

CARACTERISATION DES POLYMERES EN FATIGUE ET PROPAGATION DE FISSURES

Laurent Perier^a, François Rouillard^b

^a 01dB-Metravib, Limonest, France

^b LRCCP, Vitry-sur-Seine, France

Abstract L'Analyse Mécanique Dynamique (DMA ou DMTA) est probablement l'une des méthodes la plus polyvalente qui soit pour la caractérisation du Caoutchouc. La mesure des propriétés mécaniques dynamiques des matériaux en fonction de nombreux paramètres (fréquence, tension, température, cycle d'excitation ...) devient un facteur important pour la compréhension de leur comportement et assure ainsi une adéquation parfaite entre le produit final et les exigences industrielles en termes de performances, depuis la transformation jusqu'au produit fini. Après un rappel sur les méthodes d'analyses mécaniques dynamiques classiques (DMA), une présentation est faite du principe de l'analyse mécanique dynamique multi harmonique qui permet une analyse plus fine du comportement dynamique des matériaux. L'application de ce concept aux essais de fatigue ainsi que du suivi de propagation de fissures et les enseignements qui peuvent en être retirés y sont décrits.

1 INTRODUCTION

01dB-Metravib, spécialiste de l'analyse mécanique dynamique, a développé une machine de test de fatigue DMA+300 qui est spécialement conçue et dimensionnée pour les essais de fatigue et de suivi de propagation de fissures en température et sous atmosphère contrôlée sur des polymères. Un algorithme de régulation MULTITEST basé sur une analyse multi harmonique des signaux, permet d'appliquer différentes formes d'onde aux échantillons (sinus, haversine, pulse, ...) et de tenir ainsi compte des conditions d'utilisation finales des matériaux.

Après un rappel sur les méthodes d'analyse mécaniques dynamiques classiques (DMA), une présentation est faite du principe de l'analyse mécanique dynamique multi harmonique qui permet une analyse plus fine du comportement dynamique des matériaux. L'application de ce concept aux essais de suivi de propagation de fissures et les enseignements qui peuvent en être retirés y sont décrits.

Ces travaux ont été menés en collaboration avec le LRCCP qui est spécialisé dans la recherche, le contrôle et l'expertise des caoutchoucs et des polymères et qui utilise ce moyen pour comparer les propriétés en fatigue avec fissuration des différents mélanges élastomères.

2 RAPPEL SUR L'ANALYSE MECANIQUE DYNAMIQUE CLASSIQUE

L'analyse mécanique dynamique (DMA) classique consiste à appliquer une excitation harmonique contrôlée en déformation ou contrainte à un échantillon de matériau (cf. figure 1a). A partir de la raideur complexe de l'échantillon, de sa géométrie et de ses dimensions les valeurs intrinsèques des matériaux telles que le module d'Young complexe E^* (E' , E''), le module de cisaillement complexe G^* (G' , G'') ou bien la viscosité complexe des liquides peuvent être calculées. La DMA classique ne prend en compte que le fondamental du signal déformation ou contrainte (harmonique h_0) pour le calcul des différentes grandeurs. Cela conduit aux limitations de la DMA classique :

- elle ne s'applique que pour un comportement linéaire des matériaux (cf. figure 1a), même si aujourd'hui, son application est devenue courante sur des matériaux non linéaires.
- la forme d'onde en déformation ou contrainte réellement appliquée à l'échantillon n'est pas prise en compte (cf. figure 1b)
- la forme d'onde réellement appliquée sur le matériau n'est pas contrôlée.
- Le nombre de cycles imposé au matériau pour atteindre la consigne peut en modifier les caractéristiques.

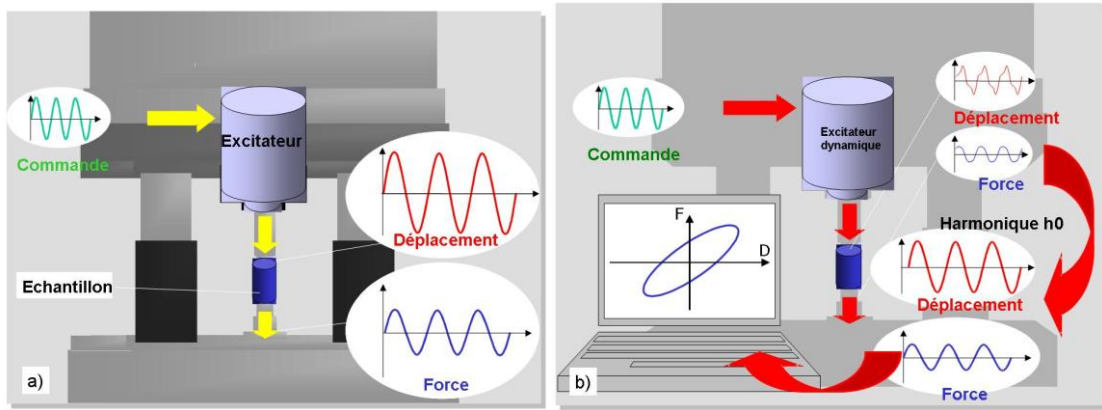


Figure 1 : DMA classique – Mesure dans le domaine linéaire (a) et non linéaire des matériaux (b)

Ces limitations ont conduit 01dB-Metravib à développer en complément des produits de DMA classique, un nouveau logiciel MULTITEST qui permet une approche basée sur un nouveau principe de régulation de l'excitation, dont l'objectif est de contrôler la déformation ou la force réellement appliquée à l'échantillon.

3 L'ANALYSE MECANIQUE DYNAMIQUE MULTI-HARMONIQUE AVEC MUTITEST

Le principe de régulation est la comparaison de la forme d'onde mesurée avec la forme d'onde souhaitée. Pour cela, le logiciel compare la FFT (série de Fourier) du signal de déplacement mesuré avec la FFT de la consigne du déplacement. En fonction des écarts mesurés, l'algorithme modifie le signal de commande (cf. figure 2a).

Après quelques itérations, le signal de commande n'est plus sinusoïdal, mais la déformation appliquée sur l'échantillon respecte la consigne définie (cf. figure 2b).

Les signaux temporels sont enregistrés pour chacun des cycles contrainte déformation dès le premier cycle d'excitation appliqué à l'éprouvette. L'utilisation d'une fonction spécifique permet de mémoriser le signal de commande de sollicitation en niveau et forme d'onde de manière à appliquer quasi instantanément la grandeur régulée dans les tolérances définies (déformation ou contrainte).

Le contrôle multi harmonique permet de générer un grand nombre de forme d'onde : sinus, haversine pulse, triangle, ainsi que des formes d'onde définies par l'utilisateur pour se rapprocher des conditions d'utilisation des matériaux dans les applications industrielles (cf. figure 3).

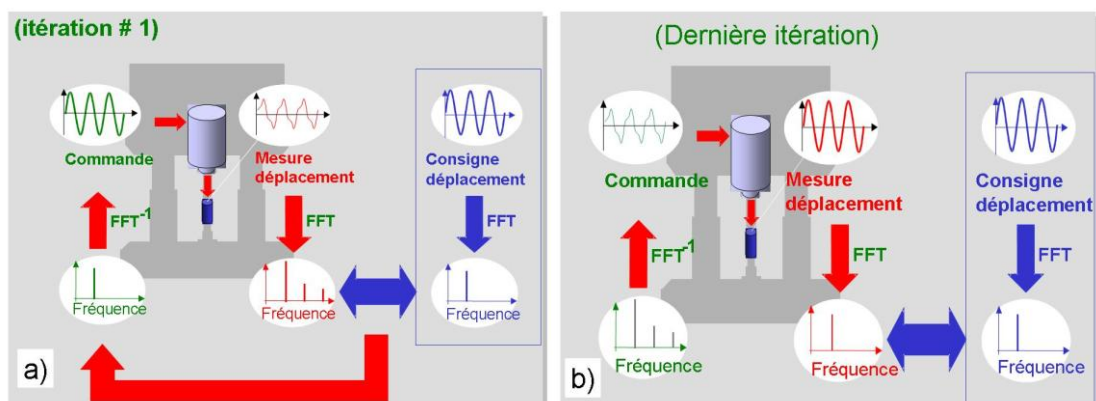


Figure 2 : DMA Multi-harmonique – Principe de la régulation a) 1ere itération b) atteinte des consignes.

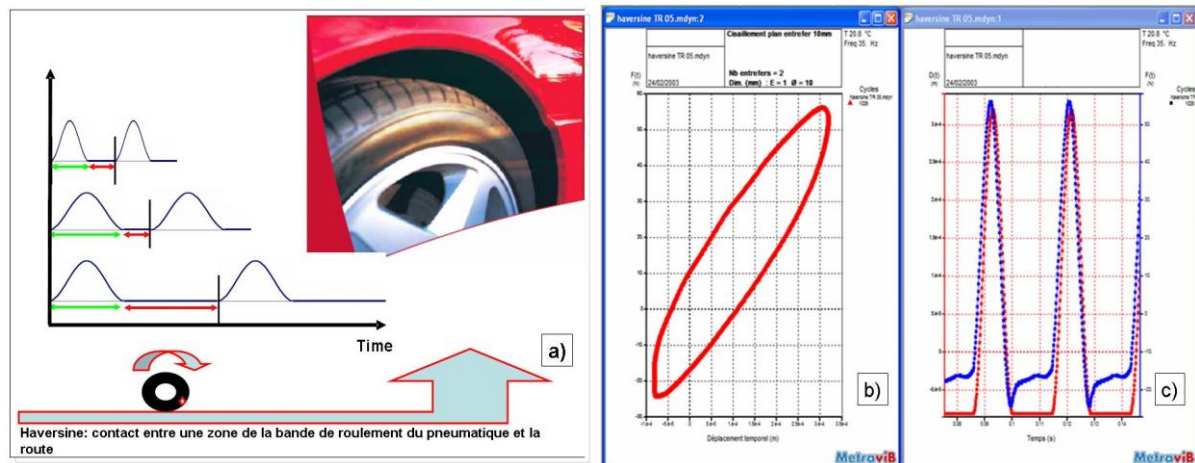


Figure 3 : Forme d'onde Haversine - a) Principe, b) Force vs. déplacement, c) Force (bleu) et déplacement (rouge) vs. temps.

4 MOYEN D'ESSAI DMA+300

Le DMA+300 avec une gamme de force de 300N se compose d'un bâti mécanique, incluant l'électronique de contrôle et d'acquisition ainsi qu'un poste informatique équipé du logiciel MULTITEST. (cf. figure 4). L'excitation mécanique dynamique est générée avec un exciteur électrodynamique guidé par paliers à air. Un système anti-rotation permet d'appliquer les sollicitations mécaniques dans le plan des échantillons.

Ce moyen d'essai permet notamment de réaliser des essais de propagation de fissure et des essais de fatigue sans fissuration en température (de -150°C à 600°C) et sous atmosphère d'oxygène contrôlée.

L'enceinte thermique (-150°C à 600°C), équipée d'un hublot de qualité optique, permet de réaliser les essais à taux contrôlé d'oxygène. Un microscope sur tables XY motorisées permet l'observation de l'échantillon et le suivi de propagation de fissure.



Figure 4 : Machine DMA+300

5 ESSAIS DE FISSURATION

5.1 Description de la mesure

Une meilleure compréhension des phénomènes de propagation de fissure dans les élastomères ou bien la résistance des matériaux au phénomène de fissuration peut être un élément important pour l'amélioration des produits. Deux entailles, respectivement sur le côté gauche et droit de l'éprouvette, sont réalisées par l'opérateur à l'aide d'un système de découpe situé dans l'enceinte thermique.

L'essai de fissuration avec le DMA+300 consiste à suivre l'évolution de la propagation de fissures d'un échantillon parallélépipédique (hauteur h_0 , largeur l et épaisseur e), selon le taux de déformation appliqué.

Les essais réalisés avec des matériaux de type élastomères comprennent généralement quatre étapes :

- Séquence d'accommodation du matériau : ce test permet de réaliser l'accommodation du matériau en appliquant à l'éprouvette un certain nombre de cycles d'excitation afin de la stabiliser.
- Séquence de caractérisation : ce test consiste à étudier les caractéristiques de l'échantillon et plus particulièrement l'énergie fournie par unité de surface, appelée courbe de G (taux de restitution d'énergie en J/m^2) Cette courbe est particulièrement intéressante dans la phase de caractérisation d'un échantillon en vue de faire un suivi de fissuration, car elle permet de faire des comparaisons de suivi de fissuration à G donné.

La densité d'énergie volumique G ($J.m^{-2}$) s'exprime en fonction de l'énergie fournie E_F (J) et de la section utile S (m^2) de l'éprouvette calculée à partir de la largeur l et de l'épaisseur e de l'échantillon (cf. (1) et figure 5)

$$G = \frac{E_F}{S} \quad (1)$$

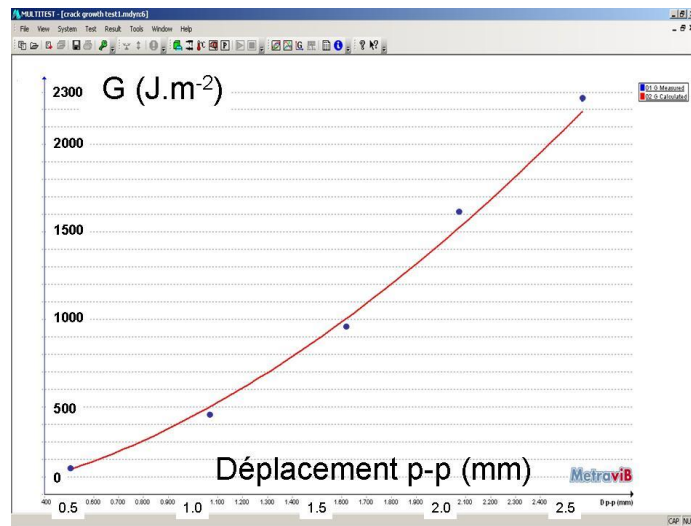


Figure 5 : Taux de restitution d'énergie G en fonction du déplacement dynamique crête à crête.

- Séquence d'initialisation de fissures : cette étape consiste à effectuer une entaille d'environ 1mm à gauche et à droite de l'éprouvette (cf. figure 6)

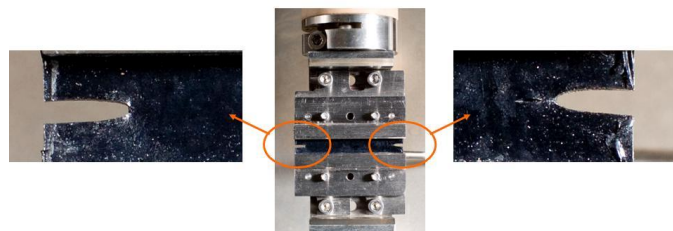


Figure 6 : Eprouvette entaillée

- Suivi de propagation de fissure : le test de propagation de fissure consiste à mesurer l'évolution des vitesses de propagation des fissures situées du côté gauche et droit de l'échantillon, respectivement VPg et VPd (cf. figure 7).

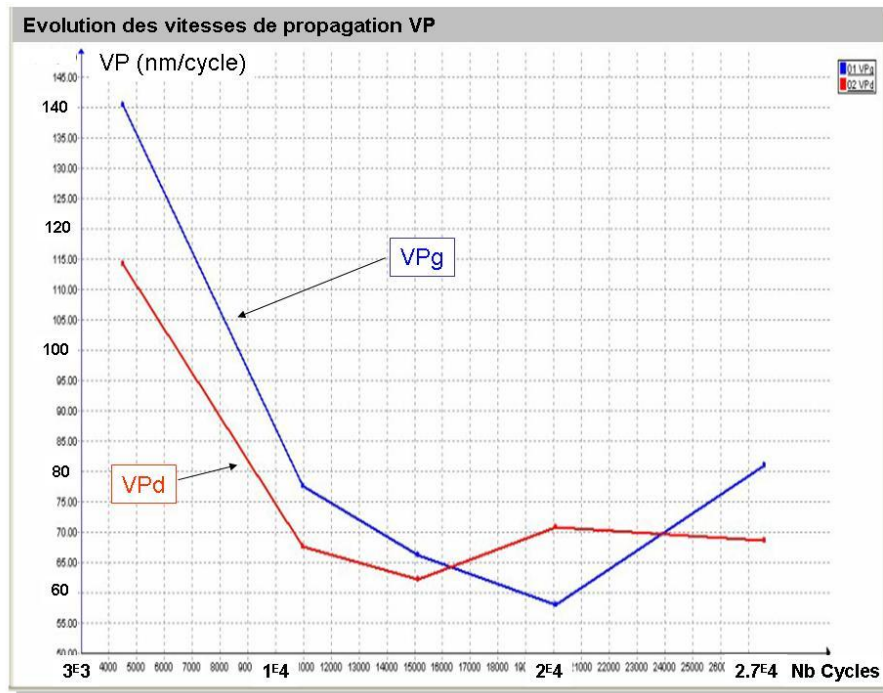


Figure 7 : Vitesse de propagation VP des fissures situées sur les côtés gauche (VPg) et droit (VPd) de l'éprouvette.

5.2 Application à la caractérisation de mélanges élastomères en EPDM et en NR

Une application à la caractérisation d'un caoutchouc naturel (NR) et d'un caoutchouc synthétique (EPDM) sera présentée, ainsi qu'une étude de la répétabilité de ce type de mesure. Ces essais sont en cours de réalisation et d'analyses au LRCCP.

6 CONCLUSION ET PERSPECTIVES

Le moyen d'essai et la méthodologie mise en place par la société 01dB-Métravib est actuellement à l'étude au LRCCP qui teste les aspects de fatigue avec propagation de fissure sur des mélanges élastomères d'origines différentes. Une première analyse de la répétabilité de ce type de mesure permettra dans un avenir proche d'optimiser les paramètres de ces essais afin de déterminer la méthodologie la plus pertinente pour comparer les propriétés de résistance au déchirement sous chargement dynamique de mélanges élastomères.