 49(19), 3899-3918, 2001.
- [160] A.E., Giannakopoulos, S., Suresh. Determination of elastoplastic properties by instrumented sharp indentation. *Scripta Materialia*, 40(10), 1191-1198, 1999.

- [161] H., Pelletier. Predictive model to estimate the stress-strain curves of bulk metals using nanoindentation. *Tribology International*, 39(7), 593-606, 2006.
- [162] Cheng, Y.T., Cheng, C.M. Scaling, dimensional analysis, and indentation measurements. *Mat. Sc. and Eng*, R 44 91-149, 2004.
- [163] Bucaille, J.L., Stauss, S., Felder, E., Michler, J. Determination of plastic properties of metals by instrumented indentation using different sharp indenters. *Acta Materialia*, 51, 1663-1678, 2003.
- [164] Lenhart, R.E. The relationship of hardness measurement to the tensile and compression flow curves. *WADC technical report 55-114, general electric research laboratory*, 1955.
- [165] Guiberteau, F., Padture, N.P., Lawn, B. R. Effect of Grain Size on Hertzian Contact in Alumina. *J. Am. Ceram. Soc*, 77(7), 1825-31, 1994.
- [166] Mulhearn, T.O. The Deformation of Metals by Vickers-Type Pyramidal Indenters. *J. Mech. Phys. Solids*, 7, 85-96, 1959.
- [167] Zwagg, S.V.D., Hagan, J.T., Field, J.E. Studies of Contact Damage in Polycrystalline Zinc Sulphide. *Journal of materials science*, 15, 2965-72, 1980.
- [168] Latella, B.A., Oconnor, B.H., Padture, N.P., Lawn, B.R. Hertzian contact damage in porous alumina ceramics. *J. Am. Ceram. Soc*, 80, 1027-31, 1997.
- [169] Lawn, B.R. Indentation of ceramics with spheres : A century after Hertz. *J. Am. Ceram. Soc*, 81, 1977-94, 1998.
- [170] She, J., Yang, J.F., Beppu, Y., Ohji, T. Hertz contact damage in a highly porous silicon nitride ceramic. *J. Eur. Ceram. Soc.*, 23, 1193-7, 2003.
- [171] Onck, P.R., Andrews, E.W., Gibson, L.J. Size effects in foams : Experiments and modeling. *Pro. Mat. Sci*, 56, 109-138, 2011.
- [172] Suárez-Rivera, F.R., Cook, N.G., Cooper, G.A., Zheng, Z. Indentation by pore collapse in porous rocks. *Proc. 31st USSymp. on Rock Mech.*, 671-678, 1990.
- [173] Leite, M.H, Ferland, F. Determination of unconfined compressive strength and Young's modulus of porous materials by indentation tests. *Eng. Geolog.*, 59, 267-280, 2001.
- [174] Magnenet, V., Giraud, A., Homand, F. Parameter sensitivity analysis for a Drucker-Prager model following from numerical simulations of indentation tests. *Comput. Mater. Sci.*, 44, 385-91, 2008.
- [175] Clément, P. Détermination des propriétés mécaniques de céramiques poreuses par essais de microindentation instrumentée sphérique. *Thèse de doctorat, INSA de Lyon*, 2013.
- [176] Kádár, Cs., Maire, E., Borbély, A., Peix, G., Lendvai, J., Rajkovits, Zs. X-ray tomography and finite element simulation of the indentation behavior of metal foams. *Mat. Sci. Eng*, A387-389, 321-325, 2004.

- [177] Smith, T.S., Bay, B.K. Experimental Measurement of Stains using Digital Volume Correlation. *Nontraditional Methods of Sensing Stress, Strain, and Damage in Materials and Structures : Second Volume*, ASTM STP 1323, G.F., Lucas, P.C. McKeighan, and J.S. Ransom, Eds., American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, Pa (USA), 2001.
- [178] Bay, B.K. Methods and applications of digital volume correlation. *J. Strain Analysis*, 43, 745-760, 2008.
- [179] Mostafavi, M., McDonald, S.A., Mummery, P.M., Marrow, T.J. Observation and quantification of three-dimensional crack propagation in poly-granular graphite. *Eng. Fra. Mech.*, in press, <http://dx.doi.org/10.1016/j.engfracmech.2012.11.023>
- [180] Davis, G.R., Elliot, J.C. Artefacts in X-ray microtomography of materials. *Mat.Sci. Eng.*, 22, 1011-1018, 2006.
- [181] Bergonnier, S., Hild, F., Roux, S. Digital image correlation used for mechanical tests on crimped glass wool samples. *J. Strain Analysis*, 40(2), 185-197, 2005.
- [182] Réthoré, J., Hild, F., Roux, S. Shear-band capturing using a multiscale extended-digital image correlation technique. *Comp. Meth. Appl. Mech. Eng.*, 196, 5016-5030, 2007.
- [183] A., Bouterf, S., Roux, F., Hild, J., Adrien, E., Maire. Digital volume correlation applied to X-ray tomography images from spherical indentation tests on light-weight gypsum. Article soumis.
- [184] Lacroix, D., Chateau, A., Ginebra, M.P., Planell, J.A. Micro-finite element models of bone tissue-engineering scaffolds. *Biomaterials*, 27, 5326-5334, 2006.
- [185] Tonyan, T.D., Gibson, L.J. Structure and mechanics of cement foams. *Journal of Material Science*, 27(23), 6371-6378, 1992.
- [186] Tonyan, T.D., Gibson, L.J. Strengthening of cement foams. *Journal of Material Science*, 27(23), 6379-6386, 1992.
- [187] C., Bouvet. De l'uniaxial au multiaxial : comportement pseudoelastique des alliages a mémoire de forme. *Thèse de doctorat*, université de Franche-Comté, 2001.
- [188] L., Chevalier, S., Calloch, F., Hild, Y., Marco. Digital Image Correlation used to Analyze the Multiaxial Behavior of Rubber-like Materials. *European Journal of Mechanics A/Solids*, 20, 169-187, 2001.
- [189] S., Calloch, C., Bouvet, F., Hild, C., Doudard, C., LExcellent. Analysis of mechanical behavior and in situ observations of Cu-Al-Be SMA under biaxial compressive tests by using DIC. *Third International Conference on Experimental Mechanics*, Xiaoping Wu, Yuwen Qin, Jing Fang, Jingtang Ke, Editors, *Proceedings of SPIE Vol. 4537, 2002 SPIE*.
- [190] D., Claire, F., Hild, S., Roux. Identification of damage fields using kinematic measurements. *Comptes Rendus Mécanique*, 330(11), 729-734, 2002.

- [191] D., Claire, F., Hild, S., Roux. Identification of a Damage Law by Using Full-field Displacement Measurements. *Int. J. Damage Mech*, 16, 179-197, 2007.
- [192] J.N., Périé, H., Leclerc, S., Roux, F., Hild. Digital image correlation and biaxial test on composite material for anisotropic damage law identification. *International Journal of Solids and Structures*, 46(11-12), 2388-2396, 2009.
- [193] J.N., Périé, S., Calloch, C., Cluzel, F., Hild. Analysis of a multiaxial test on a C/C composite by using digital image correlation and a damage model. *Experimental Mechanics*, 42(3), 318-328, 2002.
- [194] L. Crouzeix, J.N. Périé, F. Collombet, B. Douchin. An orthotropic variant of the Equilibrium Gap Method applied to the analysis of a biaxial test on a composite material. *Composites Part A : Applied Science and Manufacturing*, 40(11), 1732-1740, 2009.
- [195] N. Promma, B. Raka, M. Grédiac, E. Toussaint, J.B. Le Cam, X. Balandraud, F. Hild. Application of the virtual fields method to mechanical characterization of elastomeric materials. *International Journal of Solids and Structures*, 46,698-715.
- [196] Rupil, J., L. Vincent, F., Hild, S., Roux. Identification and Probabilistic Modeling of Mesocrack Initiations in 304L Stainless Steel. *International Journal for Multiscale Computational Engineering*, 9(4), 445-458, 2011.
- [197] P.Y., Decreuse, S., Pommier, M., Poncelet, B., Raka. A novel approach to model mixed mode plasticity at crack tip and crack growth. Experimental validations using velocity fields from digital image correlation. *International Journal of Fatigue*, 42, 271-283, 2012.
- [198] F., Fremy. Fissuration par fatigue en mode mixte I+II+III non proportionnel dans l'acier 316L. *Thèse de doctorat*, ENS de Cachan, 2012.
- [199] S., Calloch, D., Marquis. Additional Hardening due to Tension-Torsion non-proportionnal loadings : Influence of the loading path shape. *ASTM STP 1280*, 113-130, 1997.
- [200] S., Calloch, D., Marquis. Triaxial tension-compression tests for multiaxial cyclic plasticity. *International Journal of Plasticity*, 15, 521-549, 1999.
- [201] R.B., Canto. Etude théorique et expérimentale du procédé de compaction et frittage du polytetrafluoréthylène (PTFE). *Thèse de doctorat*, ENS de Cachan, 2007.
- [202] C., Frédy, R.B., Canto, N., Schmitt, S., Roux, R., Billardon. Modelling of the Mechanical Behaviour of Two Pure PTFE Powders During their Compaction at Room Temperature. *AIP Conf. Proc*, 1542-1246, 2013 ; doi : 10.1063/1.4812164
- [203] O., Kraiem, N., Schmitt, H., Zhao. Mechanical behavior of brittle foam under multiaxial loadings. *Résumé soumis au ICEM16*, 2013.
- [204] J.P., Magnan, P., Mestat. Lois de comportement et modélisation des sols. *Techniques d'ingénieur, traité Construction*, C218.

- [205] D., Drucker, W., Prager. Soil mechanics and plastic analysis of limit design. *Quart. Appl. Math*, 10, 157-165, 1952.
- [206] N., Gupta, W., Ricci. Comparison of compressive properties of layered syntactic foams having gradient in microballoon volume fraction and wall thickness. *Materials Science and Engineering A*, 427, 331-342, 2006.
- [207] N., Gupta. A functionally graded syntactic foam material for high energy absorption under compression. *Materials Letters*, 61, 979-982, 2007.
- [208] L., Bardella, F., Genna. Some remarks on the micromechanical modeling of glass/epoxy syntactic foams. *Proceedings of 20th Annual Technical Conference of the American Society for Composites, Philadelphia, PA, USA, DEStech Publications, Lancaster, PA*, 2005.
- [209] J., Desrues. Limitations du choix de l'angle de frottement pour le critère de plasticité de Drucker-Prager. *COSS'01*, 853-862, 2002.