

Protocole expérimental pour la caractérisation de Modèles de Zones Cohésives thermomécaniques dédiés à la rupture dynamique des résines époxy

V. Joudon^{a,b}, G. Portemont^a, F. Lauro^b, B. Bennani^b

a. The French Aerospace Lab (ONERA), F-59045 Lille

b. Université de Valenciennes (UVHC), LAMIH - UMR CNRS 8201, F-59313 Valenciennes

Résumé :

Cette étude s'intéresse à la rupture dynamique des résines époxy qui s'accompagne d'un échauffement localisé autour du front des fissures se propageant à grande vitesse. Bien que la vitesse de propagation et la température soient des paramètres influençant la ténacité dynamique des polymères à l'état vitreux, peu de modèles cohésifs proposent cette double dépendance. Cela s'explique par des difficultés considérables à disposer de résultats expérimentaux fiables. Les travaux présentés dans cet article visent donc à développer un protocole expérimental dédié à la caractérisation de modèles cohésifs thermomécaniques en estimant l'énergie de rupture. Ainsi, le taux de restitution d'énergie dynamique G_{Idyn} selon le mode I est déterminé par une unique mesure de déformation. En parallèle, une mesure par thermocouple est associée à une analyse thermique afin d'évaluer la température au front de fissure T_f . Enfin, un montage expérimental dynamique est proposé, permettant la mise en œuvre simultanée des différentes techniques sur une même éprouvette de résine époxy, associées à de la cinématographie rapide pour la mesure de propagation de fissure.

Abstract :

The field of this study is the dynamic fracture of epoxy resins which can exhibit very localised heating surrounding an high speed propagating crack tip. Although both crack speed and temperature are known to be parameters influencing the dynamic toughness of such glassy polymers, there are few cohesive models including this double dependency. Difficulties in collecting reliable experimental results are definitely involved. Therefore this article describes an experimental procedure dedicated to the characterisation of thermomechanical cohesive models based on the fracture energy value. Then the determination of the mode I dynamic energy release rate G_{Idyn} by a strain gage method is described. In addition a thermocouple technique is coupled with a thermal analysis to evaluate the temperature at the crack tip T_f . Finally an experimental set-up is proposed to simultaneously and simply implement these measurements on the same epoxy specimen in association with high speed imaging for crack tracking.

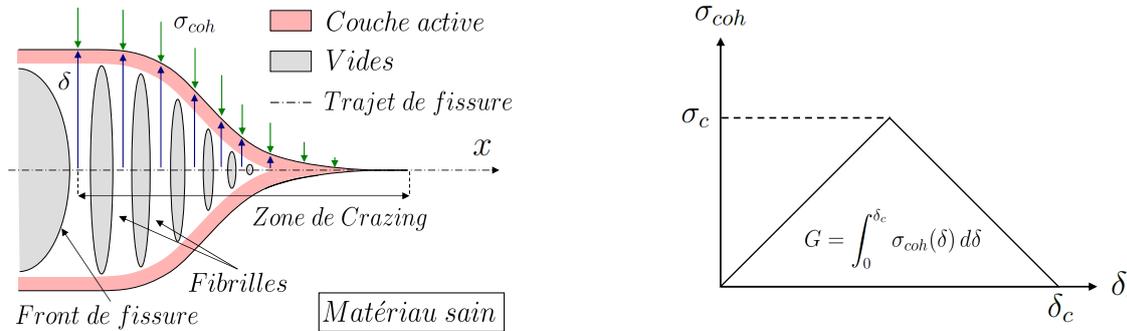
Mots clefs : Modèles de Zones Cohésives ; Rupture Dynamique ; Polymères Renforcés

1 Introduction

Les Composites à Matrice Organique (CMOs) sont utilisés de façon croissante dans l'industrie aéronautique pour la fabrication de pièces structurales. Au sein de ces composites renforcés par adjonction de fibres, le rôle de la matrice est d'assurer la cohésion de l'ensemble afin de tirer profit des propriétés mécaniques des fibres lors des sollicitations. Le milieu interlaminaire est largement impliqué dans le processus de délaminage qui rend la structure vulnérable à l'impact. Par conséquent, les résines époxy sont utilisées comme matrice dans la plupart des CMOs pour leurs propriétés mécaniques remarquables et leur tolérance aux dommages en cas d'impact.

Les résines époxy appartiennent à la famille des matériaux thermodurcissables généralement décrits

comme des polymères amorphes développant une certaine fragilité après cuisson. La rupture des résines époxy se déroule de manière cohésive suivant le phénomène de *crazing* caractéristique des polymères amorphes et détaillé par Kramer et Berger [8]. Au cours du phénomène de *crazing*, les chaînes moléculaires exercent une contrainte dite cohésive σ_{coh} s'opposant à l'ouverture de la fissure δ . En effet, à l'approche de la fissure, les chaînes moléculaires s'alignent dans une direction parallèle à la contrainte appliquée en amont de la zone de *crazing* [6]. Puis des micro-vides commencent à se former et les chaînes moléculaires s'organisent en fibrilles. Finalement les fibrilles continuent de s'étirer jusque atteindre l'ouverture critique de la fissure δ_c . À cet instant, les fibrilles se brisent ce qui augmente la longueur de la fissure (Figure 1a).



(a) Rupture par *crazing* : Les fibrilles se forment, s'étirent puis se brisent produisant une résistance mécanique à la propagation de fissure.

(b) Exemple d'une loi cohésive bilinéaire. L'aire sous la courbe $\sigma_{coh}(\delta)$ est égale au taux de restitution d'énergie G .

FIGURE 1 – Description du phénomène de *crazing* en utilisant une loi cohésive simple.

Chaque étape du processus de *crazing* évoquée précédemment contribue à la ténacité du matériau. Les Modèles de Zones Cohésives (MZCs) se fondent sur une loi cohésive $\sigma_{coh}(\delta)$. Ils sont donc naturellement adaptés à la modélisation de la rupture par *crazing* (Figure 1b). Un paramètre fondamental des MZCs est le taux de restitution d'énergie $G = \int_0^{\delta_c} \sigma_{coh}(\delta) d\delta$ qui caractérise la ténacité du matériau et représente l'énergie par unité d'aire dissipée pour propager la surface de fissure. Dans une étude sur la propagation dynamique de fissures dans du polyméthylméthacrylate (PMMA), Zhou et al. [12] ont démontré que le taux de restitution d'énergie des polymères à l'état vitreux dépendait de la vitesse de propagation \dot{a} . Or il est évident que la vitesse de propagation est liée à la vitesse d'ouverture de la fissure $\frac{d\delta}{dt}$ suggérant ainsi que la formation des fibrilles participe au processus visqueux déterminant la ténacité du matériau, comme décrit dans l'équation suivante :

$$\frac{d\delta}{dt} = \frac{\partial\delta}{\partial t} + \frac{\partial\delta}{\partial x} \cdot \dot{a}(t). \quad (1)$$

Afin d'introduire la dépendance à la vitesse, Saad-Gouider et al. [10] propose un modèle cohésif viscoplastique pour décrire la ténacité dynamique des polymères vitreux. La viscoplasticité dans la zone de *crazing* provoque aussi un important échauffement local accompagnant toute propagation. La zone affectée thermiquement est appelée couche active (Figure 1a), et supposée adiabatique pour une fissure évoluant à grande vitesse. De nombreuses études expérimentales sur du PMMA ou du polycarbonate (PC) ont révélé des échauffements remarquables en pointe de fissure [1, 3, 9]. Lorsque la température de la couche active T_f est proche de la température de transition vitreuse T_g , des changements apparaissent dans les mécanismes de *crazing* modifiant ainsi la ténacité dynamique.

En général, les difficultés à disposer de résultats expérimentaux exploitables au cours de la propagation dynamique empêchent toute possibilité de caractérisation directe des MZCs thermomécaniques incluant une double dépendance (\dot{a}, T_f) [4, 10]. Pour des raisons similaires, la plupart des études expérimentales en dynamique sont analysées pour calculer le taux de restitution d'énergie statique plutôt que son équivalent dynamique G_{Idyn} . Bjerke et Lambros [1] ont réalisé une mesure optique directe des variations de G_{Idyn} et T_f sur des matériaux transparents tels que le PMMA. Mais cette méthode n'est pas adaptée aux résines époxy qui sont opaques. L'identification expérimentale de

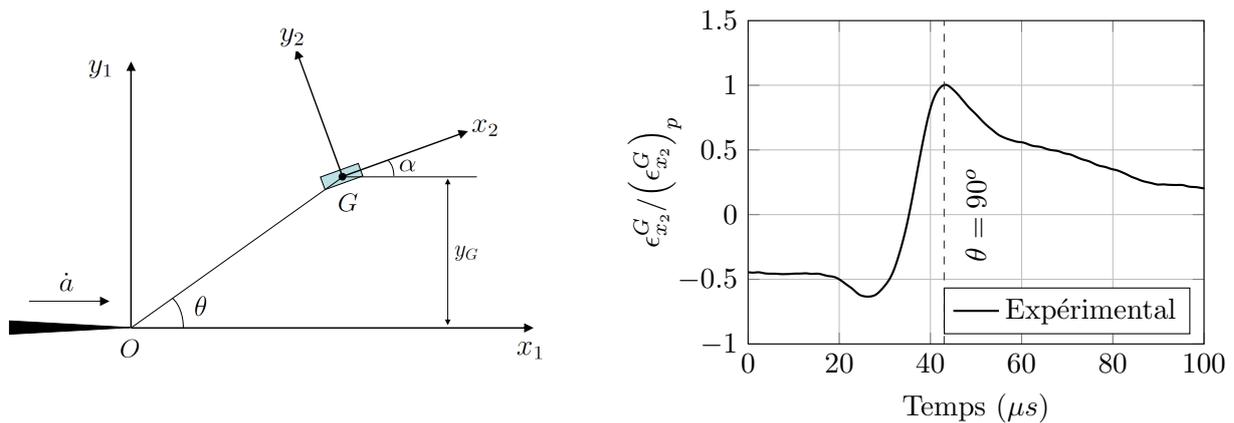
la loi $G_{Idyn}(\dot{a}, T_f)$ présente donc une difficulté particulière pour la caractérisation de MZCs thermomécaniques. Le présent travail de recherche vise à développer un protocole expérimental permettant de déterminer simultanément le taux de restitution d'énergie dynamique G_{Idyn} selon le mode I, ainsi que l'évolution de la température du front de fissure T_f pour différentes vitesses de propagation \dot{a} sur une même éprouvette de résine époxy M21.

2 Mesure du taux de restitution d'énergie dynamique G_{Idyn}

Une rupture quasi-fragile est observée pour des polymères vitreux tels que les résines époxy ce qui signifie que le matériau reste globalement élastique tout en développant de la plasticité confinée en pointe de fissure [1]. Dans ce cas, la théorie linéaire élastique est classiquement utilisée pour décrire les champs mécaniques asymptotiques. En se référant à la technique définie par Khanna et Shukla [7] et réservée aux fissures se propageant selon le mode I à une vitesse \dot{a} constante, le facteur d'intensité des contraintes dynamique K_{Idyn} peut être mesuré par une unique jauge de déformation.

Cette méthode consiste à coller une jauge de déformation de faibles dimensions à une distance y_G du trajet de fissuration avec un angle α comme illustré dans la figure 2a. La distance y_G doit être suffisamment faible afin de s'assurer que la jauge soit placée à l'intérieur de la zone singulière entourant la pointe de fissure. De plus, dans l'hypothèse des déformations planes, l'angle α doit satisfaire l'équation (2) pour une représentation simplifiée du champ de déformation asymptotique. Un angle aigu et un angle obtus sont les deux seules solutions possibles et dépendent du coefficient de Poisson ν du matériau étudié :

$$\cos(2\alpha) = \kappa = 1 - 2\nu . \quad (2)$$



(a) Système de coordonnées utilisé pour décrire le champ de déformation asymptotique [7].

(b) Signal expérimental normalisé enregistré par une jauge de déformation orientée selon l'angle obtus défini par (2).

FIGURE 2 – Mesure des déformations asymptotiques avec une jauge de déformation. Lorsque $\theta = 90^\circ$, la pointe de fissure est positionnée sous la jauge et le pic de déformation $(\epsilon_{x2}^G)_p$ est alors atteint.

Si la jauge de déformation est collée selon l'angle obtus, le signal enregistré ϵ_{x2}^G atteint sa valeur maximale lorsque la fissure passe en-dessous ($\theta = 90^\circ$) de la jauge (Figure 2b). Le facteur d'intensité des contraintes dynamique pour le mode I est alors simplement déterminé par l'équation (3) :

$$K_{Idyn} = \frac{4\mu}{\beta} \cdot (\epsilon_{x2}^G)_p \cdot \sqrt{\pi y_G} \cdot \left[\frac{1}{\sqrt{\lambda_d}} \cdot (2\lambda_d \sin(2\alpha) - \kappa(1 + \lambda_s^2)) - \frac{1}{\sqrt{\lambda_s}} \cdot (2\lambda_d \sin(2\alpha) - \kappa \frac{4\lambda_d \lambda_s}{1 + \lambda_s^2}) \right]^{-1} \quad (3)$$

où μ est le module de cisaillement et κ dépend du coefficient de Poisson ν suivant l'équation (2). λ_d et λ_s sont des coefficients sans dimension fonction de la vitesse de propagation \dot{a} . c_d et c_s sont respectivement la célérité des ondes de dilatation et la célérité des ondes de cisaillement dans le matériau. Le coefficient β peut être exprimé grâce à λ_d et λ_s comme écrit ci-dessous,

$$\beta = \frac{1 + \lambda_s^2}{4\lambda_d \lambda_s - (1 + \lambda_s^2)^2} \quad ; \quad \lambda_d = 1 - \left(\frac{\dot{a}}{c_d}\right)^2 \quad ; \quad \lambda_s = 1 - \left(\frac{\dot{a}}{c_s}\right)^2 . \quad (4)$$

Le taux de restitution d'énergie dynamique G_{Idyn} peut ensuite être déduit de K_{Idyn} grâce à la formule (5) développée par Freund [5] qui est l'équivalent dynamique de la formule d'Irwin.

$$G_{Idyn} = \frac{\lambda_d \beta \dot{a}^2}{2 c_s^2 \mu (1 + \lambda_s^2)} \cdot (K_{Idyn})^2 . \quad (5)$$

3 Estimation de la température T_f en pointe de fissure

De manière générale, les résines époxy ne sont pas des matériaux transparents, ce qui empêche certaines mesures optiques directes. Pour palier à cette difficulté, une mesure par thermocouple proposée par Döll [3] est sélectionnée pour déterminer indirectement la température en pointe de fissure T_f au cours d'une propagation dynamique. Cette méthode consiste à instrumenter un thermocouple proche du trajet de fissure afin de capter l'élévation de la température causée par la dissipation de chaleur Q_f (par unité d'aire) dans le processus viscoplastique de *crazing*. Cette technique est adaptée aux polymères à l'état vitreux car il a été démontré que la chaleur générée par déformation plastique dans le matériau est de second ordre comparée à la production de chaleur dans la couche active [4].

Pour des propagations dynamiques, le temps nécessaire à la rupture est très court comparé au temps caractéristique de la conduction thermique dans les polymères. De surcroît, la largeur Z de la couche active thermiquement affectée (quelques μm) est faible devant la distance d entre le thermocouple et le trajet de fissure (environ $1 mm$). Il est proposé de considérer l'échauffement généré par la fissure comme une source de chaleur plane et instantanée. Il est aussi supposé que les propriétés thermiques du matériau sont elles-même indépendantes de la température. Sous ces hypothèses, le modèle de Carslaw et Jaeger [2] peut être appliqué pour décrire la variation de la température dans la direction orthogonale au plan de fissure. L'élévation de température $\Delta T(d, t)$ enregistrée par le thermocouple à une distance d du trajet de fissure à l'instant t est alors donnée par l'équation (6) :

$$\Delta T(d, t) = \frac{Q_f}{\rho c_m \sqrt{4\pi D t}} \cdot \exp\left(-\frac{d^2}{4Dt}\right) . \quad (6)$$

où ρ est la densité, c_m est la chaleur spécifique et D est la diffusivité thermique du matériau. Par ailleurs, le thermocouple enregistre une élévation de température maximale à l'instant t_m . La chaleur Q_f dissipée par unité de surface créée pendant la fissuration est déduite de la mesure du thermocouple $\Delta T(d, t_m)$ en utilisant l'équation (7) :

$$\Delta T(d, t_m) = \frac{Q_f}{\rho c_m d \sqrt{2\pi}} \cdot \exp\left(-\frac{1}{2}\right) \quad ; \quad t_m = \frac{d^2}{2D} . \quad (7)$$

Pour des conditions fortement dynamiques, l'hypothèse de la propagation adiabatique est justifiée [4, 10]. Dans ces conditions, l'élévation de la température dans la couche active de la température ambiante T_0 à T_f est liée à la quantité de chaleur générée par *crazing* par l'équation (8) :

$$Q_f = \rho c_m Z \cdot \Delta T_f = \rho c_m Z \cdot (T_f - T_0) . \quad (8)$$

L'unique paramètre restant à déterminer pour remonter à la valeur de T_f est la largeur de la couche active Z dont il est difficile d'obtenir une mesure expérimentale directe. Cependant un état de déformation plastique prédomine dans la couche active du fait du comportement viscoplastique du processus de formation des fibrilles. Le modèle de Dugdale est connu pour décrire avec une précision suffisante la forme de la zone plastique dans les polymères vitreux [3]. Le paramètre Z est alors estimé par la relation (9) faisant intervenir le seuil d'écoulement plastique σ_y :

$$Z = \frac{1}{2} \cdot \frac{G_{Idyn}}{\sigma_y} . \quad (9)$$

Finalement, la température T_f entourant la pointe d'une fissure se propageant de façon dynamique est établie à partir de la mesure du thermocouple de la façon suivante :

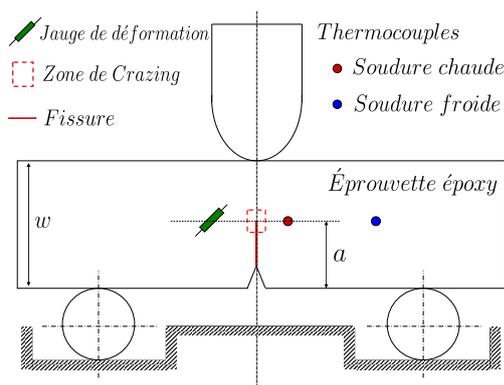
$$T_f = T_0 + 2d \sqrt{2\pi} \exp\left(\frac{1}{2}\right) \cdot \frac{\sigma_y}{G_{Idyn}} \cdot \Delta T(d, t_m) . \quad (10)$$

4 Montage expérimental pour une mesure simultanée de G_{Idyn} et T_f

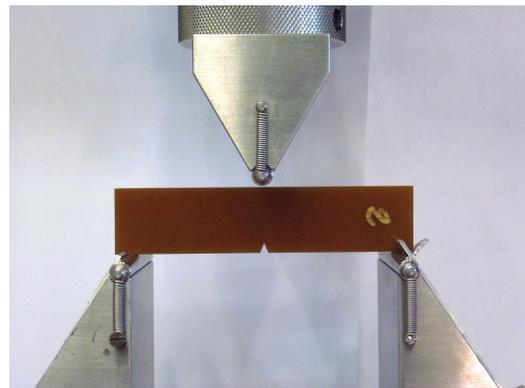
Dans les sections précédentes, des stratégies expérimentales ont été proposées pour mesurer respectivement le taux de restitution d'énergie dynamique G_{Idyn} et la température en pointe de fissure T_f au cours de la rupture dynamique de résines époxy. La prochaine étape de ce travail se concentre sur le développement d'un montage expérimental qui permette la mise en œuvre simultanée de ces stratégies sur la même éprouvette.

Des éprouvettes de résine époxy pure sont donc instrumentées localement avec une jauge de déformation et un thermocouple. En outre, la fissure doit se propager de façon répétitive et unidirectionnelle pour prétendre à une analyse mécanique et thermique correcte. Ce dernier point est considéré comme une difficulté majeure de la mesure par thermocouple selon Rittel [9] puisque le capteur doit être positionné aussi proche que possible du trajet de fissure. Au vue de ces contraintes, des éprouvettes *Single Edge Notched Bend* (SENB) sont retenues pour réaliser des essais de flexion trois points sur vérin hydraulique (Figure 3b). Ces essais demandent l'utilisation d'éprouvettes épaisses dans l'hypothèse des déformations planes et présentent l'avantage de reposer sur un chargement symétrique. Si l'entaille est située sur le même axe que le chargement, la fissure se propagera donc selon une droite.

La prédiction exacte du trajet de fissure est essentielle pour une instrumentation locale précise des éprouvettes SENB. Il a été décidé de positionner la mesure par thermocouple (soudure chaude) d'un côté du trajet présumé de fissure alors que la jauge de déformation est collée de l'autre côté, comme présenté dans la figure 3a. Cette configuration limite la perturbation provenant de la chaleur générée par effet joule dans la jauge de déformation. L'alignement du thermocouple et de la jauge de déformation sur un même axe orthogonal à la surface de fissure assure la synchronisation des post-traitements thermique et mécanique décrits ci-dessus. Les valeurs G_{Idyn} et T_f sont alors déterminées pour le même temps de rupture.



(a) Schéma du montage expérimental.



(b) Configuration expérimentale sans instrumentation.

FIGURE 3 – Montage expérimental pour la mesure simultanée du taux de restitution d'énergie dynamique G_{Idyn} et de la température T_f entourant la pointe de fissure en cours de propagation.

D'autres paramètres expérimentaux doivent être analysés pour assurer des mesures optimales. Pour commencer, la position idéale de la jauge de déformation est déterminée en se référant à l'article de Sarangi [11] qui précise que le rayon de la zone singulière pour des éprouvettes épaisses entaillées sur un côté est maximal lorsque $a/w = 0.4$ (Figure 3a). Par ailleurs, le thermocouple mesurant l'élévation de température (soudure chaude) doit être couplé avec un thermocouple éloigné du trajet de fissure (soudure froide) afin de compenser d'éventuelles variations de la température ambiante.

Bien que ce travail ne se concentre pas sur la mesure de la vitesse de propagation \dot{a} , ce paramètre est essentiel. Certaines études expérimentales estiment la vitesse de fissuration grâce à une jauge de fissuration dont la variation de résistance détermine l'avancée de la fissure. Une méthode optique basée sur l'imagerie rapide est préférée dans cette recherche. Le front de fissure est effectivement suivi par corrélation d'images numériques sur la face arrière de l'éprouvette.

5 Conclusions

Dans cette recherche, un protocole expérimental a été développé pour valider des MZCs thermomécaniques dédiés à la rupture dynamique des résines époxy. Une méthode utilisant une unique jauge de déformation est d'abord présentée pour déterminer le taux de restitution d'énergie dynamique G_{Idyn} au cours d'une propagation selon le mode I. Une technique couplant la mesure par thermocouple et une analyse thermique est ensuite décrite pour établir la température T_f entourant la pointe d'une fissure évoluant dynamiquement. Finalement, un montage expérimental est proposé afin d'implémenter simultanément ces différentes stratégies de mesure sur une même éprouvette de résine époxy pure de type SENB à des vitesses de propagation à variées. Les essais préliminaires sur de la résine M21 (non présentés ici) ont montré que le protocole expérimental proposé était capable de fournir des données essentielles à la caractérisation de MZCs thermomécaniques adaptés à la modélisation de la rupture dynamique des résines époxy.

Remerciements

Les auteurs tiennent à remercier la région Nord-Pas de Calais pour son soutien financier. Le FEDER et les ministères de la Défense et de la Recherche sont aussi grandement remerciés pour le financement des équipements du laboratoire d'essais, dans le cadre du programme CPER CISIT.

Références

- [1] Bjerke, T.W., Lambros, J. 2003 Theoretical development and experimental validation of a thermally dissipative cohesive zone model for dynamic fracture of amorphous polymers. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* **51** 1147-1170.
- [2] Carslaw, H.S., Jaeger, J.C. 1959 *Conduction of heat in solids*. Oxford University Press.
- [3] Döll, W. 1973 An experimental study of the heat generated in the plastic region of a running crack in different polymeric materials. *Engineering Fracture Mechanics* **5** 259-268.
- [4] Estevez, R., Basu, S., Van der Giessen, E. 2005 Analysis of temperature effects near mode I cracks in glassy polymers. *International Journal of Fracture* **132** 249-273.
- [5] Freund, L.B. 1990 *Dynamic fracture mechanics*. Cambridge University Press.
- [6] Kawabe, H., Natsume, Y., Higo, Y., Nunomura, S. 1992 Micromechanism of a deformation process before crazing in a polymer during tensile testing. *Journal of materials science* **27** 5547-5552.
- [7] Khanna, S.K., Shukla, A. 1995 On the use of strain gages in dynamic fracture mechanics. *Engineering Fracture Mechanics* **51** 933-948.
- [8] Kramer, E.J., Berger, L.L. 1990 Fundamental processes of craze growth and fracture. *Advances in Polymer Science* **91/92** 1-68.
- [9] Rittel, D. 1998 Experimental investigation of transient thermoelastic effects in dynamic fracture. *International Journal of Solids and Structures* **35** 2959-2973.
- [10] Saad-Gouider, N., Estevez, R., Olagnon, C., Séguéla, R. 2006 Calibration of a viscoplastic cohesive zone for crazing in PMMA. *Engineering Fracture Mechanics* **73** 2503-2522.
- [11] Sarangi, H., Murthy, K.S.R.K., Chakraborty, D. 2010 Optimum strain gage location for evaluating stress intensity factors in single and double ended cracked configurations. *Engineering Fracture Mechanics* **77** 3190-3203.
- [12] Zhou, F., Molinari, J.-F., Shioya, T. 2005 A rate-dependent cohesive model for simulating dynamic crack propagation in brittle materials. *Engineering Fracture Mechanics* **72** 1383-1410.