ELEMENTS SUR LA RUPTURE DE POLYMERES - ANNEXES

1. INTRODUCTION	155
2. PROCEDURE EXPERIMENTALE	155
3. VALIDATION DE L'ESSAI AVEC DES EPROUVETTI	ES EN
POLYCARBONATE	156
4. MESURE DE LA TENACITE D'UN POLY(METHACRYLA	TE DE
METHYLE) RENFORCE AU CHOC PAR DES NO	DULES
D'ELASTOMERES	159
5. CONCLUSIONS	162
6. RÉFÉRENCES	163

ENDOMMAGEMENT ET RUPTURE DU PMMA CHOC : MESURE DE LA TENACITE A L'AMORÇAGE AUX MOYENNES VITESSES DE SOLLICITATION

C. Fond et R. Schirrer

<u>Résumé</u>: Afin d'étudier l'endommagement et la rupture des polymères chocs tels que le poly(méthacrylate de méthyle) choc, des éprouvettes pré-entaillées de type "Compact Tension" sont testées à des vitesses de sollicitation moyennes (0.6 m/s) conduisant à une durée de rupture de l'ordre d'une milliseconde. Les échantillons sont préparés de façon à connaître la position et la vitesse de la fissure et de pouvoir déclencher une prise de vue. La procédure expérimentale est validée à l'aide d'échantillons en polycarbonate dont les conditions de sollicitation et les dimensions assurent un comportement fragile. Par contre, les tests du PMMA choc montrent que la mesure de ténacité sur éprouvette pré-entaillée n'est pas indépendante de l'histoire du chargement. En effet, l'énergie de rupture dépend de la vitesse de sollicitation et de la "contrainte T". La biréfringence des deux matériaux permet de visualiser d'éventuels effets dynamiques afin de valider ou d'invalider l'extraction des paramètres de rupture à l'aide de modèle quasi-statique.

1. INTRODUCTION

La mesure de l'énergie de rupture et la modélisation des zones de progrès de fissure ("process zone") dans les matériaux polyphasés sont encore aujourd'hui sources de difficultés [1]. On constate en effet que les mécanismes de rupture sont fonctions aussi bien de la morphologie et des matériaux mis en jeu [2], que des vitesses de sollicitations. De plus, dans les polymères, les dépendances à la vitesse de sollicitation ou à la température sont importantes et empêchent une appréhension facile des paramètres de la rupture. Toutefois la transparence optique de certains polymères peut être mise à profit pour déterminer la forme de la zone endommagée ou révéler des informations concernant la présence éventuelle d'effets inertiels.

Un essai de rupture sur éprouvette de type CT ("compact tension") instrumentée pour mesurer la vitesse du sommet de fissure à l'amorçage sa propagation est proposé. La procédure d'essai est validée pour des chargements à vitesses moyennes de sollicitation à l'aide d'échantillons en polycarbonate (PC) dont les dimensions assurent un comportement fragile. La même procédure d'essai est ensuite appliquée à un poly(méthacrylate de méthyle) renforcé au choc par des nodules d'élastomère (PMMA choc). La validité du formalisme de la mécanique élastique linéaire de la rupture (MELR) pour le suivi de la mesure de la ténacité en cours de propagation est discutée. Des mesures de type J adaptées à la mécanique élastique plastique de la rupture (MEPR) complètent les informations pour le PMMA choc. Les comportements et tendances liés aux vitesses de propagation des fissures sont ensuite examinés au travers de prises de vue photographiques et en microscopie électronique à balayage (MEB).

2. PROCEDURE EXPERIMENTALE

Les expérimentations ont été effectuées sur des éprouvettes de type "Compact Tension" normalisées de dimensions 36 mm * 36 mm et d'épaisseur B=10 mm et à l'aide d'une machine de traction hydraulique permettant d'atteindre une vitesse de vérin de 0.6 m/s. L'échantillon était positionné sur deux goupilles, dont l'une était liée au vérin. La force

exercée par le vérin était mesurée par une cellule piézo-électrique. Celle-ci fut positionnée le plus proche possible de la goupille fixe. L'image de l'endommagement en sommet de fissure ou du champ d'interférences photo élastiques était figée par un flash déclenché par rupture d'un circuit sur l'éprouvette, schématisé en Fig. 1(a), causé par la propagation de la fissure. Le suivi de la position du sommet de fissure était assuré par variation de résistance électrique d'une couche métallique de quelques dixièmes de microns déposée sur l'échantillon. La durée de la prise de vue était d'environ 10⁻⁵ s. La fréquence d'acquisition des signaux de force et de résistance était de 125 kHz par canal d'acquisition.

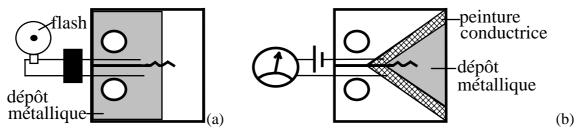


Fig. 1. Equipement de l'éprouvette C.T. pour (a) la prise de vue et (b) le suivi de fissure.

La forme triangulaire du dépôt conducteur, présentée en Fig. 1(b), augmente la sensibilité de la variation de résistance électrique au début de la propagation de la fissure. Le triangle est isocèle et positionné symétriquement par rapport au trajet prévu de la fissure. L'angle au sommet était 71,5 degrés pour tous les essais. Un modèle analogique sur papier conducteur a permis de connaître la relation reliant la longueur de fissure, a, et la résistance mesurée Ω . Les vérifications expérimentales ont montré que la précision de cette mesure est de l'ordre de celle de la mesure de longueur de fissure initiale, soit environ 2% de la longueur de l'éprouvette.

3. VALIDATION DE L'ESSAI AVEC DES EPROUVETTES EN POLYCARBONATE

Un PC industriel avait été choisi pour ses caractéristiques photo élastiques ainsi que pour son comportement à rupture. Il est bien connu que la rupture de ce matériau se fait par écoulement viscoplastique, et pour la gamme de vitesse de chargement appliquée (durée du chargement $\approx 10^{-3}$ s) la zone plastique est suffisamment confinée pour que la mécanique linéaire de la rupture s'applique.

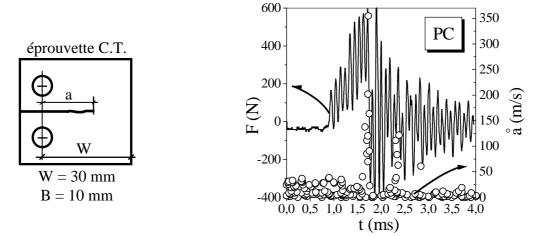


Fig. 2. Allure typique des signaux de force et de vitesse de propagation de fissure pour le PC.

La présence de marques "post mortem" d'arrêts de fissure observées sur certaines éprouvettes en PC ont permis de valider le suivi de fissure par variation de résistance

électrique. Quoique les vitesses de propagation aient pu atteindre momentanément quelques centaines de mètres par seconde, comme l'indique la Fig. 2, les effets inertiels étaient peu marqués. En effet, la Photo 1 prise en polariseurs croisés, comme schématisé en Fig. 3, comparée à la simulation numérique quasi-statique des images d'interférences de la Fig. 4 ne révèle pas d'effets inertiels marqués. Ceci est en accord avec des résultats publiés pour ce type d'essai dans cette gamme de vitesses de sollicitation [3]. Le cliché de la Photo 1 a été obtenu en lumière blanche avec un flash photographique de durée d'environ 10 microsecondes. Isoclines et isochromes s'y superposent. Le champ de contraintes est visiblement symétrique. Les anneaux qui font face à la fissure sont dus à un effet de bord et non à la propagation d'ondes. Il faut remarquer qu'un léger désaccord entre le modèle et la réalité peut provenir du fait que l'échantillon est en état de sollicitation proche des déformations planes aux environs du sommet de fissure et proche des contraintes planes au voisinage des bords. Le calcul fait l'hypothèse de déformations planes, car l'échantillon est épais (B / W = 1 / 3), pour la comparaison des champs d'interférence en sommet de fissure. D'autre part, une légère anisotropie de biréfringence avait été constatée dans les plaques de PC.

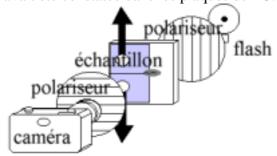
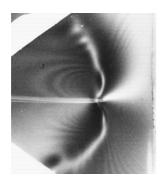


Fig. 3. Schéma de principe pour la prise de vue des images d'interférence liées à la biréfringence du PC.



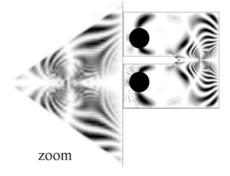
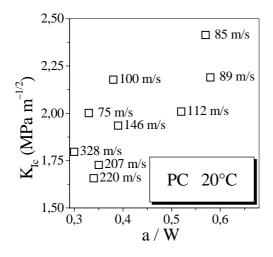


Photo 1. Franges d'interférence en polariseurs croisés correspondant à une propagation à 500 m/s suivie d'un arrêt de fissure.

Fig. 4. Simulation des franges d'interférence par éléments finis en élasticité linéaire quasi-statique.

Le dépouillement de l'essai par la mécanique élastique linéaire de la rupture (MELR) est valide lorsque la ténacité qui en est déduite est indépendante de la longueur de l'entaille. Ceci est le cas en Fig. 5 où l'on observe néanmoins une forte dispersion des valeurs. On s'attend toujours à une forte dispersion pour ce type de mesures car l'amorçage et la propagation d'une fissure sont très sensibles aux imperfections de matière et de géométrie. La transition ductile/fragile du PC est notamment connue pour être sensible à la qualité de l'entaille initiale. Les fissures initiales $(a_0/W < 0.4)$ étaient générées par sciage puis rupture en fatigue dynamique (> 100~Hz).



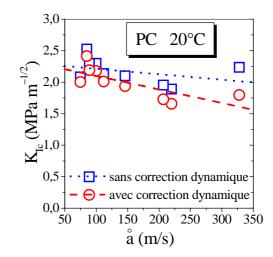


Fig. 5. Indépendance de la ténacité de la longueur d'entaille et variation de la ténacité avec la vitesse de propagation à l'amorçage.

Fig. 6. Ténacité du PC en fonction de la vitesse de propagation de la fissure à l'amorçage.

Les signaux provenant de la force mesurée étaient oscillants. Ceci est visible en Fig. 2. et dû à la mise en vibration de l'ensemble du système de mesure et d'essai. Pour des vitesses de vérin de l'ordre de 1 m/s et compte tenu des caractéristiques des échantillons, la ténacité à l'amorçage peut être déduite de la force maximum mesurée [3].

Pour les vitesses de propagation obtenues, le dépouillement est sujet à controverse. Si les effets inertiels liés au chargement sont faibles et n'induisent pas de déviation de la fissure, ceux liés à la propagation rapide de la fissure peuvent affecter le taux de restitution d'énergie, donc la ténacité dynamique. Pour corriger le facteur d'intensité des contraintes statique K_I . on peut utiliser une valeur approchée fournie par [4] :

$$K_{Id}(\mathring{a}) = K_{I} \frac{1 - \frac{\mathring{a}}{c_{r}}}{1 - \frac{\mathring{a}}{2 c_{r}}} \text{ avec } c_{r} = \frac{0.862 + 1.14 \text{ v}}{1 + \text{v}} c_{s} \text{ et } c_{s} = \sqrt{\frac{\mu}{\rho}}$$
(1)

où K_{Id} est le facteur d'intensité des contraintes dynamique, \mathring{a} est la vitesse de propagation, c_r est la vitesse des ondes de Rayleigh, c_s est la vitesse des ondes de cisaillement, μ est le module de cisaillement, ν le coefficient de Poisson et ρ est la masse volumique du matériau. La précision sur la ténacité est liée à la connaissance de la valeur exacte de la force à l'instant du départ de la fissure et de la connaissance de la correction dynamique lorsque typiquement $\mathring{a} > 0.3 \ c_r$. Les corrections sont de l'ordre de 20% pour les plus grandes vitesses mesurées.

Une légère augmentation de K_I avec a_0/W (où W est la largeur utile de l'éprouvette et a_0 la longueur d'entaille) peut être expliquée par la diminution de la vitesse de propagation pour a_0/W grand et résulte d'un effet de la viscoplasticité et de l'auto échauffement du PC en sommet de fissure ainsi que de l'évolution du taux de restitution d'énergie. En effet, la Fig. 6 montre que la ténacité diminue avec la vitesse de propagation de la fissure à l'amorçage. Les données non corrigées de la Fig. 6 – négligeant les effets inertiels – constituent des bornes supérieures de la ténacité. Le sommet de fissure dans le PC se comporte comme un objet sans inertie propre puisque sa vitesse varie instantanément, pour autant que nos mesures soient suffisamment précises. En effet, les Fig. 7(a) et (b) issues d'observation au microscope électronique à balayage (MEB) mettent en évidence un processus de rupture relativement

homogène et confiné, par écoulement plastique, avec parfois présence de stick-splip (aux faibles vitesses de propagation) pour ce polymère amorphe [5].

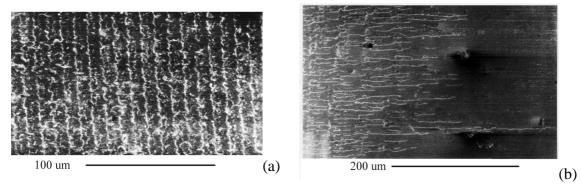


Fig. 7. Images de MEB.(a) Marques d'arrêts et redémarrages de fissures dans le PC pour une propagation à une vitesse moyenne 0.5 m/s. (b) Zone d'accélération de la fissure dans le PC de 0.5 m/s à environ 470 m/s.

Il apparaît donc que l'essai convient à la mesure de ténacité pour des polymères pour lesquels la zone où le matériau est sollicité au-delà du domaine élastique en sommet de fissure est suffisamment confinée. L'ordre de grandeur de la taille de la zone plastique est donné par $r_p \propto K_I^{\ 2}/(2\ \pi\ \sigma_y^{\ 2}) \approx 0.05\ mm.$

4. MESURE DE LA TENACITE D'UN POLY(METHACRYLATE DE METHYLE) RENFORCE AU CHOC PAR DES NODULES D'ELASTOMERES

Le matériau, PMMA renforcé au choc par des nodules à base d'élastomère, fut produit en plaques d'épaisseur dix millimètres par la société Elf Atochem. Les nodules étaient des sphères d'environ 200 nm de diamètre dont l'écorce était en élastomère et le cœur en PMMA. Pour cette classe de matériaux, la fraction volumique en nodules est en général d'environ 30 % et la fraction volumique en élastomère d'environ 10 % [2]. La préparation des éprouvettes CT fut identique à celle décrite précédemment. La composition exacte de ce matériau n'était pas révélée. Le PMMA choc amortit plus les vibrations mécaniques que le PC et les signaux provenant de la cellule de force furent de ce fait moins perturbés. Le bruit est principalement dû aux vibrations propres de la cellule de mesure de force. En effet, la Fig. 8 montre que des jauges de déformation collées près du trajet de la fissure avaient permis de constater que le niveau de vibration de l'éprouvette était très faible et ne perturbait pas l'essai.

Les vitesses de propagation rencontrées étaient dans la gamme de 1 m/s à 400 m/s. Une évolution typique de la propagation est donnée en Fig. 8. La qualité du sommet d'entaille initiale et son émoussement pendant le chargement conditionnent l'amplitude de la force à l'amorçage d'une propagation. En conséquence, le taux de restitution d'énergie était légèrement différent d'un échantillon à l'autre et les vitesses de propagation à l'amorçage étaient différentes. Il est en effet bien connu qu'un sommet de fissure volontairement émoussé est propice à de fortes instabilités à l'amorçage d'une fissure. La zone blanchie par l'endommagement était d'autant plus petite que la vitesse était élevée.

L'accroissement de fissure lié à l'émoussement du sommet de fissure pendant le chargement n'est pas connu compte tenu de la précision de la mesure. La zone qui s'endommage en sommet de fissure pendant la montée en charge, dont la durée est de l'ordre de 10^{-3} seconde, est de taille millimétrique pour des entailles d'une quinzaine de millimètres, comme le montre la Fig. 9(a). La taille de la zone endommagée dépend visiblement de l'histoire du chargement puisqu'elle diminue progressivement à vitesse de propagation

quasiment constante, proche de 1 m/s. Lorsque la fissure se propage à plus de 1 m/s, le blanchiment est moins intense et la taille de la zone affectée par l'endommagement tend à devenir inférieure au dixième de millimètre. La taille de la zone endommagée dépend visiblement de l'histoire du chargement puisqu'elle diminue progressivement à vitesse de propagation quasiment constante. La Fig. 9(b) illustre ce fait par la variation d'énergie de rupture si l'on utilise G (taux de restitution d'énergie donné par la MELR) pour des chargements à vitesse constante qui induisent des vitesses de propagation de l'ordre de 1 m/s. L'énergie consommée pour propager la fissure diminue effectivement la taille de la zone endommagée, mais pour atteindre des valeurs invraisemblables lorsque le rapport a / W devient proche de 1.

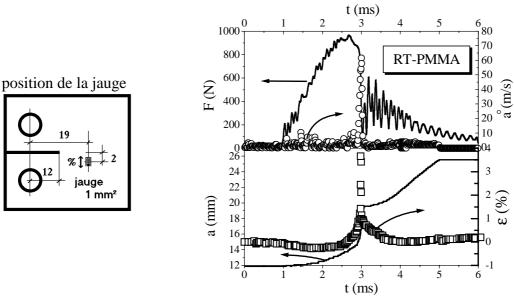


Fig. 8 Force et déformation locale pendant l'essai de rupture du PMMA choc.

L'utilisation de la MELR étant ainsi invalidée, du moins pour le suivi de l'énergie de rupture en cours de propagation, des essais complémentaires de mesure de l'énergie de rupture mesurée par la méthode des compliances avaient été effectués afin de confirmer cette tendance. Les valeurs de l'intégrale J, dont deux courbes typiques de chargement sont représentées en Fig. 10(haut), pour des vitesses de propagation de fissure de l'ordre de 1 mm/s sont aussi reportées en Fig. 9(b). On observe aussi en Fig. 10(bas) que la zone endommagée, donc blanchie, diminue aussi avec la longueur de la fissure. La vitesse de déformation en sommet de fissure pendant la propagation est vraisemblablement supérieure à celle lors de la montée en charge. La viscoplasticité du matériau induit une diminution de la zone de progrès de la fissure lorsque la vitesse de déformation augmente. Mais la présence d'une relativement grande zone endommagée en sommet de fissure redistribue les contraintes et une forte intensité des contraintes ne peut se mettre en place sur de courtes distances pour la vitesse chargement imposée. La taille de la zone endommagée diminue donc progressivement au cours de la propagation de la fissure. On en déduit que la propagation de fissure dans le PMMA choc est sensible à la contrainte dite "T" qui domine en avant du sommet de fissure. La contrainte T correspond à la composante non singulière des termes qui décrivent le champ mécanique en sommet de fissure.

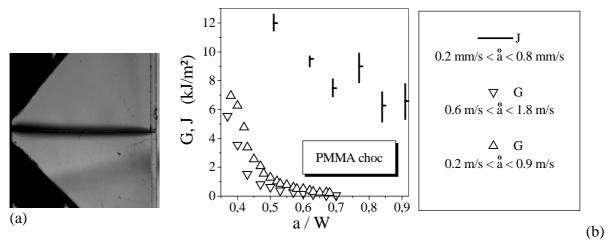


Fig. 9. (a) Forme de la zone endommagée et (b) valeurs de l'énergie de rupture en fonction de la longueur de fissure à différentes vitesses proches de 1 m/s.

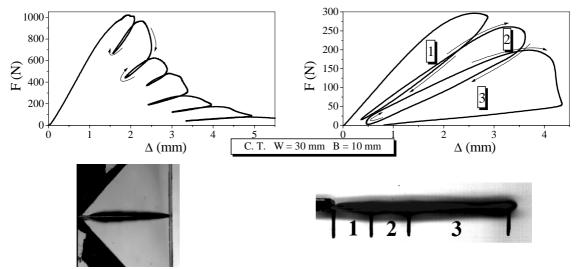
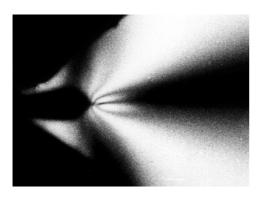


Fig. 10. (haut) Chargements typiques pour la mesure de l'intégrale J et (bas) formes correspondantes de la zone endommagée.

La forme de la zone endommagée à l'instant de l'amorçage de la propagation d'une fissure, présentée en Fig. 11, a été obtenue en photographie rapide. La faible biréfringence du PMMA choc procure, en polariseurs croisés, le réseau d'isoclines car le réseau d'isochromes est quasiment inexistant. L'angle du repère principal autour de zone endommagée peut ainsi être déterminé. Cela fournit une information pour la validation de la loi de comportement de la matière endommagée. Cependant, les premiers tests numériques effectués en diminuant le module d'Young en sommet de fissure dans la zone blanchie ont montré que le réseau d'isochromes est relativement peu sensible à la loi de comportement de la matière endommagée. Fig. 12(a) et Fig. 12(b) présentent les surfaces de rupture obtenues par MEB et montrent les marques paraboliques que l'ont attribue à l'interaction du sommet de fissure avec les nodules qui se trouvaient sur son passage [2]. Pour une vitesse de propagation de 310 m/s, les marques sont moins nombreuses que pour 13 m/s. L'énergie de rupture tend à diminuer lorsque la vitesse de la fissure à l'amorçage augmente.



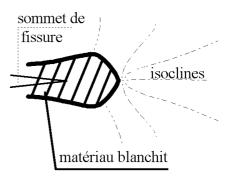
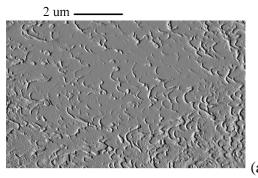


Fig. 11. Zone blanchie entourée d'isoclines dans le PMMA choc au moment du départ de fissure à 70 m/s, pour une vitesse de vérin de 0.6 m/s.



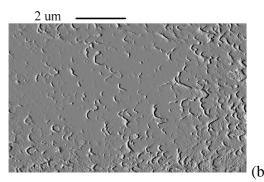


Fig. 12. Surfaces de rupture du PMMA choc obtenues par MEB pour des vitesses de propagation de (a) 13 m/s et (b) 310 m/s (les images ont subi un traitement de gaufrage pour accentuer le relief).

5. CONCLUSIONS

La procédure d'essai présentée ici convient pour déterminer la ténacité des matériaux dont le critère de rupture répond à la MELR. Le dispositif proposé permet une mesure sensible et précise de la vitesse de propagation à l'amorçage de la fissure. Les matériaux testés, PC et PMMA choc, présentent une décroissance de l'énergie de rupture avec la vitesse de propagation de la fissure, entre 1 mm/s et 500 m/s.

Du fait de la triaxialité des contraintes en sommet de fissure et de la qualité de la fissure initiale créée par fatigue, le PC se comporte avec fragilité aux vitesses de sollicitation à la limite de l'apparition des effets inertiels. Les observations des surfaces de rupture en MEB montrent que la vitesse microscopique de propagation peut varier sur une très courte distance, typiquement $10\,\mu m$, à environ $1\,m/s$. Ceci passe inaperçu sur le plan macroscopique. Il convient donc de considérer la vitesse macroscopique comme une moyenne de la vitesse instantanée entre deux acquisitions de mesure. Il est évident que la vitesse d'une fissure est un paramètre observable mais incontrôlable. De plus, la mesure peut ne pas révéler de brusques changements de vitesse. A l'extrême, étant donné que l'énergie semble décroître avec la vitesse de propagation, il est même possible d'imaginer qu'il s'agit d'une succession de propagations à une vitesse unique, proche de $0.6\,c_r$, et d'arrêts.

Les résultats obtenus pour le PMMA choc indiquent que le formalisme de la mécanique linéaire de la rupture ne convient pas pour le suivi d'une fissure en présence d'endommagement non confiné. En effet, pour les conditions de chargement décrites ci-avant, l'accélération du sommet de fissure ne peut pas s'affranchir, sur une courte distance, de la

zone endommagée qui le précède d'environ 1 mm. Contrairement au PC dont le sommet de fissure peut être considéré comme un objet sans inertie vis à vis de l'accélération, la propagation de la fissure dans le PMMA choc dépend de l'état de la matière relativement loin en avant du sommet de fissure. On dit classiquement dans ce cas que la propagation dépend aussi de la "contrainte T", c'est à dire de l'état de la matière en sommet de fissure hors de la zone de singularité prédite par la LEFM. Lorsque l'énergie stockée dans l'échantillon est suffisante à l'amorçage de la fissure, on observe une zone endommagée en forme de flamme typique précédant la propagation en régime fragile [6]. La longueur de cette zone de progrès et d'accélération est fonction de la variation du taux de restitution d'énergie en fonction de la longueur de fissure. Elle est de l'ordre du centimètre dans le cas de l'éprouvette en bande pour laquelle le taux de restitution d'énergie est quasiment constant.

6. RÉFÉRENCES

- [1] Stojimirovic, A. et Chudnovski, A., A new thermodynamic model for a process zone in polymers, Int. J. Fract., **57**, (1992), p. 281-289.
- [2] Mauzac, O. et Schirrer, R., (1992), Crack Tip Damage Zone in Rubber Toughened Amorphous Polymers: a Micromechanical Model, J. Mater. Sci., 25, 12, (1992) p. 5125-5133.
- [3] Béguelin, Ph., Fond, C. et Kausch, H.-H., The Influence of Inertial Effects on the Fracture of Rapidly Loaded Compact Tension Specimens. Part A: Loading and Fracture Initiation, Int. J. Fract., 89, (1998), p. 85-102.
- [4] Freund, L. B., Crack Propagation in an Elastic Solid Subjected to General Loading-I. Constant Rate of Extension, J. Mech. Phys. Solids, 20, (1972), p. 129-140.
- [5] Berthet, R., Mesure de la Ténacité des Polymères sous Haute Vitesse de Sollicitation; Validité de la Mécanique Linéaire de la Rupture, Mémoire de D.E.A. de Physico-Chimie Macromoléculaire, (1993), Université Louis Pasteur, Strasbourg.
- [6] Fond, C. et Schirrer, R., Dynamic Fracture Surface Energy Measurement using a Strip Band Specimen: Application to Rubber Toughened PMMA, ESIS, 13-15 sept. 1999, Les Diablerets, Suisse.