

**République Algérienne Démocratique et Populaire**  
**Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique**  
**Université 08 Mai 45 de Guelma**

## **Thèse de Doctorat**



**Facultés des sciences et de la technologie**

**Département de Génie Mécanique**

**Spécialité: Génie Mécanique**

**Option: Construction Mécanique**

**Présentée par: Nadia FRIOUI**

---

**Etude du comportement mécanique en statique et en fatigue des mousses  
PVDF**

---

Devant le jury:

Président	Pr.	Hamid SATHA	Université de Guelma
Rapporteur	Pr.	Abderrezak BEZAZI	Université de Guelma
Examineur	Pr.	Saad LAMOURI	EMP Alger
Examineur	Pr.	Bachir REDJEL	Université de Annaba
Examineur	Pr.	El Abasse ADDA BEDEA	Université de Sidi Bel-Abbes
Examineur	MC. A	Ahmed BELBAH	Université de Guelma

**2011**

## **Dédicaces**

À la mémoire de mon père

À ma mère

À ma famille

À mes enfants

À nos frères en Palestine

## Remerciements

À Allah que je dois le remerciement, c'est Allah qui m'a donné autant de courage, de patience afin d'accomplir ce travail. À Allah seul de m'avoir orienté à choisir ce thème. C'est Lui le tout puissant à qui tout lui appartient. C'est nous qui avons besoin de tout et de Lui. Quand on le remercie, c'est pour notre propre bien.

Alors,

Je remercie Monsieur le professeur BEZAZI Abderrezak d'avoir accepté mon encadrement, de m'avoir proposée le thème de la thèse et me donner l'occasion de travailler sur cette mousse blanche et légère, pour sa disponibilité à tout moment, pour son aide qu'il a apporté durant la réalisation des essais, pour son travail très consciencieux, son attention, sa patience, son humanité.

Je remercie Monsieur le professeur SATHA Hamid de l'université de Guelma qui nous a fait l'honneur d'accepter la présidence du jury de soutenance.

Je dois remercier, Messieurs les professeurs ADDA BEDEA El Abasse de l'université de Sidi Belabes, LAMOURI Saad de l'EMP Alger, RADJEL Bachir de l'Université de Badji Mokhtar d'avoir accepté d'examiner mon travail et de se déplacer pour nous honorer de leur présence en participant au jury de ma thèse. Mes remerciements vont aussi à BELBAH Ahmed Maître de conférence à l'Université de Guelma, qui a exprimé son enthousiasme envers ma thèse.

Par la même occasion je profiterai pour exprimer mes vifs remerciements à Mr. Lamouri SAAD de l'EMP Alger de m'avoir offert un si bon accueil lors de ma participation à la 3<sup>ème</sup> journée de chimie. De même, mon frère Madani, son épouse et ses fils prennent part de ce remerciement, de leur hospitalité dont il a fait preuve envers moi lors de ces séjours.

Un merci éternel, à ma mère, mes sœurs et frères qui me doivent beaucoup par leurs encouragements et leur assistance aussi bien matérielle que morale qui m'ont permis de réaliser cette thèse. Ce remerciement ne représente que le peu de ce que vous avez donné. Un immense remerciement à mon conjoint et ma belle famille qui m'ont apporté leur soutien.

Mes remerciements vont aussi

À Monsieur FABRIZIO Scarpa, pour tout ce qu'il a apporté durant la réalisation de cette thèse, merci pour JabRef.

À Messieurs ELAYEB Mohamed et MADI Aziz, techniciens du centre d'usinage du labo de Mécanique pour leur aide à la découpe des échantillons de la mousse.

Je pense qu'il reste des remerciements à faire à d'autres personnes, qu'ils trouvent ici toutes mes sincères reconnaissances.

## Table des matières

Résumé	5
Abstract	6
Introduction	10
<b>Chapitre 1.</b> Etude Bibliographique sur les matériaux cellulaires	12
1.1. Introduction	
1.2. Mise en œuvre des matériaux cellulaires et leurs applications	14
1.2.1. Mousses polymères	15
1.2.1.1. Mousses conventionnelles	15
1.2.1.2. Mousses auxétiques	16
1.2.2. Mousses métalliques	18
1.3. Caractérisation des matériaux cellulaires	19
1.3.1. Morphologie	19
1.3.2. Technique de caractérisation	21
1.3.3. Comportement mécanique	21
1.3.3.1. Compression	21
1.3.3.2. Traction	24
1.3.3.3. Essai de fatigue	25
1.3.3.4. Essai de relaxation	27
1.4. Mécanique des mousses	29
1.4.1. Modèle régulier	29
1.4.1.1. Modèle cubique	30
1.4.1.2. Modèle tétrakaidécaédrique	36
1.4.2. Modèles irréguliers et numériques	38
1.4.2.1. Modèles de structure irréguliers	38
1.4.2.2. Modélisation par élément finis	40
1.5. Position du problème et technique adoptées	42
Références	43
<b>Chapitre 2.</b> Etude expérimentale sous chargement statique	49

2.1. Introduction	49
2.2. Procédé de fabrication des mousses en étude	50
2.2.1. Mousses PVDF	50
2.2.2. Mousses auxétiques	51
2.2. 3. Propriétés mécanique	54
2.3. Matériaux et techniques expérimentales	56
2.3.1. Préparation des échantillons	56
2.3.2. Densités des mousses	56
2.3.3. Machine et paramètres d'essais	57
2.4. Résultats et discussions	59
2.4.1. Compression	59
2.4.2. Traction	66
2.4. Conclusion	69
Références	71
<b>Chapitre 3.</b> Analyse expérimentale en fatigue cyclique	73
3.1. Introduction	62
3.2. Essai de compression/compression	74
3.2.1. Paramètres d'essai	75
3.2.2. Résultats et discussions	75
3.2.2.1. Perte de rigidité	75
3.2.2.2. Boucles d'hystérésis	76
3.2.2.3. Energie dissipée	82
3.2.2.3. Mécanisme d'endommagement en compression/compression	83
3.3. Essai de traction/traction	84
3.3.1. Paramètres d'essai	84
3.3.2. Résultats et discussions	84
3.3.2.1. Perte de rigidité	84
3.3.2.2. Boucles d'hystérésis	86
3.3.2.3. Energie dissipée	89
3.3.2.4. Courbe de whöler	91
3.3.2.5. Mécanisme d'endommagement en traction/traction	92

3.4. Conclusion	94
Références	96
<b>Chapitre 4. Relaxation de la mousse PVDF</b>	<b>98</b>
4.1. Introduction	98
4.2. Essai de relaxation	99
4.2.1. Protocole de l'essai	99
4.2.2. Résultats et discussions	102
4.2.3. Module de relaxation	102
4.2.4. Modèle de Maxwell	105
4.3. Essai dynamique	114
4.3.1. Protocole expérimentale	114
4.3.2. Résultats et discussions	102
4.4. Conclusion	118
Références	119
Conclusion & perspective	121
Annexe	125

## Résumé

Le travail de cette thèse s'articule principalement sur le comportement mécanique de la nouvelle mousse PVDF à cellule fermées. La démarche entreprise consiste à une campagne d'essai statique et cyclique. Premièrement, les essais statiques de compression et de traction ont été réalisés pour étudier la réponse et le mécanisme d'endommagement des mousses PVDF, auxétique et PU. En compression, le comportement de la mousse PU, est caractérisé par une élasticité linéaire puis un long plateau de contrainte et enfin une densification. Tandis que la mousse PVDF et auxétique présentent une seule phase. En traction, le diagramme contrainte-déformation de la mousse PVDF est non linéaire. Deuxièmement, les essais de fatigue cyclique en traction/traction et en compression/compression sont menés en contrôle déplacement. Les données ainsi recueillies ont servi à tracer les courbes de la perte de rigidité, les boucles d'hystérésis, et l'énergie dissipée en fonction du nombre de cycles  $N$ , pour différents niveaux de chargement  $r$ . La dégradation de la rigidité en compression montre deux phases distinctes, alors qu'en traction, elle se manifeste par trois phases. Une comparaison entre le comportement en traction et en compression a été établie. Afin d'évaluer le comportement viscoélastique de la mousse PVDF, un essai de relaxation en compression a été réalisé, à plusieurs niveaux de chargements. Le comportement de la relaxation montre deux régimes où on enregistre des valeurs élevées du module pour des niveaux de chargement élevés, ainsi que l'absence d'une valeur asymptotique du module.

**Mots clés** : Matériaux cellulaires, mousses polymères, compression, traction, relaxation, fatigue.

## Abstract

The work of this thesis is based mainly on the mechanical behavior of the novel closed cell PVDF foam. A companion of static and cyclic test was conducted. First, compression and tension static tests were performed to study the response and the failure mechanism of PVDF, auxetic, and PU foam. In compression, the behavior of the PU foam is characterized by a linear elasticity part, a long stress plateau and finally a densification. While the auxetic and PVDF foam exhibit a single phase. In tension, the stress-strain diagram PVDF foam is non-linear. Second, cyclic fatigue tests in tension/tension and compression/compression were conducted in control displacement. The data gathered was used to plot the curves of the loss of rigidity, hysteresis loops and the energy dissipated versus the number of cycles  $N$ , for different loading levels  $r$ . The stiffness degradation in compression shows two distinct phases, while in tensile it characterized by three distinct phases. A comparison between the behavior in tension and compression has been established. To evaluate the viscoelastic behavior of PVDF foam, a relaxation test in compression was performed at several loading levels. The behavior of the relaxation shows two regimes as a function of loading time. We recorded high values of the module for high loading levels and the absence of an asymptotic modulus.

**Keywords:** Cellular materials, polymer foam, compression, traction, relaxation, fatigue.

## *Introduction*

## Introduction

Le développement technologique et économique qui ne cesse d'accroître a donné naissance à une nouvelle ère de matériaux. Ces matériaux doivent répondre aux attentes toujours plus exigeantes du consommateur en termes de sécurité passives dans le transport, le confort ergonomique et l'allègement des structures qui vise à réduire les coûts énergétiques. Ces exigences peuvent être obtenues par un matériau combinant des propriétés répondant à des applications en même temps, structurelles (bonnes propriétés mécaniques) et fonctionnelles (isolation thermique, acoustique et conductivité électrique). Cette multifonctionnalité peut être satisfaite par le biais des matériaux cellulaires. Parmi ces matériaux cellulaires, on distingue les mousses polymères, qui s'imposent aujourd'hui dans les secteurs les plus divers, allant du bâtiment aux équipements sportifs en passant par la biomédecine, la robotique ou le secteur militaire. Leur gamme d'application s'étend aussi aux capteurs électromécaniques.

Presque tous les polymères ont été moussés, le polyuréthane (PU), le polystyrène (PS), le polyéthylène (PE), etc. Récemment, la firme Zotefoam a réussi pour la première fois à mousser une nouvelle gamme fabriquée à partir de fluoropolymères et de thermoplastiques de précision. Parmi ces polymères le PVDF connu pour son excellente résistance aux produits chimiques, sa stabilité thermique et sa bonne résistance au feu, sans oublier sa résistance aux radiations ultra violettes. Le PVDF possède d'autres propriétés: la pyro et piézoélectricité, où il a été utilisé intensivement comme capteurs.

Par son procédé de fabrication exclusive, la firme Zotefoam plc., Croydon/UK, devient le leader mondial dans la production des mousses PVDF (grade: Kynar, fabricant: Arkema). Zotefoams utilise une solution à l'azote gazeux sous haute pression où les plaques extrudées de polymères réticulés sont imprégnées d'azote pur sous haute pression et température, puis expansées ultérieurement dans une autoclave à température et pression contrôlée sans avoir

recours aux moules. Les mousses obtenues présentent des alvéoles d'une uniformité exceptionnelle, une faible odeur/ haute performance et des caractéristiques physiques intéressantes. A l'écart du Kynar, d'autres polymères comme la silicone, le polyamide et le polyphénylsulfone (PPSU) sont moussés pour obtenir des mousses à cellules fermées. Ces mousses conservent une grande partie des propriétés de ces polymères solides, mais avec en plus, des propriétés d'isolation (thermique et acoustique) et un rapport résistance/poids supérieurs.

Bien que la mousse PVDF (polymère ferroélectrique) choisie pour cette étude, soit largement utilisée dans l'industrie de l'aérospatiale civile et militaire, leurs propriétés mécaniques sont mal connues. La bibliographie portant sur la mousse PVDF ne compte que le travail d'Aygun et Attenborough. Ces derniers ont montré que ces mousses présentent une transmissibilité sonore au dessous de 250 Hz, avec un pic du facteur de perte à température ambiante autour de 0,2. A notre connaissance, pas de travaux établis jusqu'à présent portant sur le comportement mécanique statique et fatigue des mousses PVDF. Ce présent manuscrit vient par cette étude expérimentale, de mettre à la disposition de la communauté scientifique, les premiers résultats sur la mousse PVDF.

Ce mémoire de thèse s'articule en quatre chapitres

Le premier chapitre présente brièvement les différents types de mousses, leurs applications et le mode d'obtention, ainsi que les caractéristiques morphologiques et leurs propriétés mécaniques. Un résumé sur les études expérimentales en statique et en fatigue menées sur les matériaux cellulaires a été exposé. Un rappel sur les modèles analytiques du comportement des mousses a été présenté.

Le deuxième chapitre expose le protocole expérimental suivi pendant la réalisation des essais statiques. Les éprouvettes ont été mises sous charge statique de traction et de compression, afin d'évaluer la réponse de la mousse ainsi que le mode rupture qui en résulte.

Le troisième chapitre a fait l'objet de la fatigue cyclique des mousses PVDF. Les mousses sont sollicitées en traction et en compression cyclique en contrôle déplacement, pour différents niveaux de chargement (0,6; 0,65; 0,70; 0,75; 0,80; 0,85; 0,90; 0,95). Les boucles d'hystérésis

ont permis d'évaluer l'énergie dissipée. Cette campagne d'essai nous permis de construire le diagramme d'endurance S-N (courbes de whöler) dans le cas de la traction.

Le quatrième chapitre étudie le comportement viscoélastique de la mousse. Il consiste à soumettre la mousse à un essai de relaxation en compression, au cours duquel plusieurs niveaux de chargement ont été imposés. L'essai dynamique a été réalisé en collaboration avec le département de l'aérospatial de l'Université de BRISTOL.

Enfin, pour clore notre travail nous présenterons une conclusion générale où nous rassemblerons tous les points importants de notre étude et nous donnerons quelques perspectives pouvant servir de point de départ à un nouveau sujet de recherche.

*Chapitre 1:*

*Etude Bibliographique sur les matériaux cellulaires*

## **Etude Bibliographique sur les matériaux cellulaires**

### **1.1 Introduction**

Les solides cellulaires sont définis comme un matériau biphasé composé d'une phase gazeuse et d'une phase solide. La phase solide constitue le squelette tandis que la phase gazeuse constitue les alvéoles. Cette structure est un assemblage de poutres dans le cas de mousses à cellules ouvertes ou de plaques quand il s'agit de mousse à cellules fermées. Cette architecture prend sa part dans la nature, dans le liège, le bois, les nids d'abeilles et l'os. Ainsi que dans les produits alimentaires: pain, meringue,...La figure 1.1 présente quelques structures naturelles.

Prenons profit de cette architecture qui offre une rigidité et une légèreté, l'homme a développé des structures cellulaires synthétiques qui répondent à l'activité humaine ainsi que le besoin continu de nouveaux matériaux. Ces matériaux cellulaires avec de telles morphologies entraînent des propriétés mécaniques et chimiques différentes de celles des matériaux solides. La figure 1.2 donne une comparaison des caractéristiques mécaniques, résistances et thermiques des mousses relativement à celles du matériau constituant.

### **1.2 Mise en œuvre des matériaux cellulaires et leurs applications**

Presque tous les matériaux peuvent être moussés, les polymères, les céramiques, et les composites. Dans ce qui suit on présente les méthodes d'obtention des mousses polymères et métalliques.

### 1.2.1 Mousse polymères

#### 1.2.1.1 Mousse conventionnelles (à coefficient de poisson positif)

Aujourd'hui, toutes les résines thermoplastiques et thermodurcissables peuvent être produites sous forme de mousses. Les mousses peuvent être souples, rigides, semi-flexibles ou semi-rigides (selon la température de transition vitreuse  $T_g$ , la composition chimique, le taux de cristallinité et le degré de réticulation) [24]. Trois méthodes sont utilisées pour produire une mousse (figure 1.3):

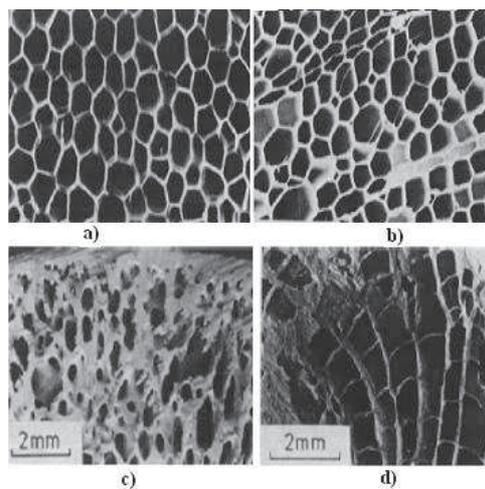


Figure 1.1. Structure cellulaire : a) liège, b) bois de balsa, c) os, d) corail [33].

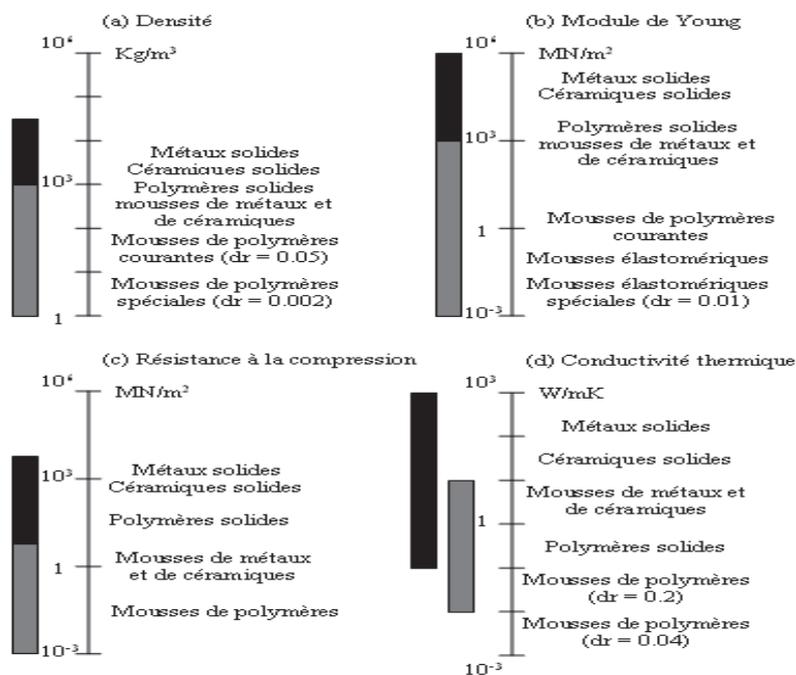


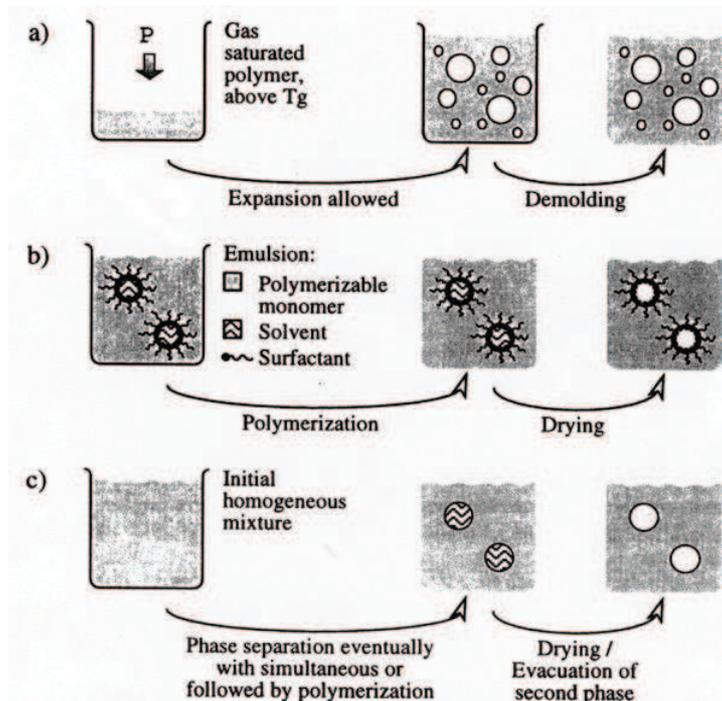
Figure 1.2 Plage de propriétés des mousses et des solides qui la composent [25]: (a) Densité ; (b) Module de Young ; (c) Résistance à la compression;(d) Conductivité thermique.

- La première consiste à générer des bulles au sein de la matrice polymère par l'introduction d'un gaz inerte (généralement le gaz carbonique ou de l'azote). La croissance et la stabilisation des alvéoles sont obtenues lorsque l'équilibre entre la pression interne et la tension de surface est atteinte. Le gaz peut être introduit mécaniquement par injection d'un agent physique ou bien par décomposition thermique d'un agent chimique [24, 36, 43].
- La deuxième se base sur le principe d'émulsion, celle-ci constituée de deux phases assure la miscibilité entre ces deux phases. Puis la phase continue est rigidifiée par polymérisation, tandis que la phase dispersée est éliminée par évaporation [42].
- La troisième se fait par la technique de séparation de phase. Celle-ci utilise un porogène c'est-à-dire une espèce chimique non polymérisable, miscible au mélange de monomères. Pour la fabrication d'un polystyrène, par exemple, on peut utiliser le cyclohexane ou le toluène, car ils ne polymérisent pas et sont miscibles au styrène. La séparation de phase du mélange est initiée en dessous de la ligne binodale ou spinodale. La morphologie finale présente les deux phases [10].

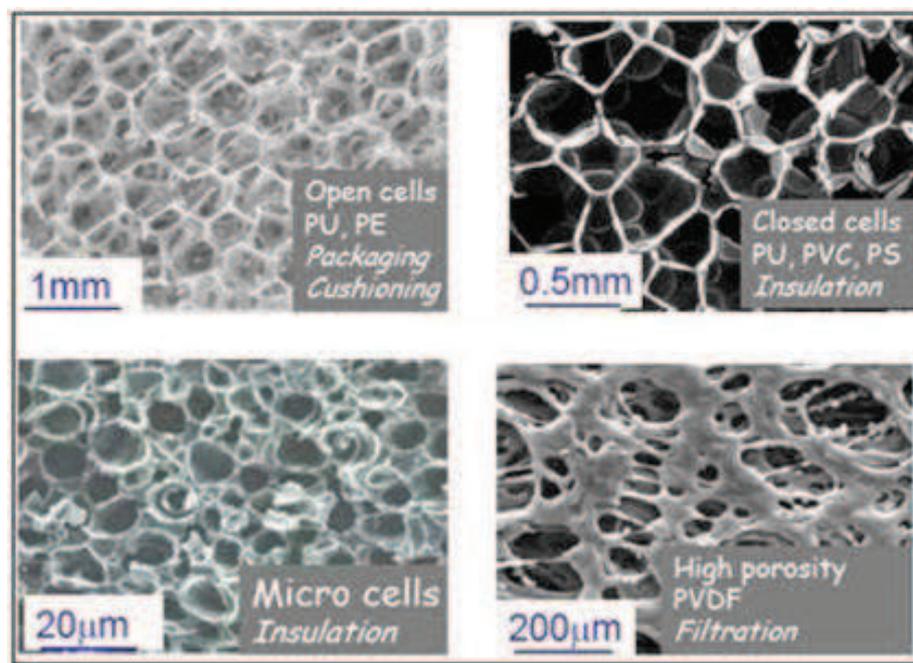
Les mousses polymères trouvent leurs applications dans plusieurs secteurs de l'industrie. Leur intérêt principal est dans l'isolation thermique (construction, l'électroménager, etc.), coussinet de confort (mobilier, sièges auto, et d'autres utilisations), le transport (d'autres pièces pour véhicules automobiles, comme rembourrage de protection et de pare-chocs), ainsi que les applications d'emballage. La figure 1.4 représente quelques exemples d'application des mousses selon le matériau composant la matrice ainsi que la morphologie de la cellule. Dans la revue technique de l'ingénieur [9, 8] est présentée les différentes définitions des polymères alvéolaires selon les normes AFNOR et ISO ainsi que le domaine d'application de chaque type.

#### 1.2.1.2 *Mousses auxétiques*

Un matériau auxétique est un matériau ayant un coefficient de poisson négatif; c'est-à-dire qui se dilate latéralement (gonfle) lorsqu'on l'allonge. Le premier matériau synthétique a été obtenu en 1987 par Roderick Lakes [39] qui a transformé la structure cellulaire d'une mousse polyuréthane conventionnelle à cellules ouvertes convexes, en une structure réentrantante comme l'illustre la figure 1.5.



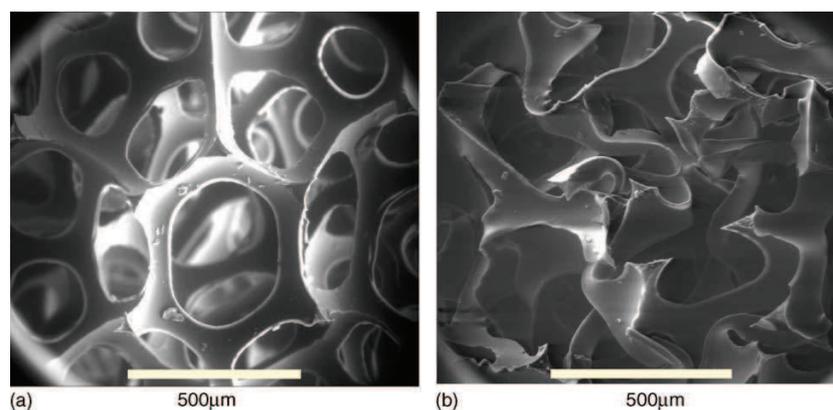
**Figure 1.3.** Les principales méthodes d'élaboration des mousses polymères (a) par insertion de gaz (b) par voie d'émulsion (c) par voie de séparation de phases [42].



**Figure 1.4.** Exemple du type d'application des mousses.

Le processus de transformation suit quatre étapes [39]: i) compression, ii) chauffage, iii) refroidissement, (iv) relaxation. Depuis, les recherches se sont intensifiées dans le domaine des techniques d'obtention et de la caractérisation mécanique de ces mousses. Ces matériaux présentent une amélioration de la résistance à la ténacité [5], au cisaillement [40, 4], à l'indentation [37] ainsi qu'une grande capacité d'absorption de l'énergie et du bruit [47]. D'autres travaux sur ces matériaux peuvent être trouvés aussi dans [38, 4, 34, 26].

En général l'application des mousses auxétiques est très prometteuse. Mais celles-ci restent encore dans le stade des études académiques ou dans des applications à haute valeur ajoutée. Pourtant les mousses et nids d'abeilles auxétiques offrent un potentiel d'application dans les filtres: Grâce à l'ouverture des pores dans les deux dimensions lorsqu'on applique une traction sur le matériau du filtre, il est possible de nettoyer le filtre et de compenser les accroissements de pression en charge [1].



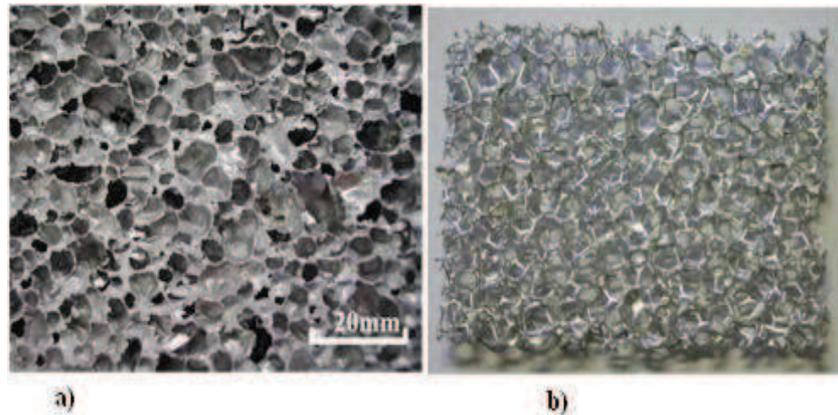
**Figure 1.5.** Images SEM de (a) mousse polyuréthane conventionnelle, et (b) mousse polyuréthane auxétique [18].

### 1.2.2 Mousses métalliques

Chaque matériau possède des propriétés remarquables qui le distinguent des autres et fait de lui un bon candidat pour des applications spécifiques. Bien que les polymères trouvent leurs applications dans de nombreux domaines, les métaux cellulaires prouvent des propriétés intéressantes dans de futures applications. Récemment plusieurs méthodes et techniques ont été développées pour permettre l'obtention des métaux cellulaires. Ces méthodes se différencient selon l'état du départ du métal. On distingue les mousses élaborées à partir du métal à l'état liquide, solide, vapeur ou ionique en solution [23].

Parmi les remarquables propriétés que possèdent les mousses d'aluminium, est sa capacité d'absorption d'énergie ainsi que son utilisation comme âme de panneaux sandwichs (cœur nid d'abeille).

Les mousses d'aluminium possèdent un champ d'application très varié ainsi qu'un domaine de recherche et d'applications potentielles encore plus important, ce qui en fait un produit très prometteur avec des possibilités d'applications encore inexplorées.



**Figure 1.6.** a) Mousse Alporas à cellules fermées. b) Mousse Duocel à cellule ouverte ERGAerospace [48].

## 1.3 Caractérisation des matériaux cellulaires

### 1.3.1 Morphologie

Le matériau cellulaire présente une structure hiérarchique semblable à celle des matériaux naturels comme le bois ou l'os. Cette structure varie d'autant que les procédés d'élaboration varient. La bonne performance d'un matériau, pour l'ingénieur, dans le domaine de la construction dépend de ses qualités et propriétés (mécanique, thermique, acoustique,...) par rapport à la fonction qu'il doit remplir.

Selon l'axe d'étude, les mousses peuvent être considérées à plusieurs échelles. L'échelle micro se situe au niveau des parois et des arêtes où l'on observe la microstructure du matériau constitutif et qui est traduite par le comportement intrinsèque de la matrice solide. Les études portant sur cet aspect sont rares. Selon Gibson et Ashby [25], c'est le comportement de la matrice qui conditionne le classement du comportement des mousses en élastique, plastique ou fragile. A l'échelle méso, on s'intéresse à l'arrangement des cellules au sein de la matrice, à leur taille et leur forme ainsi qu'à celle des parois.

Enfin, à l'échelle macro, le matériau est considéré comme homogène. Les principaux paramètres qui caractérisent les mousses sont:

- **La densité relative:** qui représente leur fraction volumique de matière:

$$\rho = \frac{\rho_f}{\rho_s} \quad (1.1)$$

Où

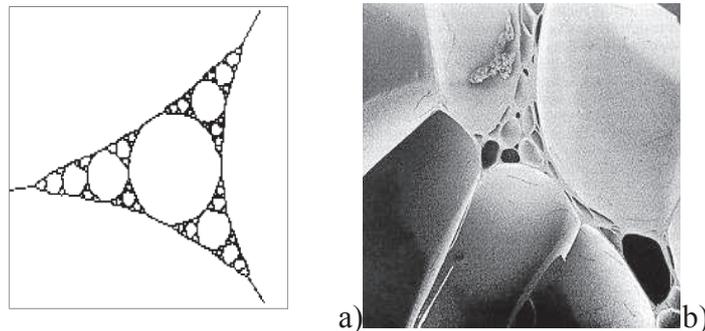
$\rho_f$  est la masse de la mousse.

$\rho_s$  est la masse volumique du solide qui la compose.

En général, pour les matériaux cellulaires  $\rho < 0,3$ , certains ont une densité relative aussi faible que 0,003, et elle peut aller jusqu'à 0,001: c'est une densité spéciale ultra basse. Les mousses utilisées pour l'isolation, l'emballage et l'amortissement ont une densité relative entre 0,05 et 0,2. Au dessus d'environ 0,3, on a une transition d'une structure cellulaire à un solide contenant des pores isolés.

- **La topologie:** où on distingue les nids d'abeille et les mousses tridimensionnelles qui à leur tour se différencient par le caractère ouvert ou fermé des cellules, ou partiellement ouvertes et partiellement fermées.

- **Taille des cellules:** celle-ci est variable d'un solide à un autre et varie au sein même du solide. On peut trouver des cellules cent fois plus grandes que celle des petites. Cette dispersion n'implique pas l'anisotropie.



**Figure 1.7.** a) Schéma d'une mousse à très large distribution de la taille des cellules; b) Micrographe d'une mousse en polymère montrant une structure qui ressemble au schéma (a) de cette figure [25].

- **Forme des cellules:** allongées ou aplaties, elles influencent beaucoup le comportement par une anisotropie induite au niveau macroscopique. Plusieurs études ont été menées pour identifier la forme des cellules. Plateau la considère comme un dodécaèdre rhombique (polyèdre à 12 faces). Lord Kelvin l'a remplacé par un tétrakaidécaèdre (polyèdre à 14 faces), Gibson et Ashby, pour simplifier, les ont modélisées par des cubes [25].

### 1.3.2 Technique de caractérisation

Pour donner plus d'information et de détails concernant la déformation et l'endommagement des mousses, plusieurs moyens de caractérisation ont été dédiés à chaque aspect de structure. Ces dernières peuvent être destructives ou non- destructives; ces techniques sont [42]:

- La mesure directe de la densité par pesée et méthode d'Archimède; détermination de la porosité (essentiellement ouverte) par des méthodes de prosimétrie et perméamétrie.
- La caractérisation de la morphologie en 2D par microscopie optique, microscopie électronique à balayage (MEB) et radiographie à rayon X.
- La caractérisation en 3D par tomographie X assisté par ordinateur ou RMN.

### 1.3.3 Comportement mécanique

Les matériaux cellulaires élargissent considérablement la gamme de propriétés des matériaux denses. Leurs propriétés (mécanique, thermique, électrique, acoustique, etc.) sont généralement mesurées par les mêmes méthodes que celles utilisées pour les matériaux denses. Nous allons décrire le comportement mécanique général des matériaux cellulaires, les modes de déformation dominants dans ces matériaux sont donc la flexion et le flambement des parois fines des cellules.

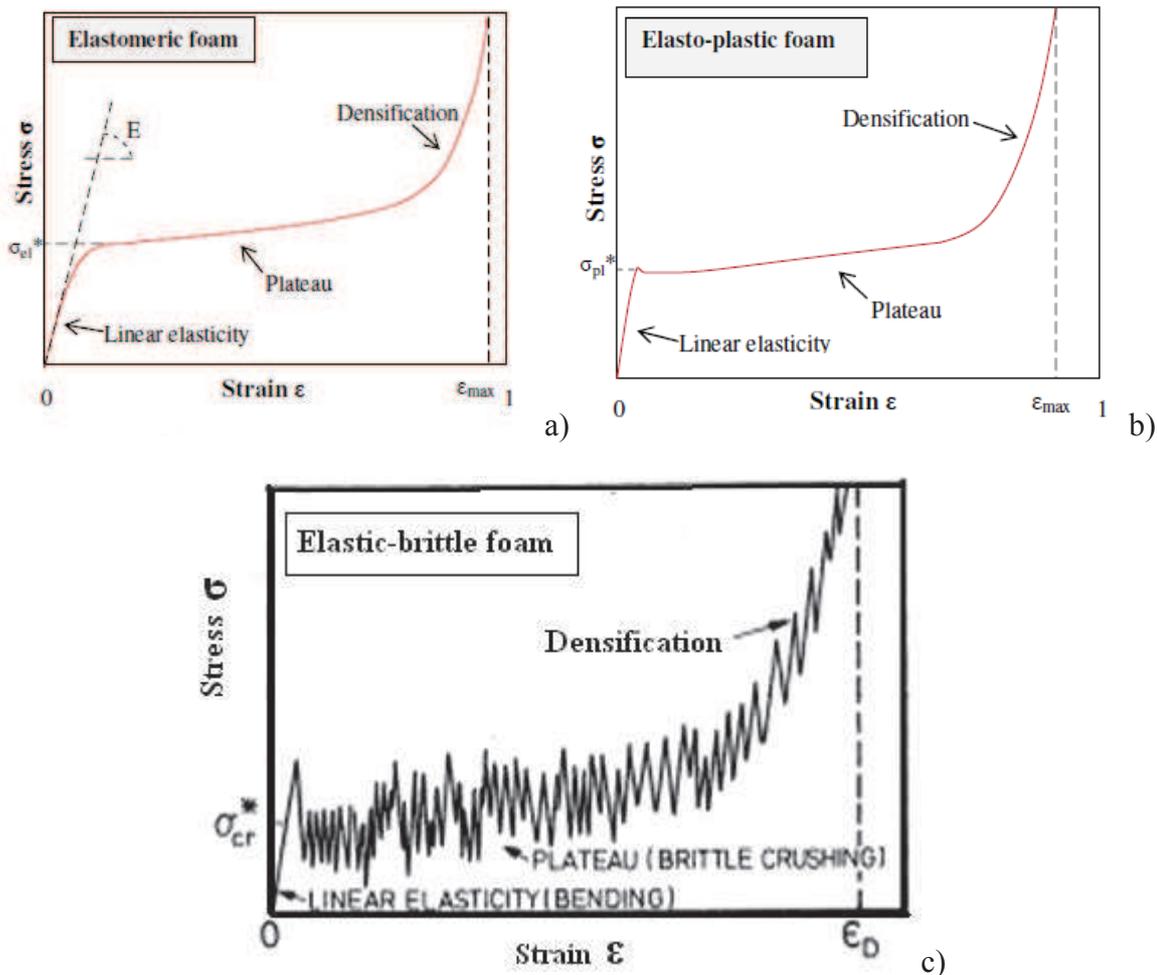
#### 1.3.3.1 Compression

L'étude du comportement mécanique des mousses solides en compression est sans doute la première propriété qui le distingue des solides non cellulaires. La figure 1.8 [25] représente les réponses typiques en compression uniaxial de trois types de mousses : élastomères, élastoplastiques et fragiles. Elles ont toutes la même allure, une élasticité linéaire aux faibles contraintes, suivie par un large plateau et enfin une phase de densification où la contrainte augmente rapidement.

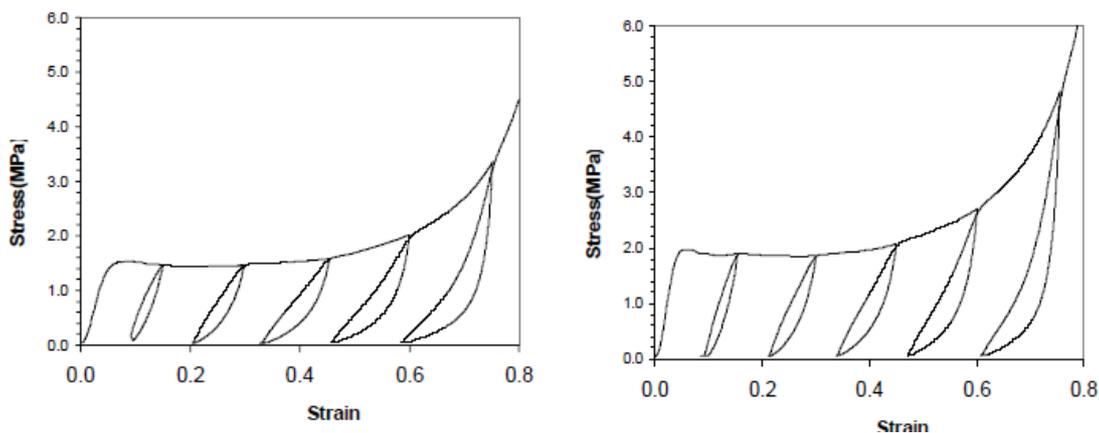
Dans les trois types de mousses, l'élasticité linéaire se manifeste dès le début par une flexion des brins dans le cas de cellules ouvertes, et par l'étirement des parois dans le cas des cellules fermées [25]. Le module de Young  $E_m$  est déterminé à partir de la pente initiale de ces courbes. Ce premier domaine, moins de 5 % de déformation est souvent qualifié d'élastique linéaire. Il n'est pas forcément réversible pour tous les types de mousses.

Des études sur des mousses d'aluminium type Alporas ou Alcan [44, 32] ont montré que la pente initiale a été modifiée lors d'un cycle chargement /déchargement. Cela est plus probablement dû à des mécanismes irréversibles et localisés qui apparaissent aux premiers stades de chargement. Les plateaux des trois courbes contrainte-déformation sont différentes: flambement élastique des mousses élastomères, formation de rotules plastiques dans les mousses élastoplastique et effondrement fragile dans les mousses élastiques-fragiles [25]. Un long plateau de la courbe contrainte-déformation confère à la mousse une très forte compressibilité et leur permet d'exercer une contrainte relativement constante jusqu'aux grandes déformations. Il est à noter que lors d'une décharge pendant la phase plateau, certaines mousses en polymère recouvrent leur état initial sans avoir subi de dommages significatif, ce qui s'explique par un micro-flambement réversible des alvéoles des parois. Une dégradation du module apparent dans les mousses Rohacell et Divinycell à cellules a été observée par Flores et *al.* [12]. Alors que dans le cas de la mousse Duocel, il a été constaté que le module de déchargement et le module de chargement initial étaient identiques [29] (figure 1.9).

Enfin, lorsque les cellules se sont presque complètement écroulées en se mettant en contact les unes sur les autres et que l'on continue à écraser la mousse, la dernière phase, où la contrainte augmente rapidement, est observée. C'est la phase de densification du matériau où le comportement peut être assimilé à celui du solide constituant la mousse. L'effet de l'accroissement de la densité relative de la mousse se traduit par l'augmentation du module de Young et du niveau du plateau, et par la diminution de la valeur de déformation à laquelle la phase de densification commence. D'un autre côté, la mousse auxétique lorsqu'elle est sollicitée à la compression statique présente une seule phase [15, 2]. La courbe contrainte déformation montre une dépendance exponentielle de la contrainte-déformation.



**Figure 1.8.** Courbe contrainte-déformation schématique de mousse en compression uniaxiale: (a) mousse élastomère, (b) mousse élastoplastique; (c) mousse élastique fragile [25].

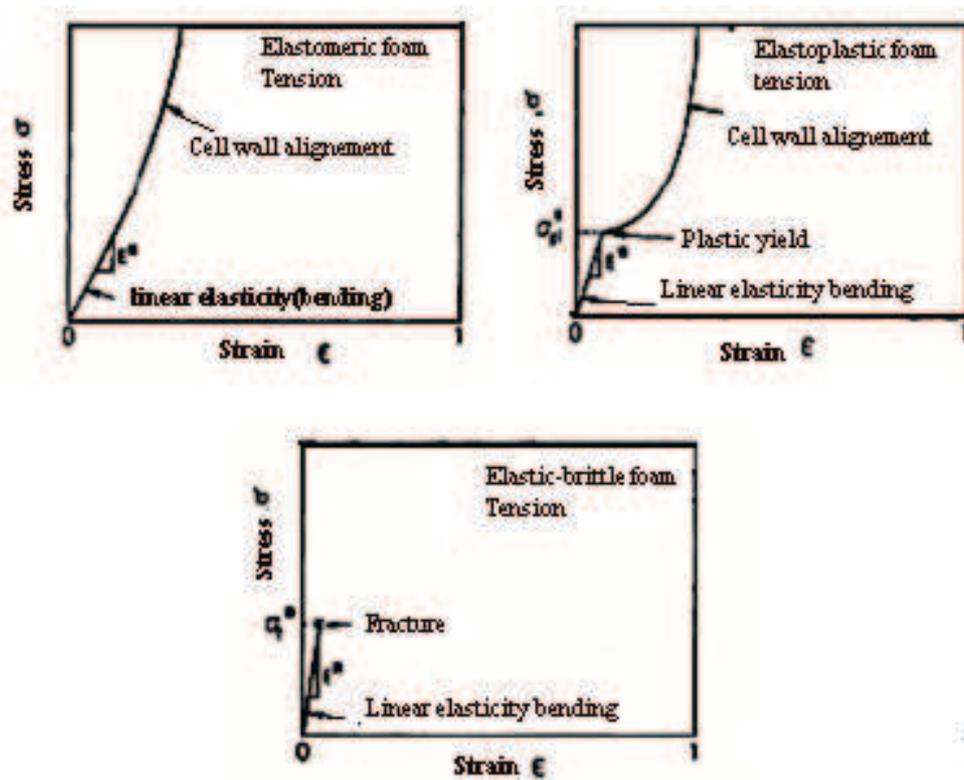


**Figure 1.9.** Courbe contrainte déformation. Chargement-déchargement-chargement (a) mousse Divinycell H100 et and (b) Divinycell H130 [12].

### 1.3.3.2 Traction

Les courbes typique de trois types de mousses solides, élastomères, élastoplastiques et élastiques-fragiles sont illustrées dans la figure 1.10. Pour des déformations faibles, toutes les mousses présentent une élasticité linéaire, semblable à celle en compression [25]. Le comportement des mousses est similaire à celui des nids d'abeilles. L'élasticité linéaire est due à la flexion des arêtes et à un étirement des parois. Dans le cas de la mousse élastomère, les grandes déformations réorientent les brins de la cellule avec l'axe de la traction, augmentant ainsi la rigidité de la structure (figure 1.10a). Par contre dans la mousse plastique, les parois fléchies plastiquement et se réorientent aussi avec l'axe de la sollicitation. Sur la figure 1.10 b apparaît le point limite de plasticité suivi par une augmentation rapide de la courbe contrainte-déformation, provoquant finalement la rupture. Alors que la mousse fragile (figure 1.10c), se caractérise par une montée rapide de la courbe contrainte-déformation puis la rupture survient de manière brutale. Cette rupture est due à l'existence et à la propagation de microfissure dans les parois faibles de la mousse (dans certains mousses céramiques et polymères rigides) [25].

Un grand nombre d'essais mécaniques faisant l'objet de normes est proposé dans la littérature pour caractériser le comportement mécanique en traction. Zenkert et Burman ont étudié le comportement des mousses Rohacell à cellules fermées pour trois densités différentes [55]. Ils ont trouvés que ces trois courbes se superposent lorsqu'elles sont normalisées à leurs densités relatives. Bezazi et Scarpa [6] ont étudié le comportement de la mousse polyuréthane à cellules ouvertes et la mousse auxétique. Ils constatent que la courbe contrainte-déformation de la mousse conventionnelle est quasi linéaire jusqu'à 60% de déformation. A ce stade se produit une rupture au milieu de l'éprouvette. En revanche la réponse de la mousse auxétique est bilinéaire avec une transition de la rigidité entre 50% et 90% de la déformation. et montre une rupture au coté supérieur ou inférieur de l'éprouvette.



**Figure 1.10.** Courbes contrainte-déformation en traction de trois types de mousses: a) élastomère, b) élastoplastique et c) fragile [25].

### 1.3.3.3 Essai de fatigue

Pour avoir une bonne connaissance sur la capacité de mousses polymères à absorber de l'énergie, il est nécessaire d'étudier leurs réponses dans les essais de fatigue. Dans de nombreuses applications potentielles structurelles, les mousses seront soumises à un chargement cyclique de compression ou de traction. La plupart des recherches sont effectuées sur les mousses métalliques, en raison de leur disponibilité. Contrairement aux matériaux denses, les mousses subissent un effondrement progressif en fatigue sous chargement cyclique en compression. Et éprouve l'accumulation de grandes déformations avant la rupture, une qualité souhaitable dans l'absorption de l'énergie [30].

La durée de vie des mousses d'aluminium est définie par une forte augmentation de la déformation après un certain nombre de cycles. Dans les mousses à cellules fermées, l'endommagement est régi par la formation d'une bande de déformation dans le matériau, approximativement égale à la taille de la cellule.

Ces bandes d'écroulement sont le résultat du flambage plastique des parois cellulaires, au fur et à mesure que les cycles sont appliqués il ya aura une densification de la mousse [53]. Zenkert et Burman [55] ont étudié le comportement des mousses Rohacell à cellules fermées pour trois densités différentes. La durée de vie des mousses Rohacell a été estimée par la loi de Basquin. Ils concluent aussi que les mécanismes d'endommagement en fatigue sont les mêmes qu'en statique et se diffèrent pour les trois types de chargement. Le comportement en fatigue des mousses ont été analysé par la loi de Paris [53, 25]. D'autres travaux sur le comportement en fatigue des mousses a été réalisés sur des sandwichs à âme en mousse de polymères [27, 28].

Bezazi et Scarpa [2], ont étudié expérimentalement les mousses auxétiques et conventionnelles à cellules ouvertes. Les mousses ont été sollicitées en compression en contrôle déplacement. Les résultats montrent que la perte de rigidité, dans le cas de la compression des deux types de mousses jusqu'à 100000 cycles peut être divisé en deux stades. Le premier est une chute brusque alors que le deuxième stade est un plateau correspondant à la quasi-totalité de la durée de vie de la mousse. Cet adoucissement de la contrainte est similaire à celui observé dans les élastomères. Le même phénomène a été observé par Rehkopf et *al.* [52] sur des mousses polyuréthanes à cellules ouvertes soumises à une compression cyclique jusqu'à 100 cycles [52]. Shen et *al.* [52] ont proposé un modèle basant sur les expériences de Rehkopf et *al.* qui exprime la relation contrainte-déformation pour un cycle donné. Les essais de fatigue en traction ont été aussi réalisés par [6], où la perte de rigidité se manifeste en trois stades: le premier stade est une dégradation rapide suivie par une diminution puis survient la chute brutale qui montre la rupture de l'éprouvette. En contrôle déplacement la fatigue dépend du nombre de cycles et de l'intensité des déplacements imposés.

Toujours dans les travaux de Bezazi et Scarpa [6, 2], l'énergie dissipée pendant les essais de fatigue sous chargement cyclique en compression et en traction ont pu être quantifié. L'énergie dissipée se manifeste en deux phases: la première phase est une chute brutale, tandis que la deuxième phase est une diminution très lente asymptotique due à la stabilité de la propagation de fissures. En plus des essais expérimentaux entrepris sur la fatigue des mousses, une simulation du comportement cyclique a été réalisée par Pampolini et *al.* [31].

#### 1.3.3.4 Essai de relaxation

La déformation d'une structure sandwich est contrôlée par les contraintes de relaxation et de fluage que subit le cœur en mousse ou en nid d'abeille [54]. D'un point de vue pratique, une connaissance précise du comportement en fluage et en relaxation semble essentielle étant donné que les matériaux de structure sont la plupart du temps soumis à des conditions d'utilisation impliquant des charges importantes sur de longues durées. Par exemple l'assemblage des structures sandwiches par l'intermédiaire d'un rivet ou d'un boulon [19, 17]. Par conséquent, le fluage et la relaxation des nids d'abeilles et des mousses sont importants et essentiels dans le design des structures sandwiches.

Le comportement viscoélastique des matériaux cellulaires a été étudié par des auteurs où ils ont utilisé le fluage en flexion et le fluage en flambement [14]. Le comportement de relaxation est moins documenté relativement au fluage. Andrews et al. [46] utilisent un modèle 2D en nid d'abeille pour étudier le fluage des mousses d'aluminium à cellules fermées. Le modèle se base sur le fluage en flexion des parois de la cellule; les résultats obtenus par le modèle sont en bonne concordance avec les données expérimentales. Tandis que Cocks et al. [14] ont étudié le fluage par flambage. Jin-Yuan Lin *et al.* [54], ont établi des expressions analytiques du taux de relaxation des matériaux cellulaires (nids d'abeille, mousses à cellules ouvertes et mousses à cellules fermées). Le modèle considère une relaxation par flexion de la paroi de la cellule. Ils ont trouvé que les taux de relaxation des trois matériaux cellulaires considérés, dépend de la densité relative, de la déformation imposé et des paramètres de la contrainte de relaxation du matériau solide constituant la mousse.

L'autre étude expérimentale réalisée sur deux types de mousses est celle de Chinmay *et al.* [7]. Ils ont étudié deux types de mousses metallocène à base de Polyoléfin à cellules fermées, l'autre est une mousse polyuréthane à cellules ouvertes. D'après la figure 1.11, les deux comportements ne sont pas similaires. Dans le cas de la mousse PU la relaxation passe par deux stades, le premier est une dégradation rapide du module puis un état stable est atteint pour des temps relativement lent. Ce comportement ressemble à celui des polymères solides réticulés. De l'autre côté la relaxation des mousses MPO à cellules fermées peut être attribuée à deux mécanismes indépendants: (i) au temps court la relaxation est dominé par la relaxation des chaînes polymères de la matrice, (ii) et la relaxation au temps longs est dominé par la diffusion du gaz piégé dans les cellules fermées à travers la matrice polymère.

L'autre étude expérimentale a été menée par Roland et *al.* [20] sur des mousses RTV 5370. La figure 1.12 montre le mode de relaxation du module de ce type de mousse. D'après [20], le comportement s'est déroulé en deux modes: l'un rapide qui s'est avéré être près de 1500s, l'autre lent caractérisé par un plateau quasi statique.

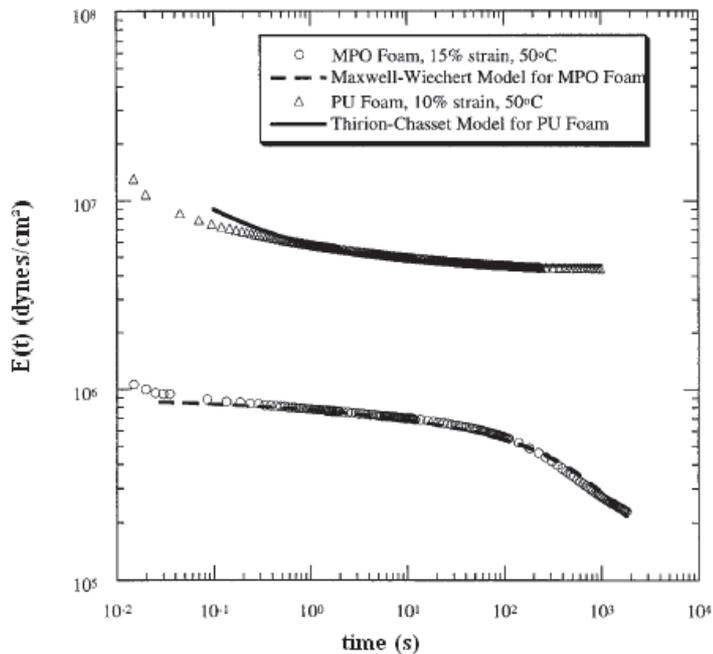
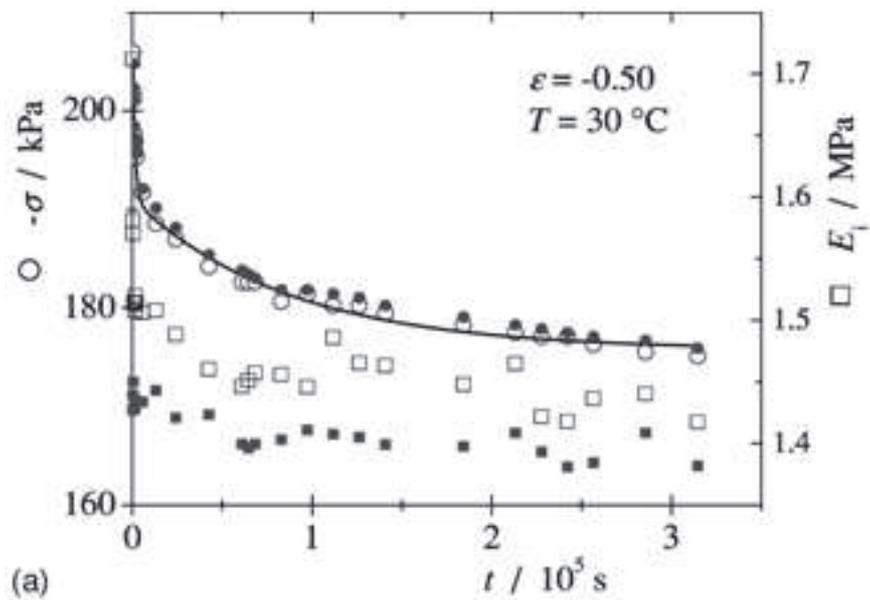
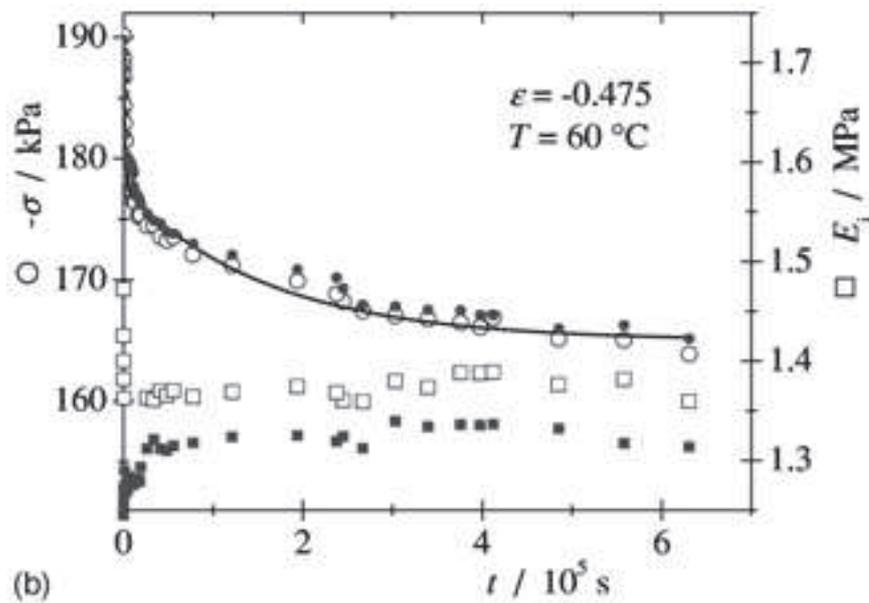


Figure 1.11. Contrainte de relaxation des mousse MPO [7].





**Figure 1.12.** Contrainte de relaxation des mousse RTV [20].

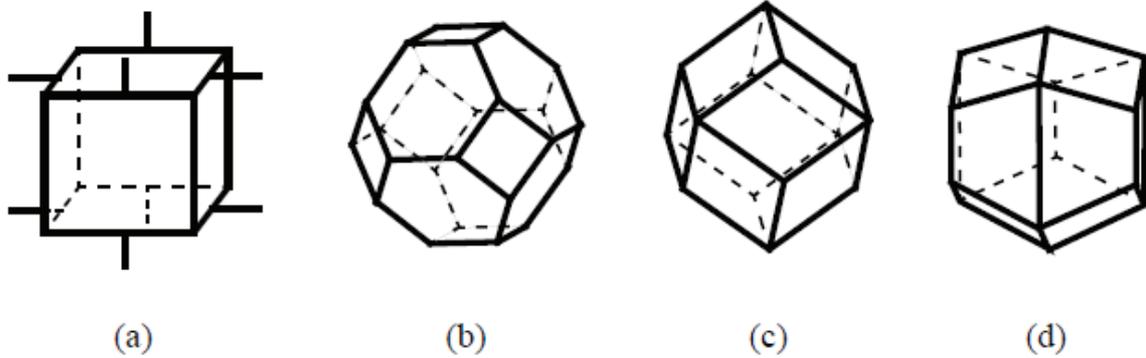
## 1.4 Mécanique des mousses

L'utilisation intensive des mousses dans les applications d'ingénierie, a motivé les nombreuses recherches pour une meilleure compréhension de leurs propriétés et de leurs comportements. Nombreux modèles analytiques et numériques ont été proposés par différents auteurs. Ces modèles tentent de trouver une relation entre les propriétés mécaniques générales de la mousse et ses caractéristiques microstructurales (la forme, la taille, la densité,..). La majorité des études entreprises sont axées sur les mousses à alvéoles ouvertes, mais certaines donnent des compléments pour les cas des cellules fermées.

### 1.4.1 Modèle régulier

L'analyse micromécanique, considère les mousses comme des assemblages de poutres interconnectées ou encastées représentant les arêtes auxquelles on peut rajouter des membranes minces modélisant les parois dans le cas des cellules fermées. Ces modèles réguliers sont des polyèdres réguliers et semi réguliers qui doivent être capable de s'assembler entre eux pour paver l'espace. D'après la littérature, la modélisation micromécanique des mousses, seulement quatre polyèdres ont été utilisés. Deux sont réguliers: le cube, et le dodécaèdre, et deux sont semi réguliers: le dodécaèdre rhombique et le tétrakaidécaèdrique (figure 1.13).

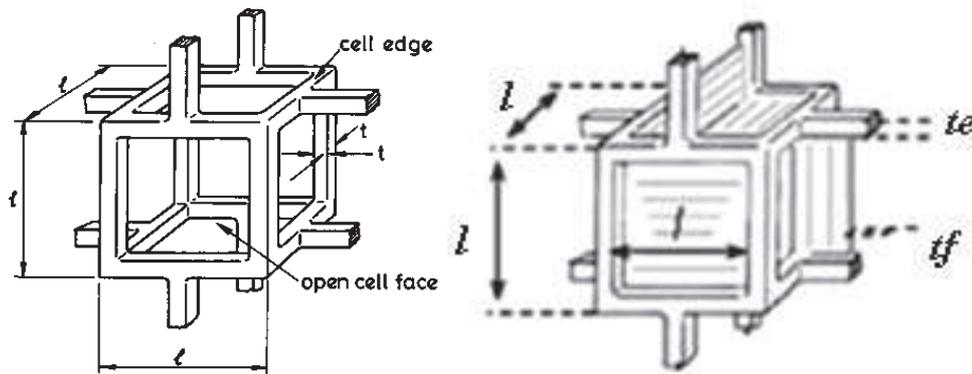
Dans ce qui suit, on s'intéresse à deux types de structures régulières: cellule élémentaire à forme cubique et cellule élémentaire à forme tétrakaidécaédrique.



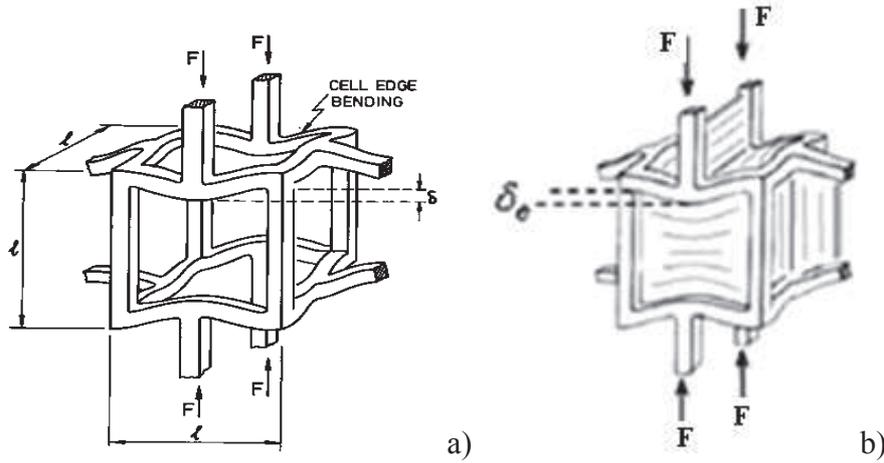
**Figure 1.13.** Modèles Réguliers, (a) Model cubique .(b) Tétrakaidécaèdre. (c) dodécaèdre rhombique. (d) dodécaèdre allongé.

1.4.1.1 *Modèle cubique*

La forme cubique a été proposée par Gibson et Ashby [25]. La figure 1.14 représente la cellule élémentaire. Les arêtes sont décrites par des poutres à section carrée de longueur  $l$  et d'épaisseur  $t$ . Dans le cas des mousses à cellules fermées, les parois sont représentées par des plaques d'épaisseur  $t_p$ . On notera le module d'Young et la densité respectivement  $E$  et  $\rho$ . Les indices m et d représentent respectivement la mousse et le matériau dense. Pour des mousses de faible densité ( $l \gg t$ ).



**Figure 1.14.** Cellule élémentaire proposée par Gibson et Ashby pour modéliser les mousses à a)cellules ouvertes. b) cellules fermées.



**Figure 1.15.** Déformation de la cellule élémentaire en régime élastique par flexion des arêtes(a) les mousses à cellules ouvertes et (b) cellules fermées [25].

- **Comportement linéaire élastique isotrope**

Le modèle de Gibson et Ashby [25] considère que les mousses à cellules ouvertes se déforment principalement par la flexion des arêtes dans le cas des petites déformations (régime élastique) (figure 1.15). Par contre dans le cas des mousses à cellules fermées, c'est le fléchissement des arêtes puis l'étirement des membranes constituant les faces de la cellule. La géométrie du cube est caractérisée par des poutres à section carrée de longueur  $l$  et d'épaisseur  $t$  ou  $t_p$  (épaisseur de la paroi).  $E$ ,  $\rho$  définis respectivement le module de Young et la densité. Les indices  $f$  et  $s$  représentent respectivement la mousse et le matériau de base. Pour des mousses de faible densité ( $l \gg t$ ), ils proposent la relation suivante:

$$\left( \frac{\rho_f}{\rho_s} \right)^2 \propto \left( \frac{t}{l} \right)^2 \quad (1.2)$$

La contrainte de flexion est

$$\sigma = F/l^2 \quad (1.3)$$

Où  $F$  est la force uniaxiale,

Si la déflexion de l'arête est donnée par  $\Delta \propto \epsilon l$ , alors

$$\epsilon \propto Fl^3 / (E_s I) \quad (1.4)$$

Le module de Young de la mousse est donnée donc par:

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} \propto \frac{F/l^2}{Fl^2/(E_s I)} \propto \frac{I}{l^2} \frac{E_s t^4}{l^2}$$

Ou bien

$$\frac{E_f}{E_s} \propto \frac{t^4}{l^4} \propto \left( \frac{\rho_f}{\rho_s} \right)^2 \quad (1.5)$$

Par conséquent, le module de Young, le module de cisaillement  $G_f$  et le coefficient de poisson  $\nu_f$  peuvent être calculés. Pour un comportement linéaire sous chargement uniaxial et le type de porosité, ils obtiennent:

- **cellules ouvertes**

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{E_f}{E_s} \cong C_1 \left( \frac{\rho_f}{\rho_s} \right)^2 \\ \frac{G_f}{E_s} \cong \frac{3}{8} \left( \frac{\rho_f}{\rho_s} \right)^2 \\ \nu_f \cong \frac{C_1}{C_2} - 1 \end{array} \right. \quad (1.6)$$

Où  $C_1$  et  $C_2$  sont des constantes qui dépendent de la géométrie de la cellule. Par calage avec des données expérimentales de différentes densités relatives ils obtiennent,  $C_1 \cong 1, C_2 \cong \frac{3}{8}$ .

- **cellules fermées**

En tenant compte de la pression du gaz piégé dans la cellule, et après calage avec des données expérimentales, ils obtiennent:

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{E_f}{E_s} \approx \Phi^2 \left( \frac{\rho_f}{\rho_s} \right)^2 + (1-\Phi) \frac{\rho_f}{\rho_s} + \frac{p_0(1-2\nu_f)}{E_s \left( 1 - \rho_f/\rho_s \right)} \\ \frac{G_f}{E_s} \approx \left\{ \begin{array}{l} \Phi^2 \left( \frac{\rho_f}{\rho_s} \right)^2 \\ + (1-\Phi) \frac{\rho_f}{\rho_s} \end{array} \right. \\ \nu_f \approx \frac{1}{3} \end{array} \right. \quad (1.7)$$

où  $p_0$  est la pression du gaz dans les cellules et  $\Phi$  est la fraction du solide contenu dans les arêtes des cellules, alors que  $(1-\Phi)$  est la fraction du solide contenu dans les parois.

Pour les mousses à cellules fermées, Gibson et Ashby [25] considèrent que la contribution des parois est très inférieure à la contrainte générée par la pression du gaz à l'intérieur des cellules. Il en résulte une relation qui ne tient compte que de la contribution des arêtes et du gaz emprisonné dans les cellules. L'effondrement plastique apparaît quand le moment exercé par la force  $F$  dépasse le moment plastique des arêtes [25].

• **Comportement élastique non-linéaire**

L'élasticité linéaire est limitée pour de petites déformations, typiquement de l'ordre de 5% ou moins. Les mousses élastomères peuvent être étirées ou comprimées à de grandes déformations. Cette déformation reste recouvrable (et donc élastique) mais non linéaire.

Le modèle cubique est utilisé pour prédire le comportement des mousses à cellules ouvertes en grande déformation. Quand les déformations en traction deviennent suffisamment grandes (excède une valeur de 0,3). Les arêtes s'orientent dans la direction de la charge. :

Par conséquent, la déformation axiale des arêtes domine de plus en plus la réponse de la mousse. Le module tangent de la zone élastique est donné par:

$$\frac{E_f}{E_s} = C_2 \left( \frac{\rho_f}{\rho_s} \right)^2 \quad (1.8)$$

Gibson et Ashby [25] ont estimé la constante  $C_2$  à 1. En traction l'équation (1.8) traduit la relation directe de la déformation macroscopique de la mousse et la déformation des arêtes. En compression Gibson et Ashby [25], ont introduit dans leur modèle, selon le type de mousse considérée, deux types de déformations non linéaires.

▪ **l'effondrement élastique** dû et au flambage des poutres (figure 1.16.a), dont a force critique de flambage est donné par la formule d'Euler:

$$F_{crit} = \frac{n^2 \cdot \pi^2 \cdot E_s \cdot I}{l^2} \quad (1.9)$$

La contrainte correspondante  $\sigma_{el}$  est donné par

$$\sigma_{el} \propto \frac{F_{crit}}{l^2} \propto \frac{E_s \cdot I}{l^4} \quad (1.10)$$

Ce qui donne pour une *mousse élastomérique*

• **À cellules ouvertes**

$$\frac{\sigma_{el}}{E_s} \propto C_3 \left( \frac{\rho_f}{\rho_s} \right)^2 \quad (1.11)$$

Une amélioration et une correction a été apporté sur la densité relative (pour  $\rho_f / \rho_s > 0,3$ ):

$$\frac{\sigma_{el}}{E_s} \propto C'_3 \left( \frac{\rho_f}{\rho_s} \right)^2 \left( 1 + \left( \frac{\rho_f}{\rho_s} \right)^{0,5} \right)^2 \quad (1.12)$$

Où  $C_2 \cong 0,05$  et  $C'_3 \cong 0,03$  sont estimés à partir des données expérimentales.

- **À cellules fermées**

Quand les mousses à cellules fermées s'écroulent élastiquement, le fluide dans la cellule est comprimé. Cela change chacune des contraintes élastiques d'effondrement  $\sigma_{el}$  et le comportement en post-flambement.

Considérons l'initiation de l'effondrement dans la mousse ou le fluide est emprisonné: La pression initiale du fluide est  $p_0$  et la pression atmosphérique est  $p_{at}$ . Si  $p_0$  est supérieur à  $p_{at}$ , la différence de pression ( $p_0 - p_{at}$ ) met les arêtes et les faces de la cellule en tension. Ils ne peuvent donc pas flamber jusqu'à ce que la contrainte appliquée dépasse cette tension et la charge critique de flambement des arêtes des cellules, il vient

$$\frac{\sigma_{el}}{E_s} \propto 0,05 \left( \frac{\rho_f}{\rho_s} \right)^2 + \frac{(p_0 - p_{at})}{E_s} \quad (1.13)$$

Celle-ci devient après des corrections sur la densité relative:

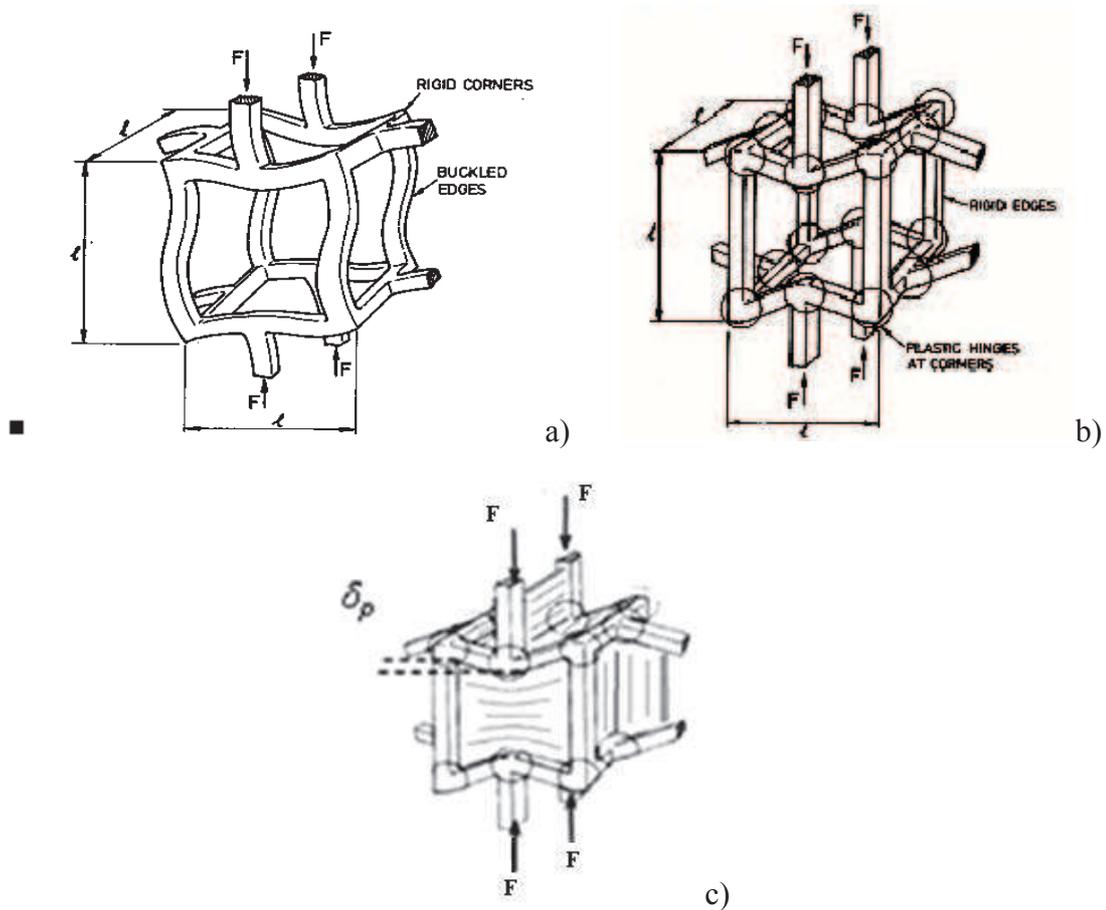
$$\frac{\sigma_{el}}{E_s} \propto 0,03 \left( \frac{\rho_f}{\rho_s} \right)^2 \left( 1 + \left( \frac{\rho_f}{\rho_s} \right)^{0,5} \right)^2 + \frac{(p_0 - p_{at})}{E_s} \quad (1.14)$$

- **L'effondrement plastique** qui est dû à l'apparition de rotules plastiques au niveau de la jonction des arêtes (figure 1.16.b). Dans le cas des mousses élastoplastiques.

- **À cellules ouvertes**

$$\frac{\sigma_{el}}{E_s} \approx 0,3 \left( \frac{\rho_f}{\rho_s} \right)^{3/2} \quad (1.15)$$

Avec  $\sigma_{pl}$  est la contrainte d'effondrement plastique du matériau cellulaire et  $\sigma_{ys}$  est la limite élastique du matériau constitutif.



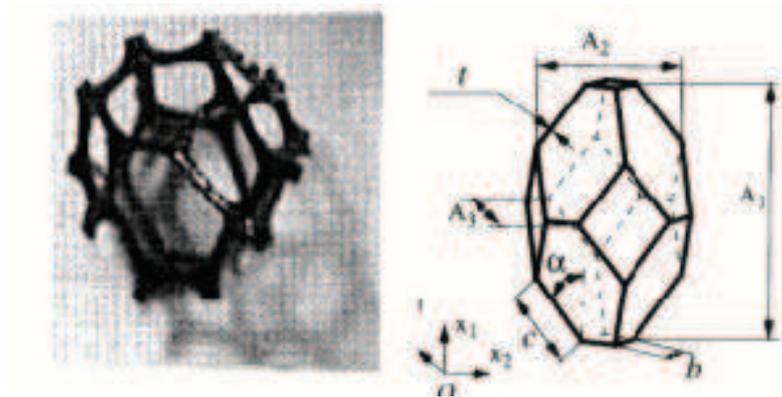
**Figure. 1.16.** Déformation de la cellule élémentaire en régime non-linéaire (a) par flambage élastique et (b), (c) par écroulement plastique [25].

- **À cellules fermées**

$$\frac{\sigma_{pl}}{\sigma_{ys}} = 0,3 \left( \Phi \frac{\rho_f}{\rho_s} \right)^{3/2} + 0,4(1-\Phi) \frac{\rho_f}{\rho_s} + \frac{(p_0 - p_{at})}{\sigma_{ys}} \quad (1.16)$$

1.4.1.2 *Modèle tétrakaidécaédrique*

Un autre modèle très répandu, est le tétrakaidécaèdre .il est l'un des 13 polyèdres semi-réguliers décrit par Archimède.il est composée de 14 faces dont 6 faces carrées et 8 faces hexagonales, est très proche de certaines structures réelles notamment celles des mousses polymères à très faible densité.



**Figure 1.17.** Cellule élémentaire de forme tétrakaidécaédrique.

Le modèle tétrakaidécaédrique a attiré beaucoup de chercheurs comme Dement'ev and Tarakanov [16], qui sont les premiers à avoir étudié le comportement élastique de cette structure à cellules ouvertes. Dans leur travail, ils ont considéré des arêtes à section carrée, ils obtiennent alors:

$$\frac{E_f}{E_s} = \frac{2 + \frac{t}{l}}{18} \left( \frac{\rho_f}{\rho_s} \right) \quad (1.16)$$

Les études menées par Zhu et al. [49] considèrent un arrangement tétrakaidécaédrique, dont les arêtes sont à section triangulaire:

$$\frac{E_f}{E_s} = \frac{0,726 \left( \frac{\rho_f}{\rho_s} \right)^2}{1 + 1,09 \left( \frac{\rho_f}{\rho_s} \right)} \quad (1.17)$$

Qui est plus pratique que celle de Dament'ev et tarakanov, parcequ'elle ne présente pas les éléments géométriques ( $t$ ,  $l$ ) de la microstructure de la mousse. Le même modèle ayant des brins à bordure plateau -Gibbs prévoit un module relatif plus élevé que le modèle à section triangulaire:

$$\frac{E_f}{E_s} = \frac{1,009 \left( \frac{\rho_f}{\rho_s} \right)^2}{1 + 1,514 \left( \frac{\rho_f}{\rho_s} \right)} \quad (1.18)$$

Les travaux concernant les structures tétrakaidécaédriques fermées, ont été réalisés par des méthodes numériques (approche éléments finis). Parmi ces travaux celles de Mills et Zhu [21], qui ont établis des équations qui décrivent les propriétés mécaniques aux grandes déformations. En utilisant ce modèle Simone et Gibson [11], Shulmeister [45] ont étudié par une simulation numérique l'influence de la distribution de la matière contenue dans les arêtes par rapport à celle contenue dans les parois sur les propriétés mécaniques. Ils trouvent que la déformation des arêtes est négligeable face à celles des parois.

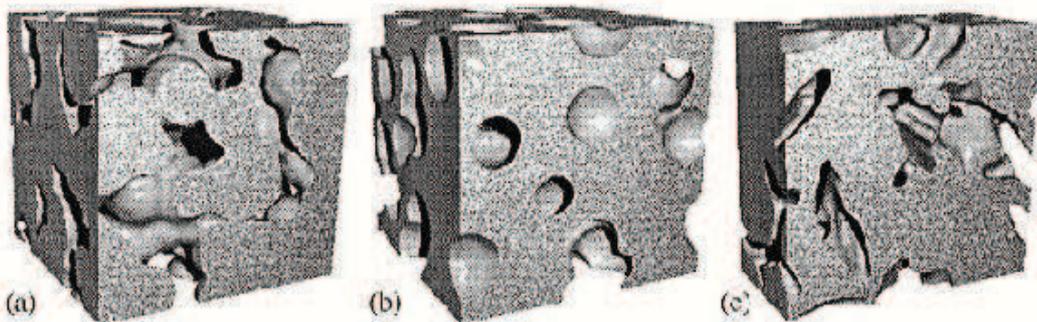
## 1.4.2 Modèles irréguliers et numériques

Dans le cas des modèles régulier, les propriétés mécaniques mesurées de la mousse ne dépendaient que de la densité relative. Ne tenant pas ainsi compte de la dispersion que présente la mousse (la taille, la forme et la morphologie), ces microstructures influent considérablement sur les propriétés mécaniques [25]. Ainsi d'autres modèles ont été proposés, qui sont beaucoup plus réalistes de l'architecture de la mousse. Deux méthodes ont été établies pour construire la microstructure de la cellule.

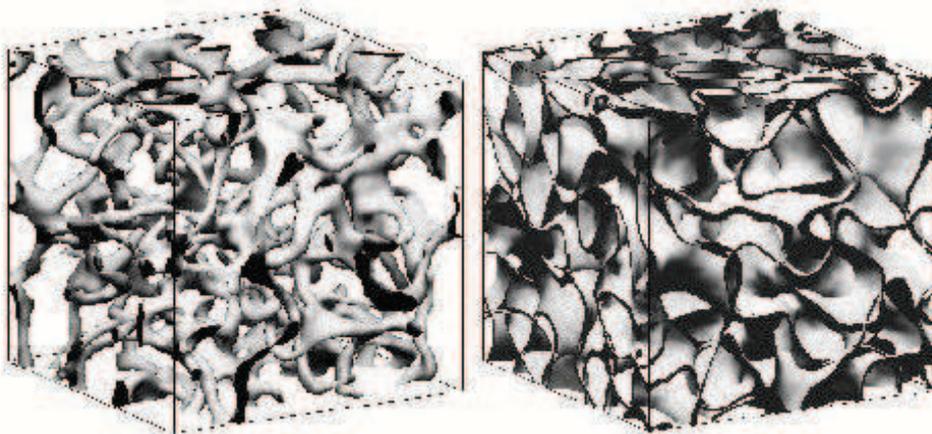
### 1.4.2.1 Modèles de structure irréguliers

La première qui consiste à générer numériquement des structures alvéolaires en contrôlant la forme et la dispersion de leurs tailles. Cela a été le cadre de travail de Roberts et Garboczi [35] qui ont utilisé deux méthodes: une qui consiste à placer des objets dans un espace borné appelée le schéma Booléen (figure 1.18), l'autre méthode utilise le champ gaussien aléatoire, où la structure est obtenue à partir de l'intersection ou de l'union de deux constructions CGA (figure 1.19). Tandis que la tessellation de voronoï est une distribution spatiale de points, appelés sites ou germes. Au voisinage de chaque point, il existe une région qui est plus proche de ce dernier que de tous les autres (figure 1.20). Les mousses à cellules ouvertes et fermées ont pu être obtenues.

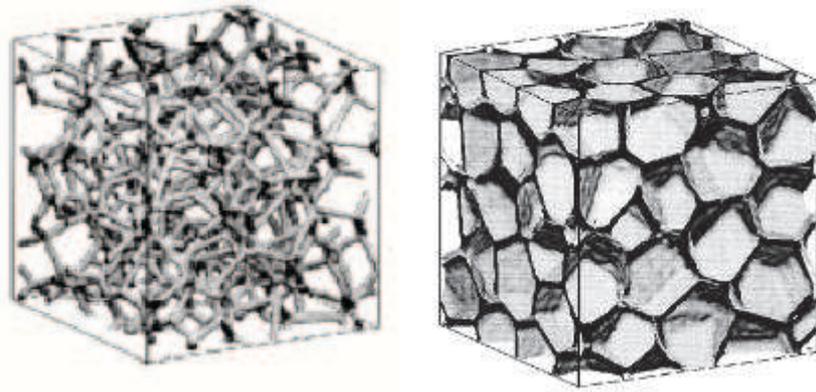
Les auteurs [22, 50] ont utilisé la tessellation de voronoï pour étudier le comportement en fluage des cellules fermées et ouvertes. Zhu et al. [51], avait comme objectif l'étude des effets d'irrégularités des cellules sur les propriétés élastique des mousses à cellules ouvertes. Le modèle 3D utilisé est généré par tessellation de voronoï. Leurs résultats montrent que le module de Young effectif et le module de cisaillement croit avec l'augmentation du degré de l'irrégularité, alors que le module de compression diminue. Quoique ces modèles apparaissent les plus proches et les plus représentatifs de la mousse, mais ils ne peuvent pas être analysés facilement à cause de leur géométries complexes.



**Figure. 1.18** : Modèle booléen avec différents types d'inclusions : (a) inclusion sphérique inversée, (b) inclusion sphérique et (c) inclusion ellipsoïdale [3].



**Figure. 1.19** Modèles de mousse à cellules ouvertes et à cellules fermées construits par la méthode du champ gaussien aléatoire [3].



**Figure. 1.20.** Modèles de mousse à cellules ouvertes et à cellules fermées construits par tessellation voronoï. [35].

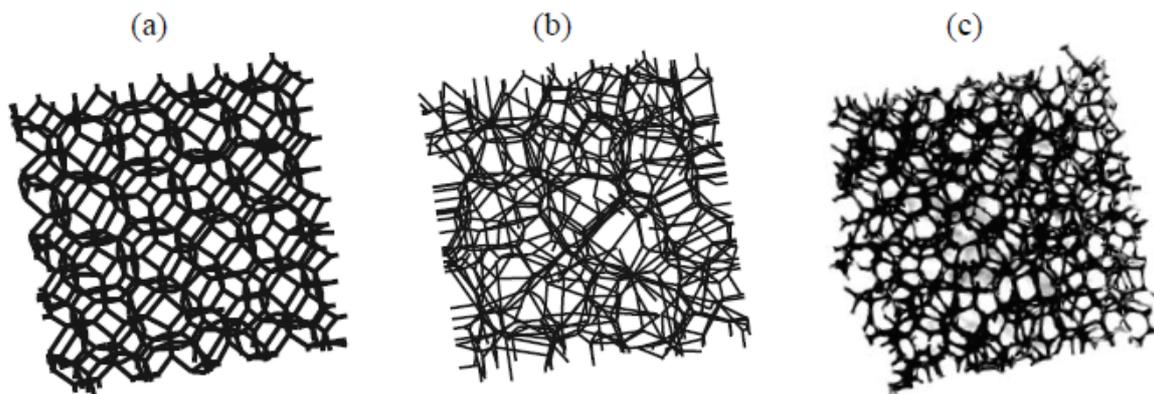
La deuxième méthode est une exploitation de l'image 3D réelle de la mousse obtenue par tomographie à rayon X. Par cette technique il est possible d'avoir accès numériquement à des modèles réels permettant une exploitation directe de la géométrie de la cellule, cette méthode a été l'objet des travaux de Elliott *et al.*[13]. Par son travail original, Souhail *et al.*[42] ont réalisé un modèle élément fini d'une structure cellulaire réelle. Le groupe a examiné la microstructure de la mousse polyuréthane sous un essai de compression in situ. Ils ont utilisé le logiciel Amira pour construire le modèle élément fini, puis l'analyse a été réalisée par ABAQUS.

#### 1.4.2.2 Modélisation par élément finis

Dans cette méthode, deux modèles sont utilisés: éléments structuraux (poutres et plaque), et éléments volumiques (hexaèdres et tétraèdre).

##### • Modélisation par éléments structuraux

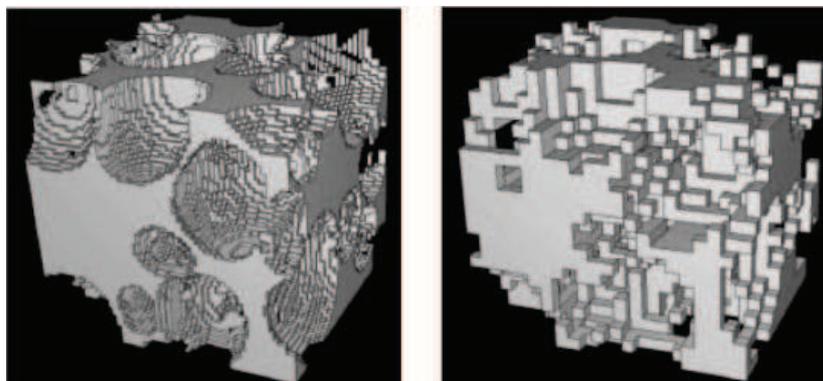
Le maillage de la cellule se fait par éléments poutres dans le cas des mousses à cellules ouvertes et les parois par éléments plaques dans le cas des cellules fermées. Ce type de maillage est adopté beaucoup plus au maillage du modèle de Voronoï et de manière plus générale à la modélisation des matériaux cellulaires de très faible densité. Dans sa thèse Shulmeister [41] a réalisé des modèles numériques de mousse ouverte développé par Van der Burg (figure 1.21). Shulmeister a conclu qu'à faible déformation les poutres se déforment par flexion, et à grande déformation les poutres subissent un flambage élastique.



**Figure. 1.21.** Dallage tridimensionnel de Voronoi (a) ordonné, (b) avec un facteur de désordre et (c) mousse réelle à cellule ouverte [41].

#### • Modélisation par éléments volumiques

Cette méthode, communément appelée méthode voxel/élément, est basée sur un maillage direct de l'image tomographique en tirant directement profit de la description numérique de l'image sous forme de voxels. Dans un premier temps l'image est traitée de façon à distinguer les deux domaines: la matrice et le vide. Par la suite chaque voxel appartenant à la matrice est retranscrit sous forme d'un élément cubique. De ce fait, tous les éléments du maillage auront la même dimension correspondant à la résolution de l'image initiale, de même que le maillage aura les dimensions du volume initial de l'image tomographique. Tous les éléments ainsi construits sont par la suite affectés de la même loi de comportement correspondant à celle du matériau dense. Malgré cet aspect attrayant d'une analyse numérique sur des structures réelles, cette méthode présente l'inconvénient d'être gourmande en moyens de calcul. Plusieurs approches ont donc été entreprises afin de surmonter cette difficulté [42].



**Figure. 1.22.** Maillage voxel/élément d'un même volume à différentes résolutions [42].

## 1.5 Position du problème et technique adoptée

A partir de ce qui a été décrit dans la littérature, le comportement mécanique des matériaux type mousse reste encore loin d'être complètement compris. On a présenté les différentes caractéristiques que présentent les matériaux cellulaires tels que: leur taille, leur forme ainsi que leurs propriétés mécaniques. L'étude de ces matériaux ne doit se faire qu'à partir de trois échelles: macro, méso, et micro correspondant respectivement au matériau dans son ensemble, à l'arrangement des cellules et aux matériaux constituant les parois. Chaque échelle est d'une importance dans l'étude du comportement de la mousse. Toujours selon les études menées par les auteurs sur le comportement de la mousse, celle-ci est influencée par deux paramètres, la matrice et sa densité relative. Les expériences réalisées sur les mousses présentent différents mécanismes de déformations. Ceci dépend du mode de sollicitation ainsi que de la nature du matériau constituant et de l'architecture des cellules. Il a été observé une diversité de mécanismes comme la flexion, la compression, la traction élastique des arêtes et des parois mais aussi le flambage élastique et plastique. Des modèles ont été développés pour déterminer les propriétés mécaniques monotones, tel que les modèles éléments finis 3D faisant intervenir la fluctuation de densité au sein de la mousse. L'autre méthode se base sur la génération numérique aléatoire ou reproduisant des structures de mousse réelles. Ces modèles offrent une potentialité de prévision des inhomogénéités de déformation au sein du matériau cellulaire. L'autre technique est celui de la tomographie à rayon X, celle-ci permet de fournir une image 3D réelle de la mousse. Cette image sera traitée par la suite par des logiciels de traitement d'image.

Quoique les études paraissent très abondantes sur les matériaux cellulaires, les mousses polymères à cellules fermées n'ont pas pris une part plus importante. Cela est dû principalement à la complexité des cellules fermées par rapport aux cellules ouvertes. Concernant la mousse PVDF, nous n'avons trouvé qu'une seule étude portant sur l'absorption acoustique de celle-ci. D'un point de vue expérimental, aucune étude traitant son comportement mécanique même sous le chargement le plus étudié qui est la compression. De là vient s'ajouter notre contribution, où nous avons donc choisi, d'explorer le comportement mécanique de la mousse PVDF à cellules fermées et la mousse polyuréthane à cellules ouvertes conventionnelle et auxétiques sous sollicitation monotone. Seule les mousses PVDF ont été testées en fatigue cyclique (compression et traction) et non cyclique (relaxation).

## Références

- [1] <http://pi.sirris.be/PI/newsItem.aspx?id=5644&LangType=2060>. Consulté le 25 mai 2011.
- [2] Abderrezak Bezazi and Fabrizio Scarpa. Mechanical behaviour of conventional and negative Poisson's ratio thermoplastic polyurethane foams under compressive cyclic loading. *International Journal of Fatigue*, 29:922–930., 2007.
- [3] Roberts A.P. and Garboczi E.J. Computation of the linear elastic properties of random porous materials with a wide variety of microstructure. *ROYAL SOC LONDON*, 458:1033–1054, 2002.
- [4] Choi J. B. and Lakes R. S. Nonlinear properties of metallic cellular materials with a negative poisson's ratio. *Journal of materials science*, 27:5373–5381, 1992.
- [5] Choi J. B. and Lakes R. S. fracture toughness of re-entrant foam materials with a negative poisson's ratio: experiment and analysis. *International journal of fracture*, 80(1):73–83, 1996.
- [6] Abderrezak Bezazi and Fabrizio Scarpa. Tensile fatigue of conventional and negative poisson's ratio open cell PU foams. *International Journal of fatigue*, 31(3):488–494, 2009.
- [7] Chinmay U. Bhatt, Joseph R. Royer, C. Robin Hwang, and Saad A. Khan. Compressive stress relaxation of metallocene-based polyolefin foams: Effect of gamma-ray-induced crosslinking. *Journal of Polymer Science: Part B: Polymer Physics*, Vol. 37:1045–1056, 1999.
- [8] Michel Biron. Polymères alvéolaires: Monographies et transformation. *Techniques de l'Ingénieur, traité Plastiques et Composites AM 3 551*.
- [9] Michel Biron. Polymères alvéolaires: Présentation et propriétés. *Techniques de l'Ingénieur, traité Plastiques et Composites AM 3 550*.
- [10] Alexandre Desforges. *Nucléation et croissance de nanoparticules métalliques dans une matrice organique poreuse : application à la catalyse*. PhD thesis, Ecole doctorale des sciences chimiques. Université Bordeaux I, 2004.
- [11] Simone A. E. and Gibson L. J. Effects of solid distribution on the stiffness and strength of metallic foams. *Acta materialia*, 46(6):2139–2150, 1998.

- [12] Flores-Johnson E.A., Li Q.M., and Mines R.A.W. Degradation of elastic modulus of progressively-crushable foams in uniaxial compression. *Journal of Cellular Plastics*, pages 415–434, September 2008.
- [13] Hobdell J. R. Eeckhaut G. Oldman R. J. Ludwig W. Boller E. and Cloetens P. Baruchel J. Elliott J. A., Windle A. H. In-situ deformation of an open-cell flexible polyurethane foam characterised by 3D computed microtomography. *Journal of materials science*, 37(8):1547–1555, 2002.
- [14] Cocks A. C. F. and Ashby M. F. Creep-buckling of cellular solids. *Acta materialia.*, 48:3395–3400, 2000.
- [15] Fabrizio S., Giacomini J., Zhang Y., and Pastorino P. Mechanical performance of auxetic polyurethane foam for antivibration glove applications. *Cellular polymers*, 24(5):253–268, 2005.
- [16] Dement'ev A. G. and Tarakanov O. G. Model analysis of the cellular structure of plastic foams of the polyurethane type. *Mechanics of Composite Materials Volume 6, Number 5, 744-749*, 6(5):744–749, 1970.
- [17] Carmine Pappalettere Giuseppe Demelio, Katia Genovese. An experimental investigation of static and fatigue behaviour of sandwich composite panels joined by fasteners. *Composites Part B: Engineering*, 32(4):299–308, 2001.
- [18] Joseph N. Grima, Ruben Gatt, Naveen Ravirala, Andrew Alderson, and Evans K.E. Negative poisson's ratios in cellular foam materials. *Materials Science and Engineering*, 423:214–218, 2006.
- [19] Ramakrishna S.; Hamada H.; Nishiwaki M. Bolted joints of pultruded sandwich composite laminates. *Composite structures*, 32(1-4):227–235, 1995.
- [20] Roland H. Horst, Thomas S. Stephens, James E. Coons and Henning Winter H. Compression stress relaxation apparatus for the long-time monitoring of the incremental modulus. *Review of Scientific Instruments*, 74(11):4737–4744, November 2003.
- [21] Mills N. J. and Zhu H. X. The high strain compression of closed-cell polymer foams. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 47(3):669–695, March 1999.

- [22] Huang J.-S. and Gibson L.J. Creep of open-cell voronoi foams. *Materials Science and Engineering A*, 339(1-2):220–226, 2003.
- [23] Banhart John. Manufacture, characterisation and application of cellular metals and metal foams. *Progress in materials science*, 46(6):559–632, 2001.
- [24] Arthur H. Landrock. *Handbook of plastic foams types, properties, manufacture and applications*. Park Ridge, New Jersey, U.S.A., 1995.
- [25] Gibson L.J. and Ashby M.F. *Cellular Solids - Structure and properties*. Cambridge University Press, 2nd edition, 2001.
- [26] Bianchi M., Scarpa F., Banse M., and Smith C.W. Novel generation of auxetic open cell foams for curved and arbitrary shapes. *Acta Materialia*, 59:686–691, 2011.
- [27] Burman M. and Zenkert D. Fatigue of foam core sandwich beams, part i: Undamaged specimens. *International Journal of Fatigue*, 19(07):551–561, 1997.
- [28] Burman M. and Zenkert D. Fatigue of foam core sandwich beams, part ii: Effect of initial damages. *International Journal of Fatigue*, 19(07):563–578, 1997.
- [29] Christensen R. M. Mechanics of cellular and other low-density materials. *International Journal of Solids and Structures*, 37:93–104, 2000.
- [30] Harte A. M., Fleck N.A., and Ashby M.F. Fatigue failure of an open and a closed cell aluminium alloy foam. *Acta Materialia*, 47(8):2511–2524, 1999.
- [31] Pampolini G. and Raous M. Simulation numérique du comportement des mousses polymériques sous compression cyclique. *10e Colloque National en Calcul des Structures*, 9-13 Mai 2011.
- [32] Fleck N. A. McCullough K. Y.G. and Ashby M. F. Uniaxial stress-strain behaviour of aluminium alloy foams. *Acta materialia A*, 47(8):2323–2330, 1999.
- [33] Ashby M.F. and R. E Mehl Medalist. The mechanical properties of cellular solids. *Metallurgical transactions A*, 14A:1756–1769, 1983.
- [34] Martz E. O., Lee T., Lakes R. S., Goel V. K., and Park J. B. Re-entrant transformation methods in closed cell foams. *Cellular Polymers*, 15:229–249, 1996.
- [35] Roberts A. P. and Garboczi E. J. Elastic moduli of model random three-dimensional closed-cell cellular solids. *Acta materialia*, 49(2):189–197, 2001.

- [36] Thomas Pontiff. *Foam Extrusion: Principles and Practice*, chapter Foaming Agents for Foam Extrusion. S.T. Lee. CRC PRESS, 2000.
- [37] Lakes R.S. and Elms K. Indentability of conventional and negative poisson's ratio. *Journal of composite materials*, 27:1193–202., 1993.
- [38] Friis E. A. and Lakes R. S. and Park J. B. Negative poisson's ratio polymeric and metallic foams. *Journal of Materials Science*, 23:4406–4414, 1988.
- [39] Lakes R. S. Foam structures with a negative poisson's ratio. *Science*, 235:1038–1040, 1987.
- [40] Lakes R. S. Design considerations for negative poisson's ratio materials. *Journal of Mechanical Design*, 115:696–700, 1993.
- [41] Vladimir Shulmeister. *Modelling of the Mechanical Properties of Low-Density Foams*. PhD thesis, 1998.
- [42] Youssef Souhail. *Etude par tomographie X et modélisation par éléments finis du comportement mécanique des mousses solides*. PhD thesis, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2004.
- [43] Lee S.T. *Polymeric foams: mechanisms and materials*, chapter Introduction: Polymeric Foams, Mechanisms and Materials. Lee S.T. CRC PRESS, 2004.
- [44] Ramamurty U. and Paul A. Variability in mechanical properties of a metal foam. *Acta Materialia*, 52(4):869–876, 2004.
- [45] Shulmeister V., Van Der Burg M. W. D., Van Der Giessen E., and Marissen R. A numerical study of large deformations of low-density elastomeric open-cell foams. *Mechanics of materials*, 30(2):125–140, 1998.
- [46] Andrews E. W., Huang J.S., and Gibson I.J. Creep behavior of a closed-cell aluminium foam. *Acta materialia.*, 47(10):2927–2935, 1999.
- [47] Smith C. W., Grima J. N., and Evans K. E. A novel mechanism for generating auxetic behaviour in reticulated foams: Missing rib foam model. *Acta materialia*, 48(17):4349–4356, 2000.
- [48] [www.ergaerospace.com](http://www.ergaerospace.com). Consulté le 26 mai 2011.

- [49] Zhu H. X., Knott J. F., and Mills N. J. Analysis of the elastic properties of open-cell foams with tetrakaidecahedral cells. *Journal of the mechanics and physics of solids*, 45(3):319–343, 1997.
- [50] Zhu H. X. and Mills N. J. Modelling the creep of open cell polymer foams. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 47(7):1437–1457, 1999.
- [51] Zhu H. X., Hobdell J. R., and Windle A. H. Effects of cell irregularity on the elastic properties of open-cell foams. *Acta materialia*, 48(20):4893–4900, 2000.
- [52] Shen Y., Golnaraghi F., and Plumtree. Modelling compressive cyclic stress-strain behaviour of structural foam. *International Journal of fatigue*, 23:491–497, 2001.
- [53] Sugimura Y., Rabie A. I, Evans A.G., Harte A.M., and Fleck N.A. Compression fatigue of a cellular al alloy. *Materials Science and Engineering*, A269:38–48, 1999.
- [54] Jin Yuan Lin and Jong shin Huang. Stress relaxation of cellular materials. *Journal of Composite Materials*, 39:233–245, 2005.
- [55] Dan Zenkert and Magnus Burman. Tension, compression and shear fatigue of a closed cell polymer foam. *Composites Science and Technology*, 69(6):785–792, 2009.

*Chapitre 2:*

*Etude Expérimentale sous chargement quasi-statique*

## **Etude expérimentale sous chargement quasi-statique**

### **2.1. Introduction**

Afin d'utiliser efficacement et en toute confiance le matériau à des fins structurelles, il est essentiel d'avoir une connaissance fiable des propriétés du matériau et de son comportement. Lorsque les propriétés d'un matériau de structure ne sont pas connues ou mal représentées, il y aura une utilisation potentielle inappropriée et catastrophique, occasionnant des conséquences dangereuses. Comme évoqué dans l'introduction les mousses polymères présentent des caractéristiques très intéressantes pour une large gamme d'application. La caractérisation du comportement de ces mousses au vu d'un usage particulier ne peut donc se faire sans une connaissance de l'application, à savoir le mode de sollicitation visé. Cette connaissance permettra de définir à partir d'une campagne d'essais de laboratoire aussi représentative que possible, les mécanismes de déformations. Des essais mécaniques rigoureux doivent être réalisés afin de mieux comprendre le comportement de la mousse dans des scénarios courants de charge structurale. Le choix du type d'essais a été fait en fonction des sollicitations mécaniques que subies au cours d'utilisation. Comme nous l'avons explicité auparavant dans l'introduction, les mousses en générale subit des efforts de compression, de traction et des efforts de fatigue.

Ce chapitre est consacré à la première partie expérimentale de la thèse, nous présentant dans un premier temps le mode d'obtention et les propriétés physiques de la mousse PVDF et les mousses PU blanches et grises. Puis, nous analysons leurs propriétés mécaniques en compression et en traction quasi statique.

## 2.2. Procédé de fabrication des mousses en étude

### 2.2.1. Mousses PVDF

Zotefoams plc est le principal fabricant mondial de mousses réticulées en bloc. Ses produits interviennent sur des marchés très diversifiés, notamment sports et loisirs, emballage, transport, santé, jouet, bâtiment, marine et militaire [1]. Faisant appel à un procédé de fabrication exclusif, la société produit des mousses présentant des propriétés contrôlées de résistance, homogénéité, qualité et pureté, supérieures aux mousses produites par d'autres méthodes [1].

ZOTEK F 30, ZOTEK F 40 HT et ZOTEK 74 HT sont destinés à être utilisés dans les avions commerciaux, d'affaires et l'industrie militaire et aérospatiale. Plusieurs approbations OEM (par exemple, BMS 8-371A, l'OTAN et la NASA) ont été acquies. ZOTEK® est la gamme de mousse haute performance de Zotefoams, fabriquées à partir de fluoropolymères et de thermoplastiques de précision. La mousse de l'étude est ZOTEK F 40 HT [1].

La mousse PVDF sont à base du Polyfluorure de vinilydène (PVDF) qui est un thermoplastique industrielle semi cristallin, opaque et blanc. Il a une bonne résistance aux températures ainsi qu'une bonne résistance chimique ainsi qu'une bonne résistance à l'abrasion et aux radiations. Il est quelque peu plus rigide et résistant que la majorité des fluoropolymères. Sa molécule est fortement dipolaire qui en résulte des propriétés pyro et piézo électrique intéressantes. Le procédé de fabrication de la mousse PVDF comporte trois étapes essentielles (figure 2.1) [1]:

#### a) Mélange, extrusion et réticulation

Le polymère est mélangé en ligne avant d'être extrudé pour former une plaque. Cette plaque est ensuite réticulée, ce qui renforce la robustesse de ce matériau ainsi que sa durabilité et sa résistance thermique. Ce procédé de réticulation consiste en fait à former une structure qui ressemble à un maillage au niveau moléculaire. Il offre des avantages dans de nombreux domaines comme, par exemple, le moulage à chaud. En effet, les mousses réticulées peuvent être comprimées ou étirées dans une grande fenêtre de températures de transformation; lorsque ces mousses refroidissent, elles conservent leur forme. (Les matériaux non réticulés s'écraseraient et fondraient à ces températures). Cette plaque est ensuite découpée en formats prêts pour l'étape en solution gazeuse [1].

**b) Imprégnation et saturation**

Les plaques en matière plastique sont placées sur un système d'acheminement qui alimente des autoclaves hautes pressions. Les plaques y atteignent une température supérieure à leur point de ramollissement, dans une atmosphère contenant de l'azote pur. L'échauffement à une température pouvant atteindre 250°C s'associe à une pression pouvant s'élever à 670 bars pour dissoudre l'azote gazeux et l'intégrer à la structure moléculaire de la matière plastique ramollie. Le refroidissement final retient l'azote dans la matière plastique [1].

**c) Expansion finale**

Les plaques chargées d'azote sont placées dans un autoclave basse pression qui amène une nouvelle fois ce matériau à une température supérieure à son point de ramollissement sous pression gazeuse modérée. Lorsque cette pression est éliminée, l'azote subit une expansion qui provoque un moussage uniforme de la matière plastique ramollie. Cette technique d'obtention des mousses PVDF est propre à la firme Zotefoam [1].

**2.2.2. Mousses auxétiques**

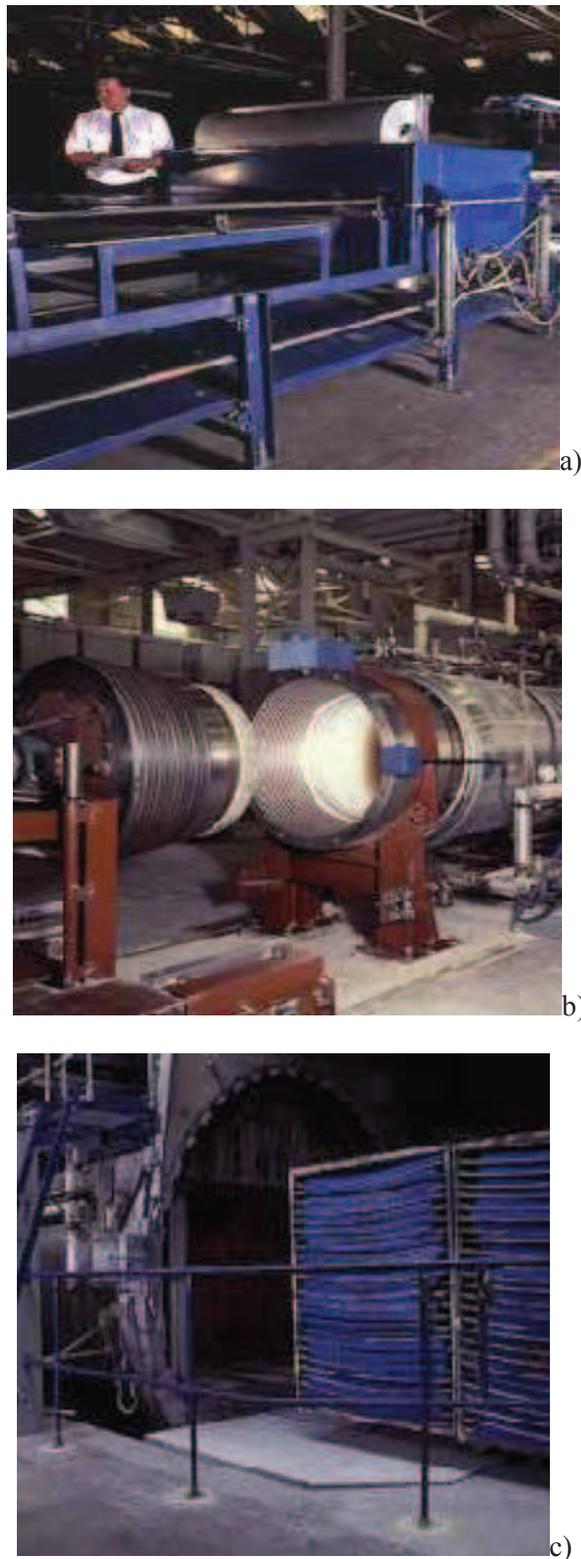
Les échantillons de mousses auxétique grises sont obtenus à partir des mousses polyuréthane conventionnelles grises à cellules ouvertes. Cette mousse est fournie par McMaster Carr Co., Chicago, IL.

La mousse polyuréthane blanche est une mousse de fabrication locale (Algérienne). Elle est transformée en structure réentrante selon le processus décrit par [7]. En appliquant une compression radiale et axiale sous un gradient de température. La mousse parente, a été transformée en utilisant un moule réalisé au Labo de Mécanique et Structures de l'Université de Guelma. Le processus de fabrication des échantillons auxétiques se déroule en quatre stades:

- i) compression,
- ii) chauffage
- iii) refroidissement
- iv) relaxation.

Pour transformer la mousse conventionnelle en une mousse auxétique, on comprime dans un moule (figure 2.2 a) les éprouvettes dans la direction radiale et axiale en forçant les brins à flamber. La structure réentrante ainsi obtenue est chauffée dans une étuve (figure 2.2 b) à la température de ramollissement afin de préserver cette nouvelle configuration.

Le processus de chauffage est suivi par un refroidissement à la température ambiante, puis les échantillons sont retirés du moule pour permettre la relaxation de la structure.



**Figure 2.1** Etape du processus de fabrication des mousses Zotefoam.

a)extrusion, b) imprégnation, c) expansion [1]



**Figure 2.2** Etape du processus de fabrication de la mousse auxétique.

a) Moule de compression volumétrique, b) Etuve.

### 2.2.3. Propriétés mécaniques de la mousse PVDF

Les Moussees qui ont été utilisés pour les tests sont des moussees Commercial [1] de Zotefoam [13].

**Table 2.1.** Caractéristiques des moussees PVDF.

Propriétés		ZOTEK® F30	ZOTEK® F 40 HT	ZOTEK® F 75 HT
Densité	Kg/m <sup>3</sup>	30	40	75
Température de service Max.	°C	110	155	160
Contrainte de compression				
10% compression	kPa	24	94	171
25% compression	kPa	47	122	218
40% compression	kPa	79	155	281
50% compression	kPa	111	189	356
Contrainte de traction	kPa	400	780	1411
Allongement à la rupture	%	151	94	132
Résistance au déchirement	N/m	1015	854	1480
Compression set				
(22 h à 25% compression, 23°C, 30 min recouvrement)	%	6	7	7.6
(22 h à 25% compression, 23°C, 24 h recouvrement)	%	3	4	4.1

**Table 2.2.** Caractéristiques physiques du Polyfluorure de vinilydène [14].

ASTM ou UL test	propriétés	Kynar® PVDF
<i>Physique</i>		
D792	Densité (lb/in <sup>3</sup> ) (g/cm <sup>3</sup> )	0,064 1,77
D570	Water Absorption, 24 hrs (%)	0,03
<i>Mécanique</i>		
D638	Résistance à la traction (psi)	6,300
D638	Module de traction (psi)	290,000
D638	Allongement à la rupture (%)	50
D790	Résistance à la flexion (psi)	9,700
D790	Module de flexion (psi)	290,000
D695	Résistance à la compression (psi)	9,000
D695	Module de compression (psi)	-
D2240	Dureté, Shore	D75
D256	IZOD Notched Impact (ft-lb/in)	3.0
<i>Thermique</i>		
D696	Coefficient de dilatation Thermique linéaire (x 10 <sup>-5</sup> in./in./°F)	6.6
D3418	Température de fusion (°F / °C)	332 / 166
C177	Conductivité thermique BTU-in/ft <sup>2</sup> -hr-°F (x 10 <sup>-4</sup> cal/cm-sec-°C)	1.2 4.1
UL94	Inflammabilité Classement	V-O
<i>Electrique</i>		
D149	Résistance diélectrique (V/mil) short time, 1/8" épaisseur	1700
D150	Constante Diélectrique à 1 MHz	8.5
D150	Facteur de Dissipation à 1 MHz	0.05
D257	Résistivité volumique (ohm-cm) à 50% RH	1.5 x 10 <sup>15</sup>

## 2.3. Matériaux et techniques expérimentales

### 2.3.1. Préparation des échantillons

Les éprouvettes utilisées dans cette campagne d'essais ont été découpées, au labo LMS de l'université de Guelma, à l'aide des coupeurs de différents diamètres conçus spécialement à l'usage des trois types de mousses (figure 2.3 a et b). Un grand effort a été déployé pour la préparation des échantillons de mousse, qui demande une attention et des habiletés particulières. Les spécimens de la mousse PU (grise et blanche) sont obtenus à partir d'un bloc de 50 cm d'épaisseur. Alors que pour la mousse PVDF à partir d'une feuille de dimension 50cmx50cmx2.5 cm.

Les éprouvettes ainsi obtenues sont des cylindres dont les dimensions sont fournies par le tableau 2.3, le choix de la forme des éprouvettes est fait sur la base des travaux effectués par Bezazi et *al.* [2]. On rappelle que les échantillons peuvent être cylindriques, cubiques dans le cas de l'essai en compression alors que dans le cas de l'essai de traction, peuvent être aussi en forme d'os de chien [10].

### 2.3.2. Densités des mousses

La densité apparente correspond à une moyenne de dix mesures. Elle a été calculée en divisant la masse de chaque échantillon découpé, obtenue sur une balance électronique (0,001g de précision) par son volume. Étant donné que les éprouvettes sont de formes cylindriques nous avons mesuré le diamètre en trois endroits par un pied à coulisse. Ces dimensions nous ont permis de calculer la section moyenne transverse et le volume.

Quant à la densité relative ( $\rho$ ), elle est calculée en divisant la densité apparente par la densité du polymère constituant la mousse [9]:

$$\rho = \frac{\rho_f}{\rho_s} = \frac{m_f / V_f}{m_s / V_s} \quad (2.1)$$

Où  $m_f$  et  $V_f$  sont la masse et le volume de la mousse et  $m_s$  et  $V_s$  sont la masse et le volume du matériau solide.

**Table 2.3.** Caractéristiques des mousses.

	Densité (g/cm <sup>3</sup> )	Longueur (mm)	Diamètre (mm)		
Mousse PVDF à cellules fermées.	0,037	25	19		
Mousse PU blanche à cellules ouvertes	0,013	25	19	22	28
Mousse PU noire à cellules ouvertes	0,033	25	19	22	28



**Figure 2.3.** a) et b) coupoirs de diamètres (19;22;28), c) échantillons prélevés, d) pièces étalons pour l'essai de traction.

### 2.3.3. Machine et paramètres d'essais

Les essais quasi statiques de compression et de traction ont été entrepris sur une machine de traction/compression Zwick / Roell Z005 dont la capacité maximale de charge est de 5 kN.

Elle permet d'effectuer des essais dans une gamme de vitesses de déplacement comprises entre 0,001 et 500 mm/min. Elle est reliée à un ordinateur autorisant le lancement des essais et l'acquisition des données par le logiciel d'interface de la machine appelé *testXpert*. Ce logiciel permet le pilotage d'essais à vitesse de déformation imposée ou à vitesse de charge imposée ainsi

que la programmation de cycles complexes. C'est le mode de pilotage en vitesse de déplacement nominale imposée qui a été utilisé pour nos essais pendant la phase de chargement.



**Figure 2.4.** Machine Zwick/Roell Z005.

Les éprouvettes sont placées au centre du plateau inférieur de compression. Ce plateau reste fixe pendant l'essai. Le déplacement du plateau supérieur est contrôlé par le logiciel *testXpert*. C'est dans ce logiciel que l'on a défini au préalable les différentes étapes des essais et que l'on récupère aussi le déplacement de la traverse et l'effort associé avec une fréquence d'acquisition préprogrammée. Ce sont ces fichiers qui ont été ensuite traités avec le logiciel Excel. Nous nous sommes appuyés sur les normes ASTM (American Society for Testing and Materials) car ce sont les plus souvent utilisées dans la littérature. Elles permettent une bonne directive du protocole expérimental et garantissent des données expérimentales fiables et comparables. Tous nos essais sont effectués à température ambiante et pour des vitesses de déformations quasi statiques.

Selon Gibson et Ashby [9], il est recommandé d'utiliser les constantes d'ingénieur quand on analyse la réponse contrainte-déformation des mousses même jusqu'à de grandes déformations. A cet effet, nous avons donc mesuré les dimensions de chaque éprouvette juste avant l'essai. La contrainte et l'allongement relatif sont définis comme suit:

$$\sigma = \frac{F}{S} \quad (2.2)$$

$$\varepsilon = \frac{\Delta L}{L_0} \quad (2.3)$$

Par la suite dans l'analyse des résultats on utilise les constantes d'ingénieur.

En compression les essais ont été réalisés à un taux de 80% de la longueur initiale de l'échantillon, à une vitesse de traverse constante de 2 mm/min. Les plateaux de compression de la machine ont une surface bien fini ce qui nous laisse supposer que les frottements seront négligeables et donc que les déformations seront du moins uniformes. Ce qui fait qu'aucun lubrifiant n'a été placé entre l'interface plateau de compression/éprouvette. Les mousses testées sont: la mousse PVDF à cellules fermées, la mousse PU grise à cellules ouvertes et la mousse PU blanche à cellules ouvertes.

Dans le cas des essais de traction, les éprouvettes ont été collées sur des pièces cylindriques en acier à l'aide d'un adhésif cyanoacrylate. Ces étalons ont été usinés au sein de l'atelier de fabrication du Labo LMS à l'usage de la mousse PVDF, afin de permettre la fixation de celle-ci sur les armatures de la machine. Étant donné que l'adhésif cyanoacrylate réagit très rapidement, aucun dispositif spécial n'a été mis en place pour faciliter l'assemblage des éprouvettes. Toutefois on a essayé d'avoir l'alignement entre le talon et l'échantillon de mousse, évitant ainsi d'avoir une torsion au cours de l'essai de traction. Un seul mode de rupture a été observé en traction. Enfin, l'essai a été interrompu lorsque qu'il y avait rupture complète de l'éprouvette. Même si la rupture est un processus progressif, la contrainte ultime a été définie comme étant la contrainte maximale enregistrée tout au long de l'essai. La déformation associée à la contrainte à rupture est choisie comme déformation à rupture. Il est à noter que toutes les éprouvettes testées se sont rompues de manière similaire.

## 2.4. Résultats et discussions

### 2.4.1.Compression

Le comportement et les propriétés lors de la déformation mécanique en compression de mousses ont été étudiés par plusieurs auteurs. On croyait généralement que les mousses à cellules ouvertes et fermées présentaient un comportement mécanique similaire. Alors qu'en

réalité, les mécanismes de déformation varient avec le type de mousse et les caractéristiques géométriques (par exemple, la forme et l'orientation de la cellule, la courbure de la paroi). La structure et la morphologie des ces deux mousses varient en fonction des méthodes d'obtention. Par conséquent, différents mécanismes de déformation s'opèrent dans les différents types de mousses en fonction des conditions de chargement. La localisation de la micro plasticité pendant la compression est due à la présence d'inhomogénéités locales (par exemple, variations dans la densité, la forme des cellules, l'orientation des cellules, la courbure de la paroi cellulaire).

Les figures 2.5-2.8 illustrent les réponses obtenues en compression, l'allure de la réponse de celles-ci, nous montrent que la mousses grises à cellules ouvertes et la mousse PVDF présentent une bonne reproductibilité que celle de la mousse blanche. Ceci est peut être dû au mode d'obtention de ces mousses, qui se diffère d'une firme à l'autre. Comme on peut le voir les mousses conventionnelles suit la même allure que présente d'une façon générale les matériaux solides cellulaires. L'effet de la densité de la mousse sur le comportement est identifié, la mousse grise présente une pente élastique plus importante que celle de la mousse blanche. Ainsi qu'une petite différence est marquée au niveau de la charge au plateau qui est quasi constante pour la mousse grise, tandis que la mousse blanche montre une pente plus ou moins élevé. D'après Gibson et Ashby [9]: "une augmentation de la densité relative de la mousse entraîne, une augmentation du module de Young et de la contrainte au plateau et une diminution de la déformation correspondant au début de la densification".

La figure 2.9, montre bien l'influence du taux de compression sur le comportement de la mousse, plus le taux de compression est élevé plus la pente élastique est faible. L'allure des courbes est la même que celle de la mousse auxétique [2]. Une croissance monotone de la contrainte et de la déformation selon une loi exponentielle.

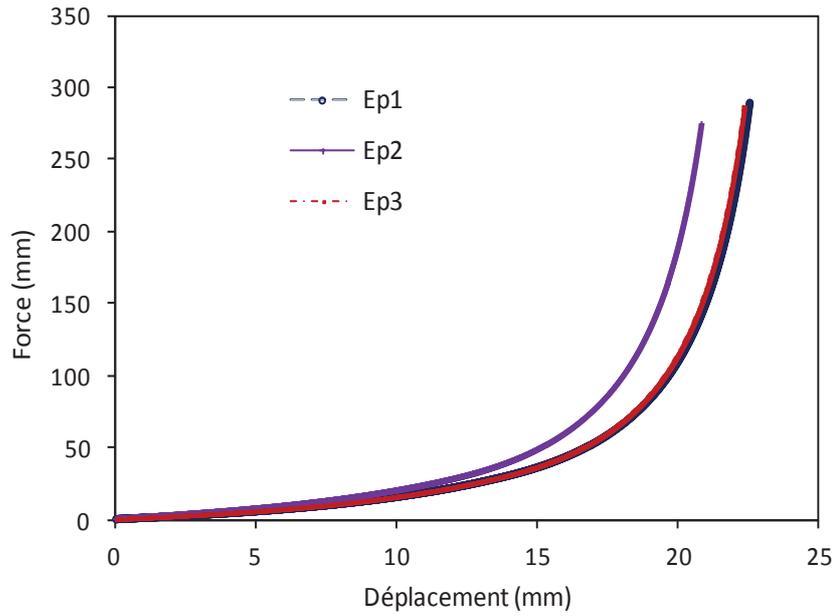


Figure 2.5. Répétabilité de la courbe charge-déplacement de la mousse PVDF.

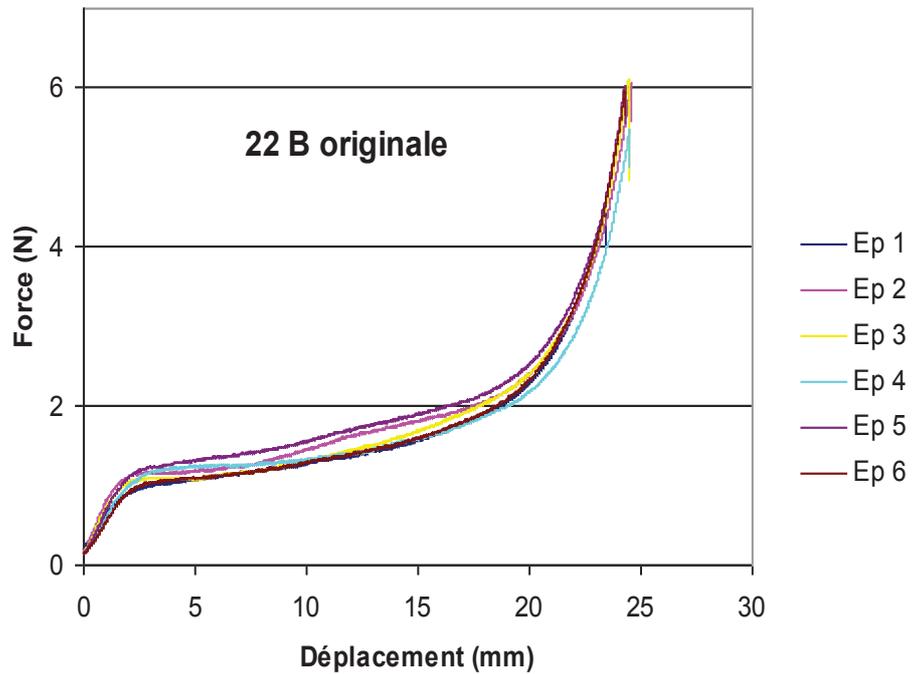


Figure 2.6. Répétabilité de la courbe charge-déplacement de la mousse PU blanche 22 B.

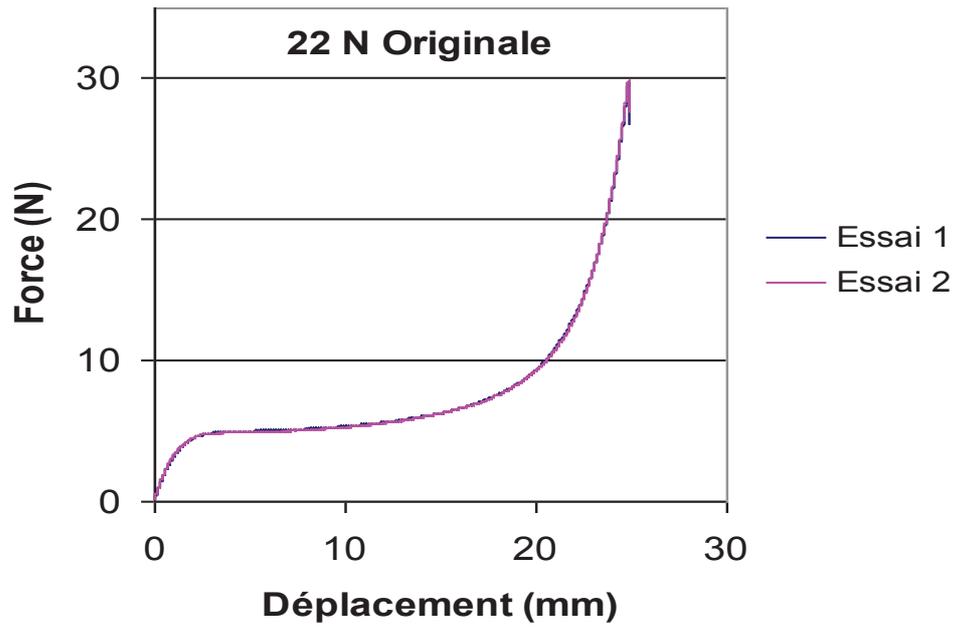


Figure 2.7. Répétabilité de la courbe charge-déplacement de la mousse PU grise 22 N.

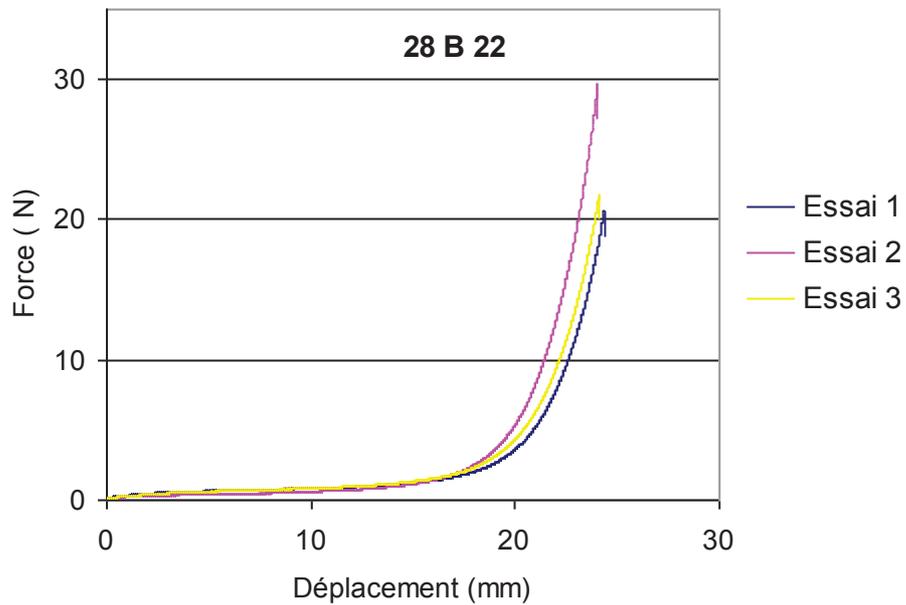
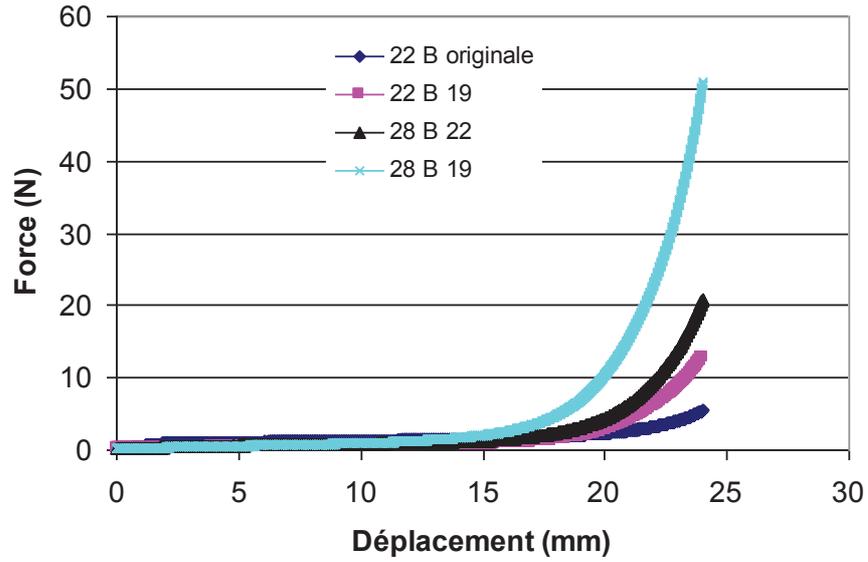
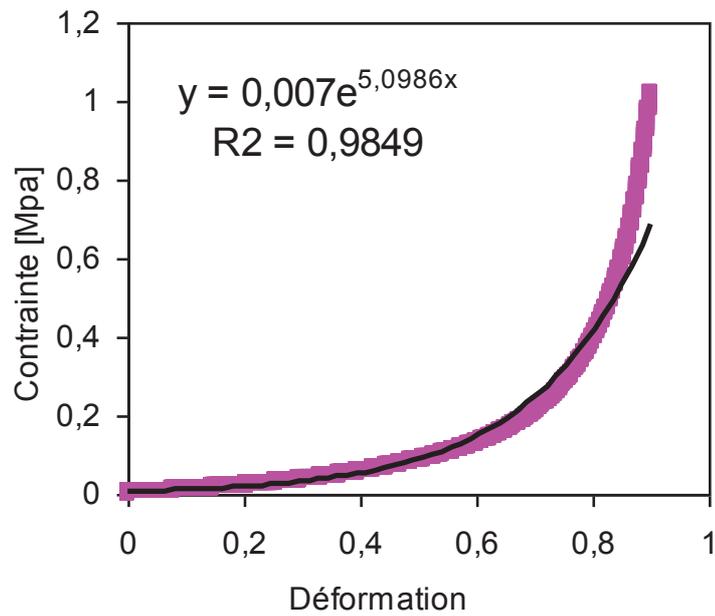


Figure 2.8. Répétabilité de la courbe charge-déplacement de la mousse PU blanche transformée 28 B 22.



**Figure 2.9.** Courbe charge-déplacement de la mousse blanche transformée à différents taux de compressions.



**Figure 2.10.** Courbe contrainte-déformation en compression de la mousse PVDF.

La figure 2.10 représente l'évolution de la contrainte-déformation de la mousse PVDF. L'allure de la courbe est la même qu'en charge déplacement est évoluée selon une loi exponentielle:

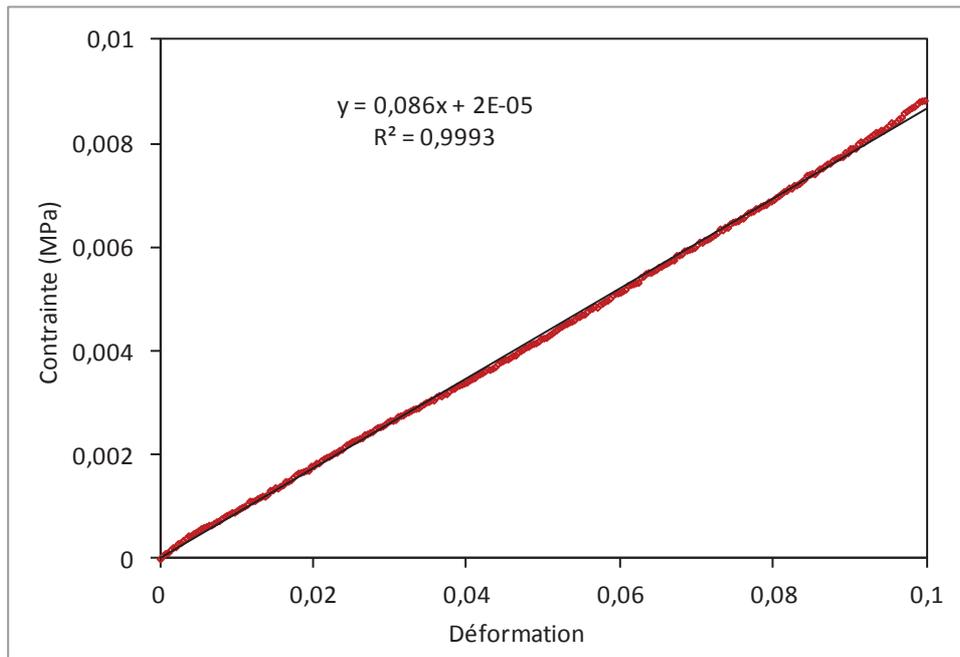
$$\sigma = a \cdot e^{b\varepsilon} \quad (2.4)$$

Où  $\sigma$  et  $\varepsilon$  sont respectivement la contrainte et la déformation,  $a$  et  $b$  sont des coefficients calculés par la méthode des moindres carrés, qui donne un bon facteur de corrélation  $R = 0,98$ .

D'après Gibson et Ashby [9], la courbe représentative de la compression des solides cellulaires, que ce soit élastomère, plastique, ou fragile, montrent une région linéaire suivie d'un plateau de contrainte et enfin une région de densification ou la contrainte augmente considérablement avec la déformation. L'étendue de chaque région dépend de la densité relative de la mousse. Par contre la mousse PVDF présente un seul stade, est s'approche macroscopiquement au comportement des mousses auxétiques PU à cellules ouvertes, à coefficient de poisson négatif (NPR) qu'à celui des mousses conventionnelles [2].

Dans la mousse PVDF, la première zone du comportement n'est pas si évidente, la mousse semble montrer une croissance monotone de la relation contrainte-déformation n'est pas comme celle observée dans le cas des mousses hyper-élastiques. Par conséquent, il n'y a pas de plateau de contrainte, mais la région de densification est clairement visible. La phase gazeuse n'a pas eu l'opportunité de s'échapper ce qui lui fait la grande partie intégrante du comportement de la mousse. Ce type de comportement a été enregistré par la mousse polyéthylène (EPE) à cellules fermées qui montre la même allure pour une décade de la vitesse de déformation [4].

Il convient de noter qu'aucun des échantillons de la mousse PVDF testés n'a montré une limite d'élasticité sur leurs courbes de contrainte-déformation puisque la plus grande partie de leurs courbes de contrainte-déformation augmente avec l'augmentation de la déformation. Selon la norme ASTM D 126, le module en compression est calculé par la pente entre 8% et 10% de déformation. Selon la même norme la résistance à la compression est mesurée à 10% de la déformation. En général la mesure du module en compression est calculée en utilisant des pentes de 0% jusqu'à 3,5% de déformation (d'un incrément de 2%), dépendant de la particularité de la courbe. Puisqu'il n'y a pas de point représentant la limite élastique, la résistance à la compression est prise égale à 10% de la déformation. Dans le cas de la mousse PVDF on a une contrainte de 0,009 MPa correspondant à la déformation de 10%. Le calcul de la valeur du module élastique est déterminé par la pente de la partie linéaire de la courbe contrainte-déformation. Cette valeur est de 87 kPa avec un coefficient de détermination de 0,99 [11].



**Figure 2.11.** Partie linéaire de la courbe contrainte-déformation en compression de la mousse PVDF.

La figure 2.12 montre le mécanisme de déformation de la mousse PVDF, où les deux lignes forment une bande de déformation. Ce phénomène a été observé par [8, 15] dans le cas de la mousse Alporas à cellules fermées sollicitée en compression statique.



**Figure 2.12.** Mécanisme de déformation montrant la bande d'effondrement.

### 2.4.2. Traction

Bon nombre des applications potentielles de la mousse structurelle, comme âme d'une poutre sandwich, peut entraîner des forces de traction étant appliqué sur la mousse. Pour cette raison, il est essentiel de comprendre la réponse à la traction de la mousse PVDF. Pour ce faire, les essais de traction monotone ont été réalisés sur un nombre d'échantillons pour mesurer les propriétés élastiques et d'enquêter sur le comportement en traction, en particulier à la rupture.

Les essais de traction présentent une dispersion un peu notable où on enregistre un coefficient de variation de 0,92% pour la charge maximale, et 1,24% pour le déplacement à rupture. Sur la figure 2.13, est représentée la réponse de trois éprouvettes parmi les cinq qui ont été testées [11]. On remarque une dispersion au niveau des déformations nominales à rupture. L'allure des différentes courbes est identique et les écarts de déformations nominales à rupture viennent probablement de la microstructure interne ou externe de l'éprouvette lors de la découpe et du collage. Dans tous les cas, nous avons gardé une seule courbe comme représentative de l'essai statique en traction.

Cette dispersion a été enregistrée par Dillard [6] dans sa thèse portant sur l'étude du comportement des mousses de nickel à cellules ouvertes sollicitées en traction, où on relève une moyenne du coefficient de variation entre les deux directions de sollicitation (RD et TD) de l'ordre de 6% pour la contrainte à rupture et 15% pour la déformation à rupture. D'autre part, Deschanel [5] note aussi que la variation des valeurs est assez importante surtout, pour la contrainte maximale et l'allongement à rupture, malgré que les échantillons proviennent d'une même feuille.

La figure 2.14 représente la réponse mécanique de la mousse PVDF en contrainte déformation, elle est caractérisée par une augmentation continue est non linéaire. Nous observons un comportement mécanique élastique aux petites déformations, conformément à la loi de Hooke,  $\sigma = E \cdot \varepsilon$ . A la sortie de cette zone, la contrainte n'est plus proportionnelle à la déformation et une déformation plastique intervient. Ensuite, la contrainte nécessaire pour poursuivre la déformation augmente jusqu'à un maximum: c'est la contrainte au plateau  $\sigma_{pl}$  ou contrainte d'effondrement plastique. Étant donné que nous étudions la contrainte nominale et non vraie, celle-ci peut diminuer jusqu'au point de rupture (jusqu'à une certaine déformation).

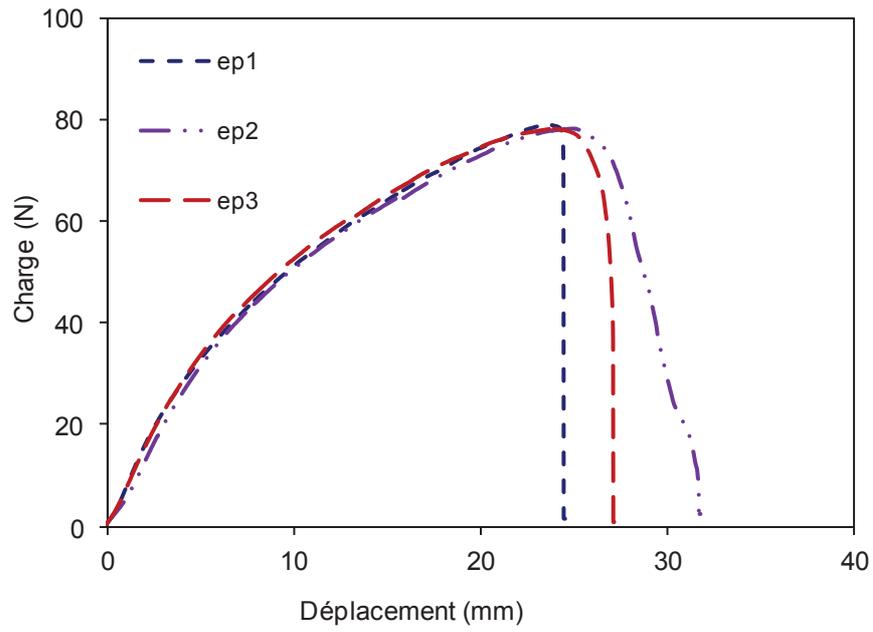


Figure 2.13. Dispersion sur le comportement de la mousse PVDF sollicitée en traction.

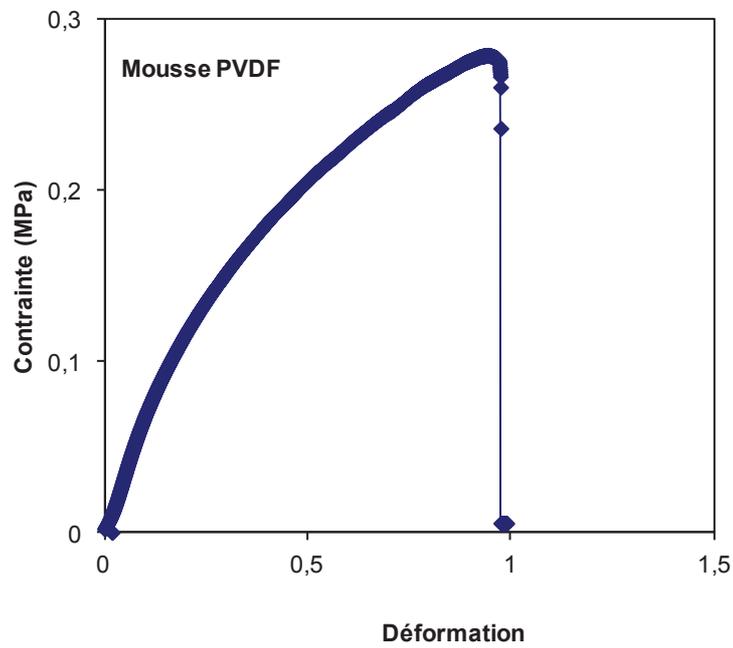


Figure 2. 14. Courbe contrainte-déformation en traction de la mousse PVDF.

D'après Gibson et Ashby [9], la partie linéaire élastique est toujours due à la flexion des arêtes et à l'étirement des parois, tandis que le comportement non-linéaire est dû en partie à la réorganisation 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. Le dépouillement des résultats nous a permis de définir une déformation linéaire jusqu'à 15%, où on enregistre une pente du module apparent de l'ordre de 0,66MPa. Tandis que la limite d'élasticité correspondant à la contrainte à partir de laquelle le matériau s'écarte de la loi de Hooke, était difficile à déterminer, même à 0,2%.

On note que la valeur expérimentale du module d'Young  $E_f$ , est obtenue directement à partir du déplacement de la traverse, sans utilisation d'extensomètre. À partir de la courbe contrainte-déformation on relève une contrainte maximale de 0,27 MPa qui correspond à une déformation à la rupture de 96%. Ces valeurs ne tiennent pas compte de la déformation de la machine et sont sûrement légèrement plus faibles que les valeurs réelles.

**Table.2.5.** Caractéristiques mécaniques de la mousse PVDF sollicitée en traction à température ambiante.

$\rho_f/\rho_s$	$E^*$ (MPa)	$\sigma_{pl}^*$ (MPa)	$\varepsilon_r$
0,02	0,66	0,27	0,96

La figure 2.15 montre le mécanisme de déformation caractérisé par un étirement de la matière au coté inférieur de l'échantillon. Ce mode de rupture a été observé dans le cas des mousses auxétique (structure réentrant) [3]. Comme on enregistre l'apparition de cavité dans des zones le long de l'éprouvette avant de se localiser dans les parties supérieures, où il y a concentration de contraintes. L'endommagement se produit ainsi avant d'atteindre la force maximale. Il se développe considérablement pour concerner à la fin de l'essai toute la zone de plus petit diamètre.



**Figure 2.15.** Mode de rupture de la mousse PVDF sollicitée en traction monotone.

## 2.5. Conclusion

Dans cette partie expérimentale trois types de mousses ont été testés en compression et une en traction. En compression statique, les trois mousses présentent chacune un comportement plus ou moins différents, l'une de l'autre. La mousse PVDF à cellules fermées et la mousse auxétiques à cellules ouvertes montrent toutes les deux une allure similaire, composé d'un seul domaine. Par contre la réponse de la mousse PU, est typique à celle observée dans les matériaux cellulaires. Les courbes contrainte déformation de la mousse PVDF et auxétique, permettent de suivre macroscopiquement les mécanismes de déformation. Celui-ci peut être traduit par un écroulement des cellules caractérisées par une augmentation progressive aux petites déformations, puis une montée rapide de la contrainte (phase de densification). A 10% de la déformation de la mousse PVDF, on enregistre une pente du module en compression inférieure à celle en traction.

En traction, c'est la mousse PVDF qui a été testée. La courbe contrainte-déformation présentant une réponse non linéaire, où la partie linéaire n'a pu être décelée. L'allure est non

linéaire qui est proche du comportement des matériaux semi ductiles. D'après Ashby et Gibson [8], la mousse se déforme en traction par réalignement et étirement des brins tandis qu'une flexion suivie d'un flambement des brins s'opère en compression. La rupture s'est produite au coté supérieure ou inférieure.

**Références**

- [1] www.zotefoam.com. Consulté le 20 mai 2011.
- [2] Bezazi A. and Fabrizio S. Mechanical behaviour of conventional and negative poisson's ratio thermoplastic polyurethane foams under compressive cyclic loading. *International Journal of Fatigue*, 29:922–930., 2007.
- [3] Abderrezak Bezazi and Fabrizio Scarpa. Tensile fatigue of conventional and negative poisson's ratio open cell PU foams. *International Journal of fatigue*, 31(3):488–494, 2009.
- [4] Brian Croop and Hubert Lobo. Selecting material models for the simulation of foams in ls-dyna. 7th European LS-DYNA Conference, 2009.
- [5] Stéphanie Deschanel. *Dynamique des précurseurs de la rupture des matériaux hétérogènes : application aux mousses polymères vitreuses*. PhD thesis, L'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2005.
- [6] Thierry DILLARD. *Caractérisation et simulation numérique du comportement mécanique des mousses de nickel : morphologie tridimensionnelle, réponse élastoplastique et rupture*. PhD thesis, ECOLE DES MINES DE PARIS, 2004.
- [7] Scarpa F., Pastorino P., Garelli A. and Patsias S., and Ruzzene M. Auxetic compliant flexible pu foams: static and dynamic properties. *Physica status solidi. B.*, 242(3):681–94, 2005.
- [8] Fleck N.A. Harte A.M. and Ashby M.F. The fatigue strength of sandwich beams with an aluminium alloy foam core. *International Journal of Fatigue*, 23:499–507, 2001.
- [9] Gibson L.J. and Ashby M.F. *Cellular Solids - Structure and properties*. Cambridge University Press, 2nd edition, 2001.
- [10] Harte A. M., Fleck N.A., and Ashby M.F. Fatigue failure of an open and a closed cell aluminium alloy foam. *Acta Materialia*, 47(8):2511–2524, 1999.
- [11] Frioui N., Bezazi A., Remillat C., Scarpa F., and Gomez J. P. Viscoelastic and compression fatigue properties of closed cell PVDF foam. *Mechanics of materials*, 42(2):189–195, 2010.
- [12] He M.Y. Bart-Smith H. Grenstedt J. Sugimura Y., Meyer J. and Evans A.G. On the mechanical performance of closed cell al alloy foams. *Acta Materialia*, 45:5245–59, 1997.
- [13] Igna vander weide and Michael werth. High purity plus outstanding resistance. *Translated from Kunststoffe*, 2006.
- [14] www.kynar.com. Consulté le 25 mai 2011.
- [15] Sugimura Y., Rabie A. I, Evans A.G., Harte A.M., and Fleck N.A. Compression fatigue of a cellular alloy. *Materials Science and Engineering*, A269:38–48, 1999.

*Chapitre 3:*

*Analyse expérimentale en fatigue cyclique*

## **Analyse expérimentale en fatigue cyclique**

### **3.1 Introduction**

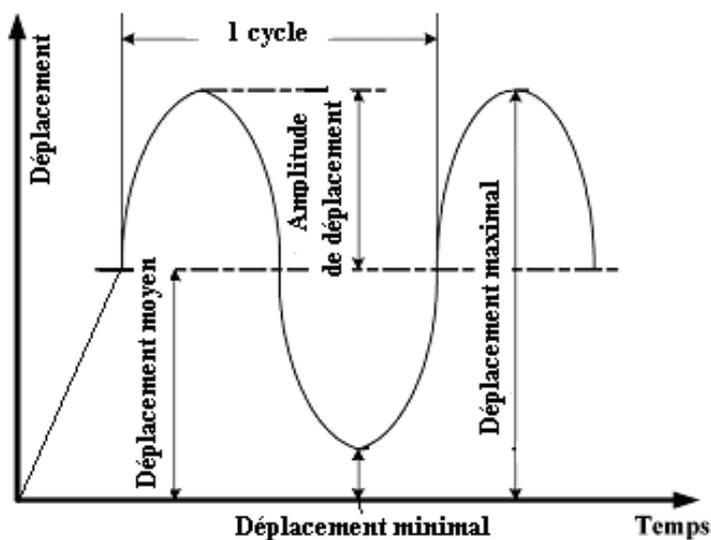
Les matériaux cellulaires sont utilisés comme âme dans les structures sandwichs. Leur usage s'étend sur plusieurs domaines tel que l'aérospatial, l'automobile, maritime, transport et infrastructure. De plus en plus, les recherches se sont intensifiées sur les propriétés et les modèles, permettant le design des structures sandwichs. L'étude de la fatigue des matériaux cellulaires est importante puisque ces structures sont soumises à un chargement mécanique cyclique ou thermique. Sous un niveau de chargement important, les panneaux sandwichs par exemple, à âme en nid d'abeille ou de la mousse se rompent habituellement après quelques cycles de chargement en raison de la propagation des microfissures préexistantes critiques dans les matériaux cellulaires. La rupture et la fatigue des mousses restent dans une large mesure inconnue, parce que la structure elle-même des mousses, est constituée d'un réseau tridimensionnel complexe de membranes minces (parois cellulaires), entourant chaque cellule.

Dans ce chapitre une étude sur les propriétés en fatigue cyclique est effectuée sur les mousses PVDF à cellules fermées. Le but est d'extraire des données sur le comportement en fatigue et révéler les mécanismes d'endommagement qui en résulte. L'objectif est de trouver l'effet du niveau de chargement et le nombre de cycles en contrôle déplacement sur la perte de rigidité, de prédire comment et où la rupture par fatigue se produit. La dissipation de l'énergie mécanique dans la mousse a pu être quantifiée, par le calcul de l'aire engendrée par les courbes de charge et de décharge. Nous présentons aussi, les résultats macroscopiques de durée de vie et de limite de fatigue en traction/traction. La contribution expérimentale nous a permis de mettre en évidence ces différents phénomènes présents dans la mousse PVDF.

## 3.2 Essai de compression/compression

### 3.2.1 Paramètres d'essai

L'ensemble des tests de fatigue a été réalisé sur la machine Zwick/Roell 005. Une description de la machine a été donnée dans le chapitre 2. Les essais ont été réalisés à une fréquence de 1 Hz, celle-ci a été choisie pour réduire l'auto échauffement du matériau. Les maxima et minima en déplacement et en force sont enregistrés pour des cycles prédéfinis. La figure 3.1 montre le profil du déplacement typique de l'échantillon.



**Figure 3.1.** Présentation du cycle de chargement des essais de fatigue.

La machine effectue une rampe avant le cyclage pour se placer à la valeur moyenne du déplacement, suivi par les chargements cycliques à différentes valeurs d'amplitude qui se traduit par différents niveaux de chargement  $r$ . Le niveau de chargement est donné par la relation:

$$r = d_{\max} / d_{rup} \quad (3.1)$$

Où

$d_{\max}$ : déplacement maximal.

$d_{rup}$ : déplacement à la rupture en statique.

A la fin de chaque essai la collecte de données dans le fichier de sortie se dispose de cinq colonnes: la charge (N), capteur de traverse (mm), Numéro de cycle, le temps (s). La

gestion de ces informations présentées, est assurée par le logiciel *test expert* qui permet d'acquérir automatiquement les données brutes. Une procédure particulière d'acquisition est mise en place pour suivre l'évolution du chargement lors des cycles de fatigue, cette procédure permet d'automatiser l'acquisition des cycles à des cycles prédéfinis. Ces fichiers sont traités dans Excel pour tracer la courbe de perte de rigidité (F-N) en fonction du nombre de cycles et d'évaluer l'énergie dissipée par cycle.

Le test est effectué sur des cylindres ayant un diamètre moyen de 19 mm et une hauteur de 25 mm. Les cylindres sont sollicités en compression entre les faces planes des plateaux de compression non lubrifiés. Le déplacement moyen est maintenu constant, égal à 50% du déplacement à la rupture en statique. En compression  $d_{rup}$  correspond au début de la densification (80% de la hauteur initiale de l'échantillon). Les essais cycliques en compression consistent donc, à charger et décharger successivement un échantillon à des niveaux de chargement de 60%, 70%, 75%, 80%, 85%, 90 et 95%.

### 3.2.2 Résultats et discussions

#### 3.2.2.1 Perte de rigidité

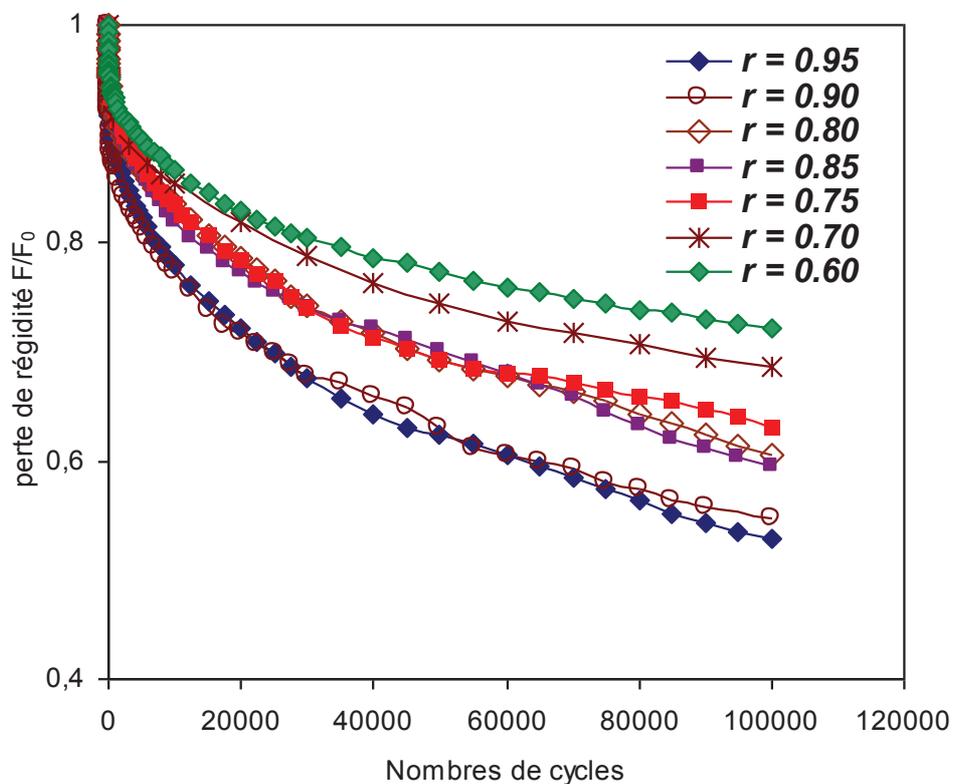
Le suivi de la perte de rigidité ( $F/F_0$ ) constitue une des méthodes les plus utilisées pour suivre la progression de l'endommagement des mousses sous chargement cyclique à contrôle déplacement. Au cours des essais de fatigue, nous avons enregistré l'évolution de la charge maximale  $F$  en fonction du nombre de cycles  $N$ . La charge maximale  $F$  est rapportée à celle obtenue lors du premier cycle  $F_0$ . Les résultats obtenus pour les différents niveaux de chargement sont illustrés à la Fig. 3.2. L'analyse des résultats montre que la perte de charge ( $F/F_0$ ) des éprouvettes jusqu'à 100000 cycles peut être divisé en deux phases.

La première phase correspond à une diminution brutale du rapport ( $F/F_0$ ) dès les premiers cycles, alors que dans le second stade, la dégradation évolue assez progressivement sans atteindre un quasi plateau comme c'est le cas de la mousse conventionnelle à base de polyuréthane à cellules ouvertes et de la mousse auxétique à cellules ouvertes [1] et [9]. Le tracé montre également que les phénomènes d'adoucissement par fatigue sont importants et rapides au cours des premiers cycles, mais que ces phénomènes, bien qu'amoindris, continuent à évoluer jusqu'à la fin de l'essai.

On remarque aussi que la diminution relative de la perte de rigidité croît sensiblement avec le nombre de cycles, et s'accroît pour des niveaux de chargement élevés par rapport aux faibles niveaux. Jusqu'à 100000 la perte de rigidité est de 28% pour  $r = 0,6$  et de 48%

pour  $r = 0,95$ . Ce phénomène semble donc persister quelles que soient le niveau de chargement, le fait que la force continue de chuter au-delà du 100000<sup>ième</sup> cycle de façon significative, contredit beaucoup d'auteurs qui considèrent le phénomène d'adoucissement par fatigue stabilisé au bout de quelques cycles (effet Müllins ) [9].

D'après Bezazi et *al.* [1], la perte de rigidité de la mousse auxétique et conventionnelle cyclées à un niveau de chargement  $r = 0,95$  est de l'ordre de 43%, 20%, respectivement. Ce qui fait que la mousse conventionnelle présente une meilleure résistance à la fatigue que la mousse auxétique. En revanche la mousse PVDF montre une perte de rigidité de 10% par rapport à la mousse auxétique, et 48% par rapport à la mousse conventionnelle est cela pour le niveau de chargement  $r = 0,95$ .



**Figure 3.2.** Perte de rigidité à différents niveaux de chargement.

### 3.2.2.2 Boucles d'hystérésis

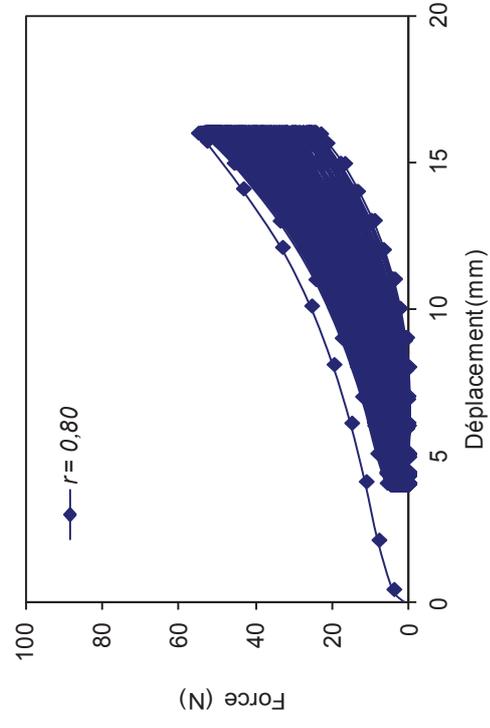
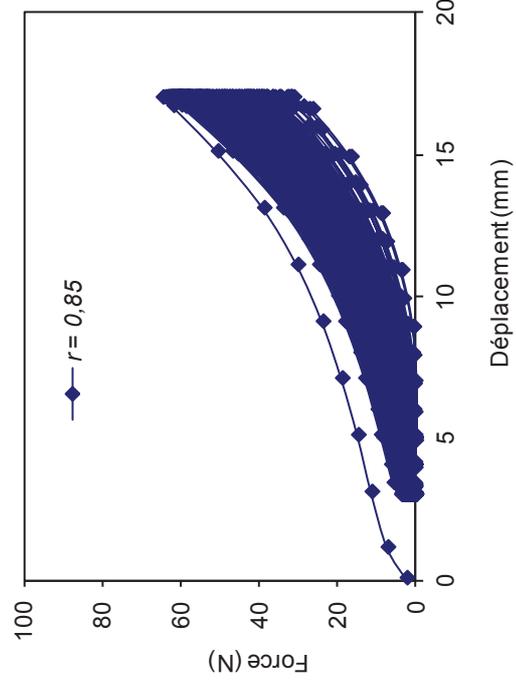
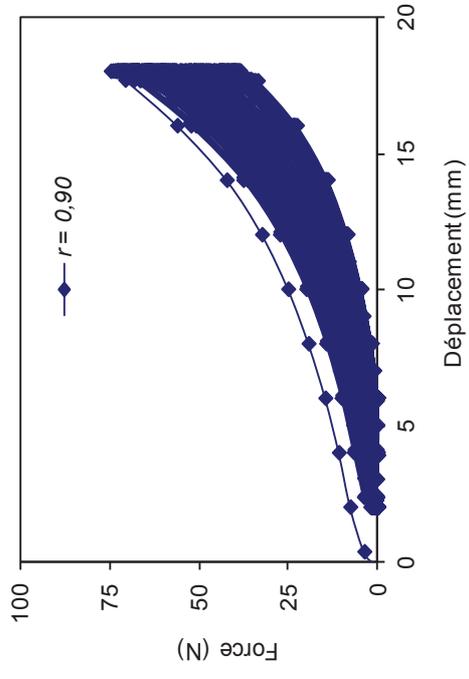
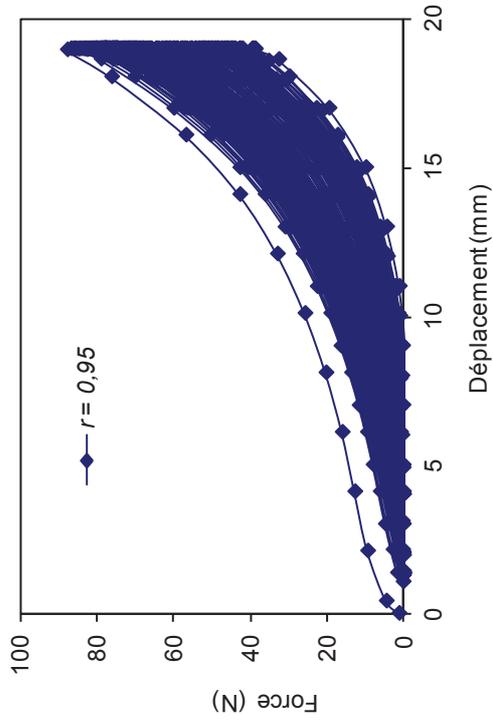
La figure 3.3 représente l'évolution des cycles de fatigue en fonction du nombre de cycles  $N$  pour tous les niveaux de chargement. Lors d'une sollicitation cyclique, le comportement décrit une boucle d'hystérésis (Force-déplacement) qui correspond à un décalage entre

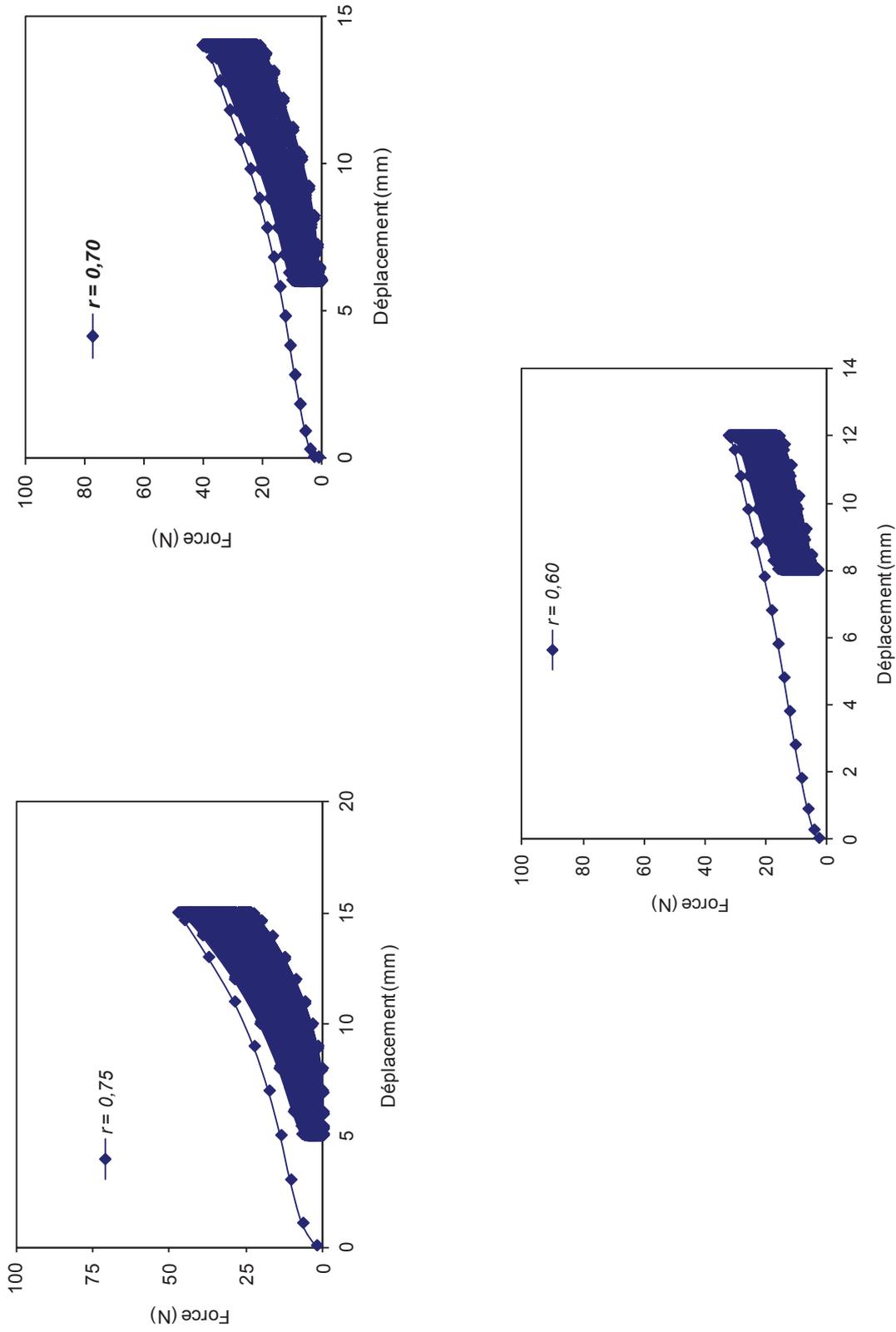
l'évolution du déplacement (solicitation) et l'évolution de la charge (réponse) en fonction du temps. Ce décalage est, en grande partie représentatif du caractère visqueux du comportement.

Pour donner plus de clarté et de lisibilité des figures 3.3. On a tracé pour chaque niveau les boucles d'hystérésis à des cycles spécifiques représentés par la figure.3.4. L'aire de la boucle d'hystérésis pendant le premier cycle présente une surface plus grande que celle des derniers cycles. Ces boucles sont limitées par une charge minimale et maximale correspondant au déplacement minimal et maximal. On remarque bien qu'avec l'augmentation du nombre de cycle  $N$ , l'inclinaison des boucles diminue vers les charges faibles.

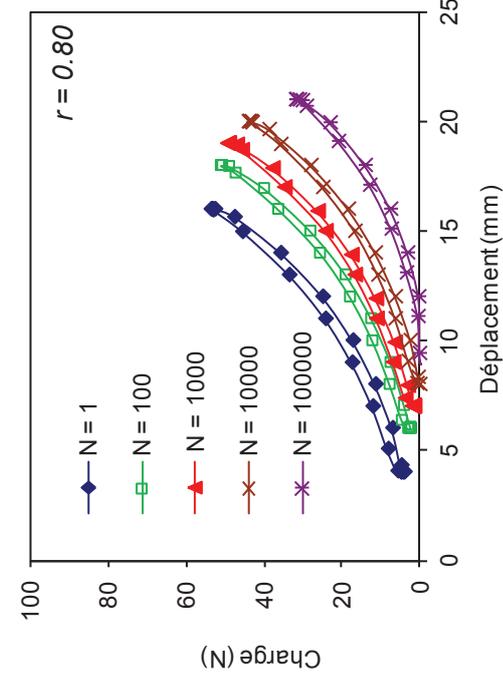
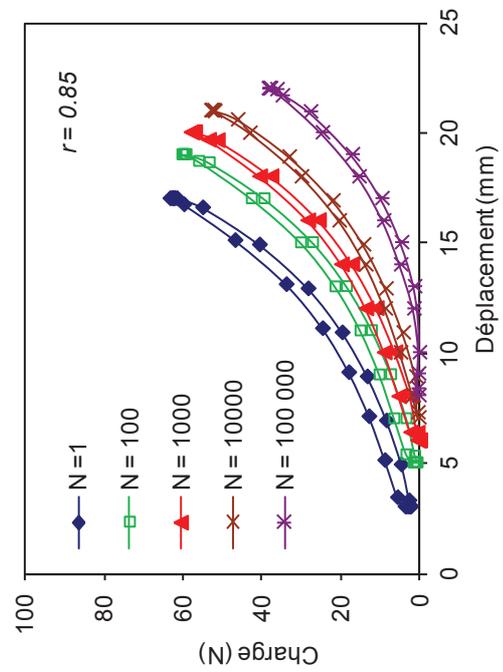
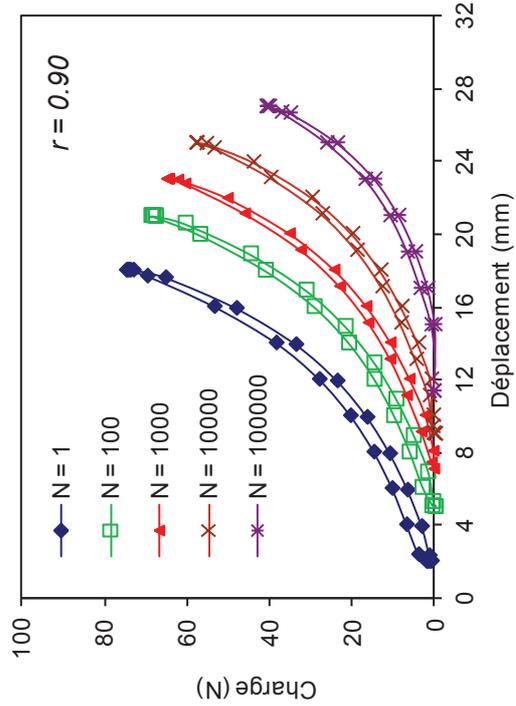
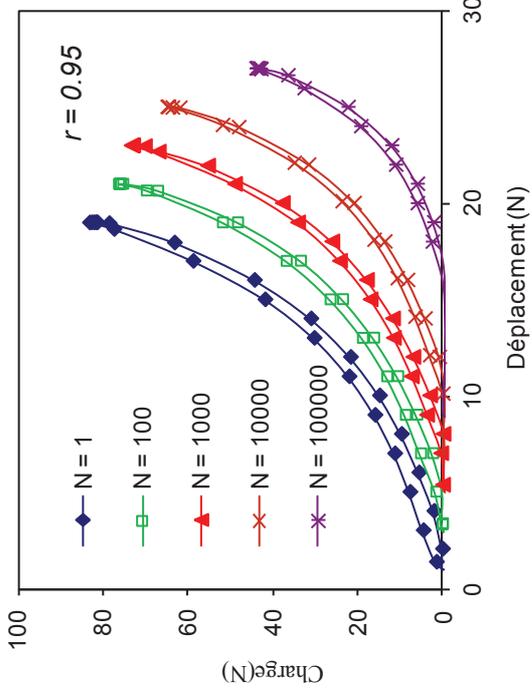
La figure 3.5 permet en outre une comparaison entre les boucles d'hystérésis dans le cas du premier cycle ( $N = 1$ ) des différents niveaux de chargement. Pour plus de clarté, les courbes ont été translattées le long de l'axe du déplacement. Pour un chargement faible  $r = 0,60$  la topologie est quasi-elliptique, alors que pour des niveaux de chargement de plus en plus élevés, l'allure de la boucle d'hystérésis prend une forme exponentielle. Dans cette forme la phase de densification représentée par une ligne verticale n'est pas si évidente, comme il a été observé par Bezazi et *al.* [1], dans le cas de la mousse auxétique et iso-densité.

Ces boucles d'hystérésis sont confinées entre les forces de 14 N et 31 N correspondant aux déplacements de 8 mm et 12 mm, pour  $r = 0,60$ . Alors que pour  $r = 0,95$  la force maximale atteint une valeur de 83 N pour un déplacement de 19 mm. Comme on peut le constater, la force augmente de 2, 3 et 4 fois le déplacement, correspondant respectivement aux niveaux de chargements  $r = 0,60$ ; 0,85 et 0,95. Comme on enregistre pour des niveaux élevés et pour des nombres de cycles plus élevés, une déformation permanente qui indique qu'il y a eu un endommagement irréversible causé par une rupture des membranes et fissure des arrêtes de la cellule. Ce phénomène a été observé dans le cas d'une mousse polyuréthane à cellules ouvertes pendant le chargement et le déchargement en compression des 100 premiers cycles [9].





**Figure 3.3.** Evolution des cycles d’hystérésis au cours de l’essai de fatigue en compression.



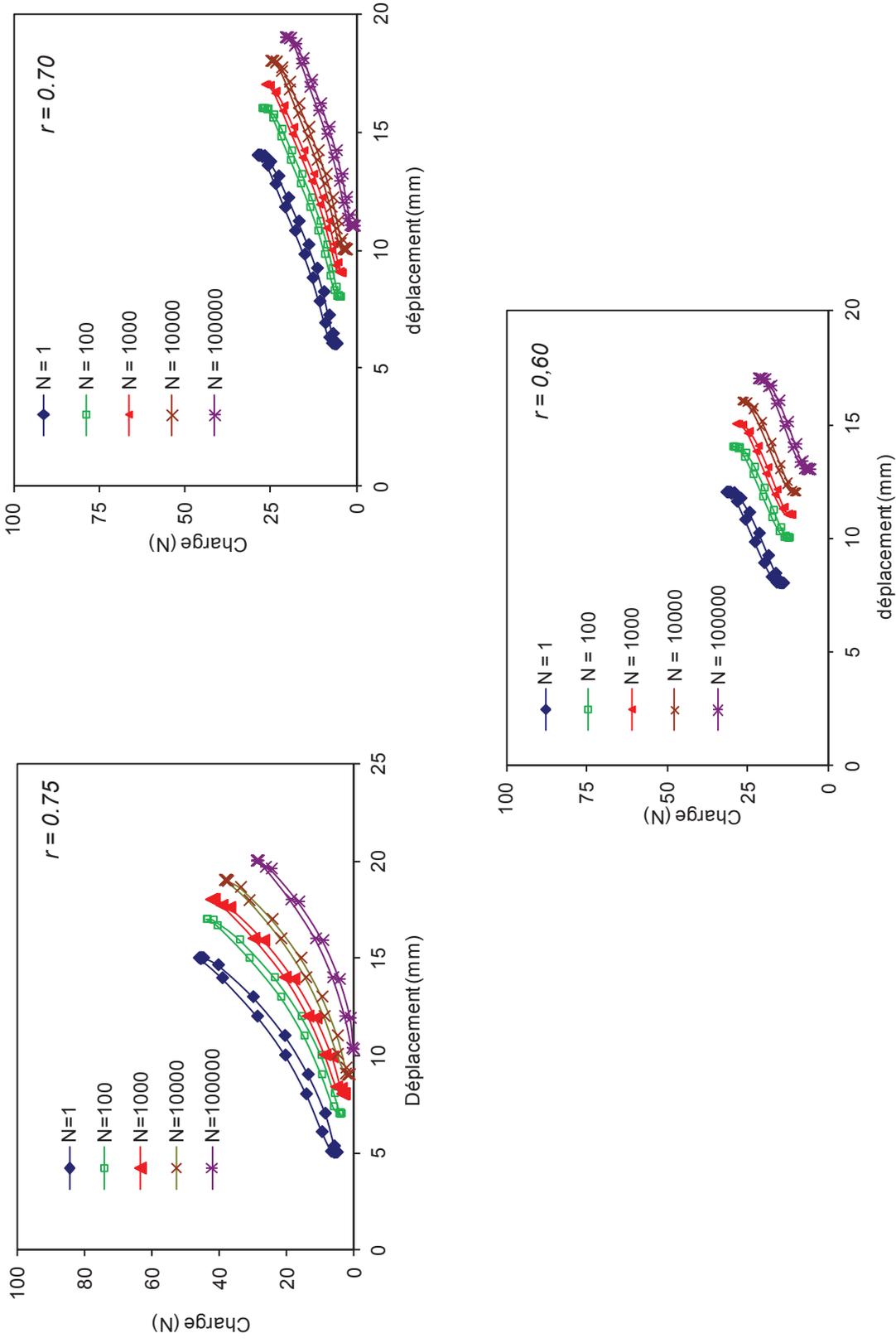
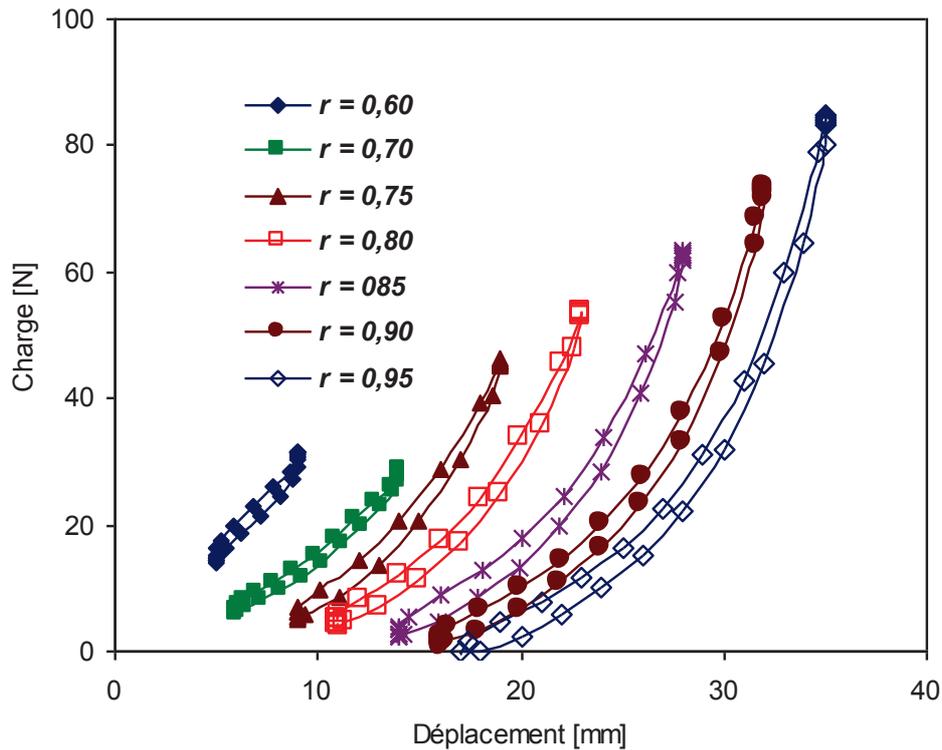


Figure 3.4. Courbe chargement-déchargement des niveaux de chargement  $r$ .



**Figure 3.5.** Hystérèse pour chaque niveau de chargement au premier cycle ( $N = 1$ ).

### 3.2.2.3 Energie dissipée

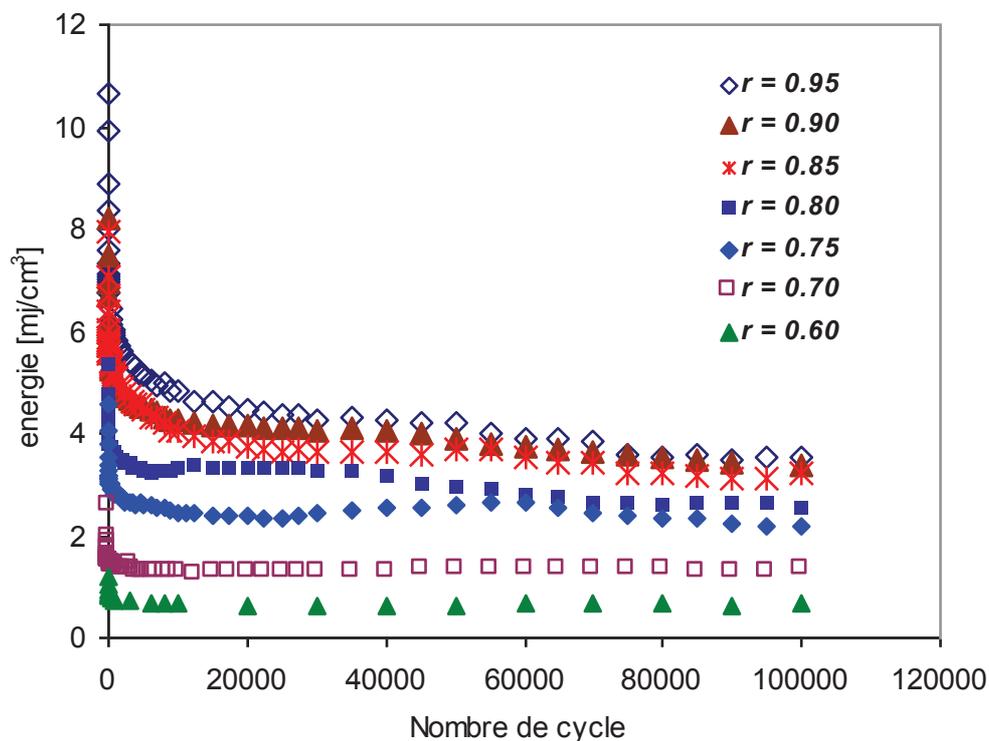
Les boucles d'hystérésis contribuent d'une façon significative à la quantification de la dissipation de l'énergie de ( $E_d$ ), qui représente l'aire de la surface balayée par la courbe de la charge et de la décharge. Pour un cycle, la dissipation de l'énergie peut être calculée par la formule suivante [1]:

$$E_d = \int_{\varepsilon_{\min}}^{\varepsilon_{\max}} \sigma d\varepsilon \quad (3.2)$$

Où  $\varepsilon_{\min}$  et  $\varepsilon_{\max}$  sont respectivement les déformations minimales maximales.

La Fig.3.6 montre la quantité d'énergie en fonction du nombre de cycles pour les différents niveaux de chargement. La variation de l'énergie dissipée par unité de volume en fonction du nombre de cycles se produit en deux stades. Le premier stade correspond à une chute brutale, tandis que le deuxième stade présente une diminution relativement lente et un comportement asymptotique. D'après les résultats obtenus il est intéressant de noter que le

comportement en fatigue présente des changements significatifs pendant la phase initiale de la durée de vie en fatigue liée à l'énergie dissipée. Les valeurs expérimentales de l'énergie ont été déterminées à partir des aires des boucles d'hystérésis. L'allure représentative de l'énergie dissipée est similaire à celle citée par [1] dans le cas des mousses polyuréthane conventionnelles. Pour  $r = 0,6$  on enregistre une petite valeur de  $E_d = 1,2 \text{ mJ/cm}^3$ , alors que pour un niveau de chargement élevé  $r = 0,95$ , elle est pratiquement 4 fois plus importante soit une valeur de  $10,6 \text{ mJ/cm}^3$ . On constate que la mousse présente un comportement hystérétique, autrement dit, elle dissipe de l'énergie à chaque cycle.



**Figure 3.6.** Perte d'énergie en compression.

#### 3.2.2.4 Mécanisme d'endommagement en compression/compression

Le mécanisme de déformation peut être lu pour une première estimation, à partir de la courbe de rigidité. D'après [2], celle-ci ne présentant qu'un seul point d'inflexion, le comportement peut être considéré de type I ou III. C'est-à-dire qu'il n'y a qu'une seule bande d'écrasement ou une déformation homogène de la structure. La bande d'écroulement qui s'est formée le long du cyclage persiste après la fin de l'essai. Tandis qu'en statique cette bande d'écroulement disparaît du fait de la viscoélasticité du polymère. Cette bande d'écroulement a été observée

par plusieurs auteurs [8, 10] dans le cas de la mousse Alporas à cellules fermées et [11] dans le cas de la mousse Rohacell à cellules fermées, sollicitées en contrôle force.

### 3.3 Essai de traction/traction

#### 3.3.1 Paramètres d'essai

Les échantillons sont toujours de formes cylindriques collées par un film d'adhésif cyanoacrylate à des pièces cylindriques en acier, afin de permettre le serrage dans les mors de la machine (figure 2.3.e). De la même manière, a été réalisé l'essai de traction en imposant un cycle de charge-décharge dont le déplacement moyen est maintenu constant, égal à 60% du déplacement à la rupture en statique, puis cyclé à des niveaux de chargement de 95%, 90%, 85%, 80%, 75%, 70% et finalement 65%.

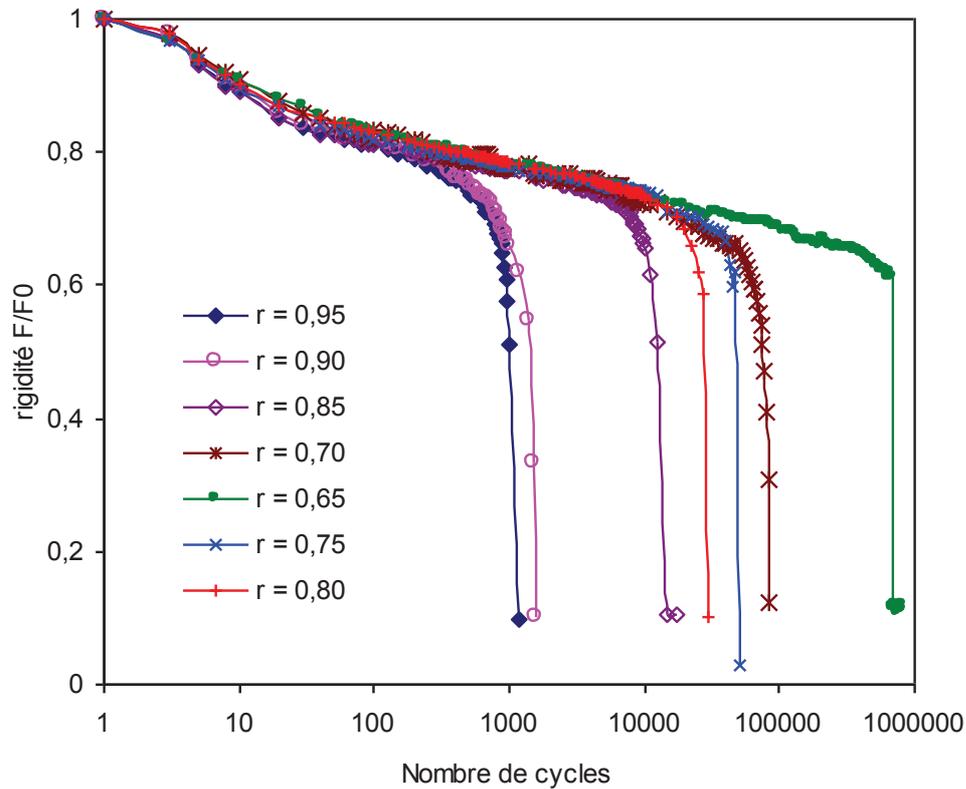
#### 3.3.2 Résultats et discussions

##### 3.3.2.1 Perte de rigidité

La figure 3.7 représente à une échelle semi-logarithmique, l'évolution de la perte de charge ( $F/F_0$ ) en fonction du nombre de cycles pour différents niveaux de chargement  $r$ . La perte de rigidité ( $F/F_0$ ) jusqu'à la rupture de l'éprouvette montre trois phases (Figure 3.7) : dans un premier temps se manifeste une diminution brutale du rapport  $F/F_0$  dès les premiers cycles, la diminution devient ensuite lente dans la deuxième phase, correspondant à la quasi-totalité de la durée de vie de l'éprouvette et enfin dans la troisième phase très courte où la perte de rigidité s'accélère brutalement jusqu'à la rupture de l'éprouvette. Il est clair que les résultats obtenus montrent que la fatigue de la mousse PVDF est plus accentuée pour des niveaux de chargement élevés (0,95 et 0,90) qu'à celle de niveau faible (0,65; 0,70).

L'observation de la réponse de la courbe  $F/F_0$ -N est typique à celle des poutres sandwich à cœur de mousse [7]. Nous avons constaté évidemment une perte de rigidité de 10% pendant les 8 et 10 premiers cycles et cela pour tous les niveaux de chargement. Pour les niveaux de chargement élevés  $r = 0,95$ , on enregistre une rupture après 1000 cycles, alors que dans le cas des mousses auxétiques pour le même chargement, la mousse s'écroule après 5000 cycles tandis que la mousse conventionnelle ne l'est qu'après 200 cycles. Selon [3], pour des niveaux faibles, il n'y pas d'effondrement total de la mousse auxétique même après 1 millions de cycles, alors que la défaillance de la mousse conventionnelle se fait à 550000 cycles. Dans le cas de la mousse PVDF la défaillance à faible niveau de chargement est à 800000 cycles.

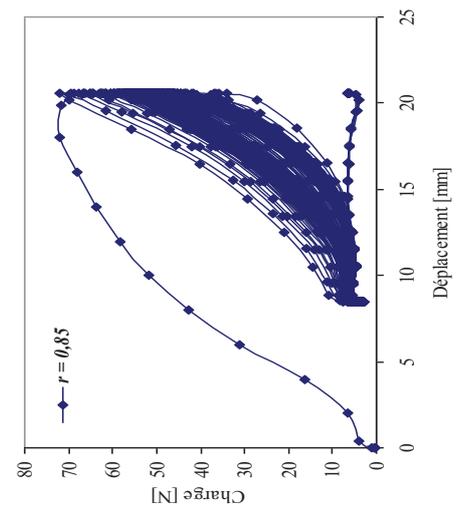
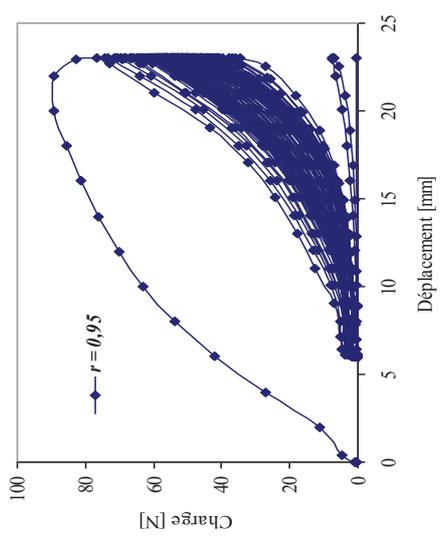
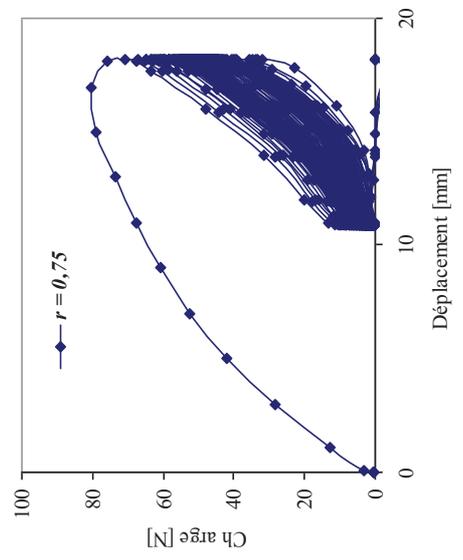
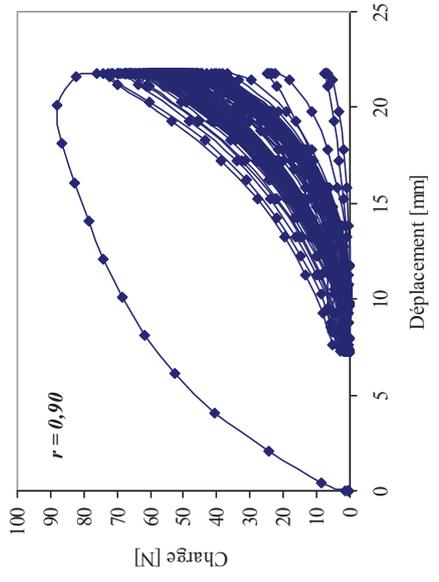
Donc la mousse auxétique présente une longévité relativement élevée par rapport à celle des mousses PVDF et conventionnelles. Zenkert et *al.*[4] trouve que la durée de vie des mousses Rohacell à cellules fermées rigides cyclée en contrôle force est de 1 million de cycles alors que les mousses divinycell ductiles, elle est de 5 millions de cycles. Alors que pour des niveaux de chargements élevés c'est le contrario.



**Figure 3.7.** Perte de rigidité en fonction de nombre de cycles en traction.

### 3.3.2.2 Boucles d'hystérésis

Le suivi et l'analyse de la forme d'hystérésis lors d'un essai de fatigue constituent un moyen efficace de détecter le début d'un endommagement de l'échantillon. L'allure de la boucle d'hystérésis en traction ressemble à celle en compression, mais elles sont plus larges. Cet élargissement de la boucle signifie que l'endommagement de la mousse est plus important qu'en compression (figure 3.8 et 3.9). Pour un même déplacement maximal, on obtient une diminution de la charge jusqu'à la fin de l'essai. La figure 3.8 montre la distorsion de la dernière boucle caractérisant la ruine de l'échantillon, tandis que la figure 3.9, illustre l'allure des courbes charge-décharge. On remarque que pour les niveaux de chargement faible, l'allure est quasi elliptique, alors que pour les niveaux élevés elle présente une tendance exponentielle, le même constat qu'en compression.



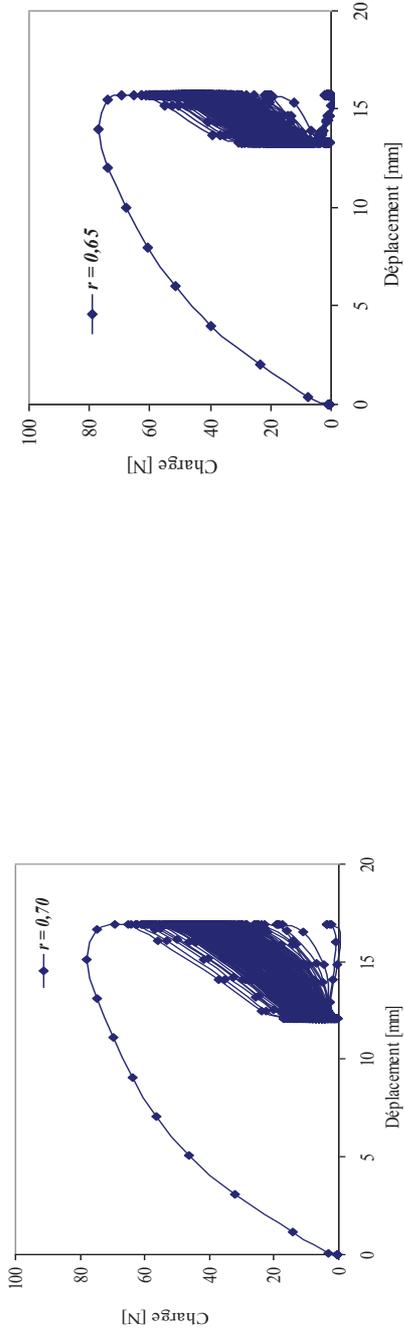
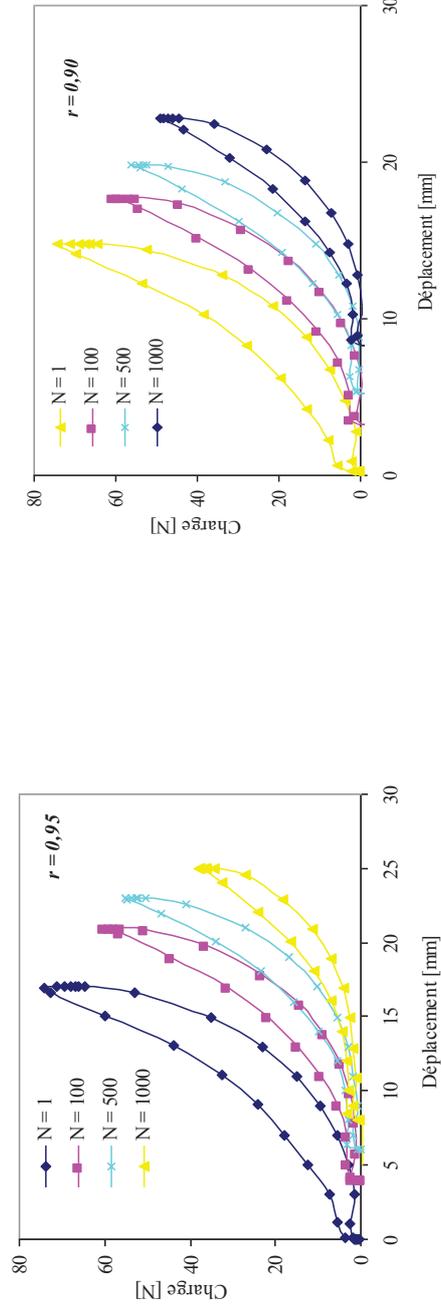


Figure 3.8. Evolution des cycles d'hystérésis au cours de l'essai de fatigue en traction.



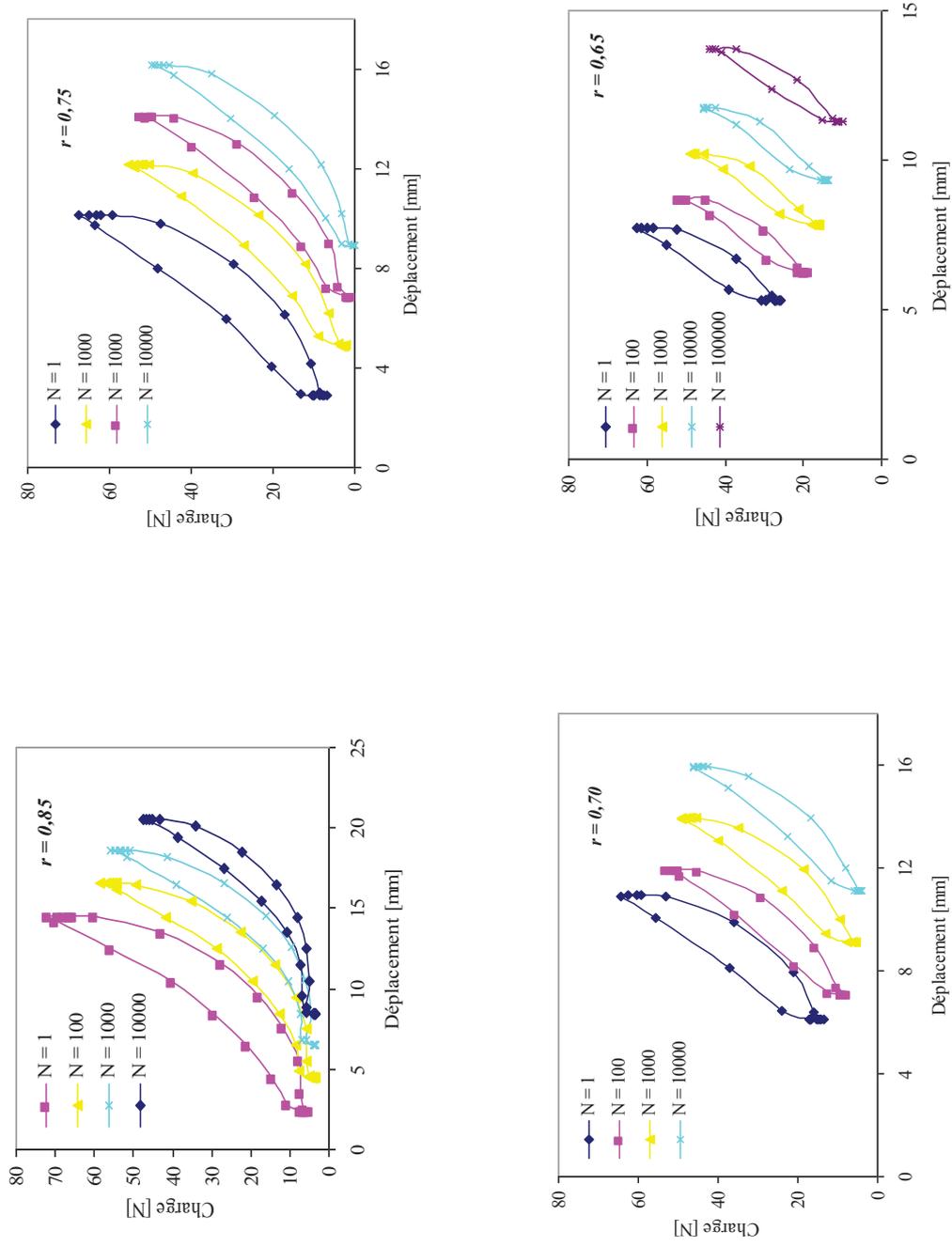
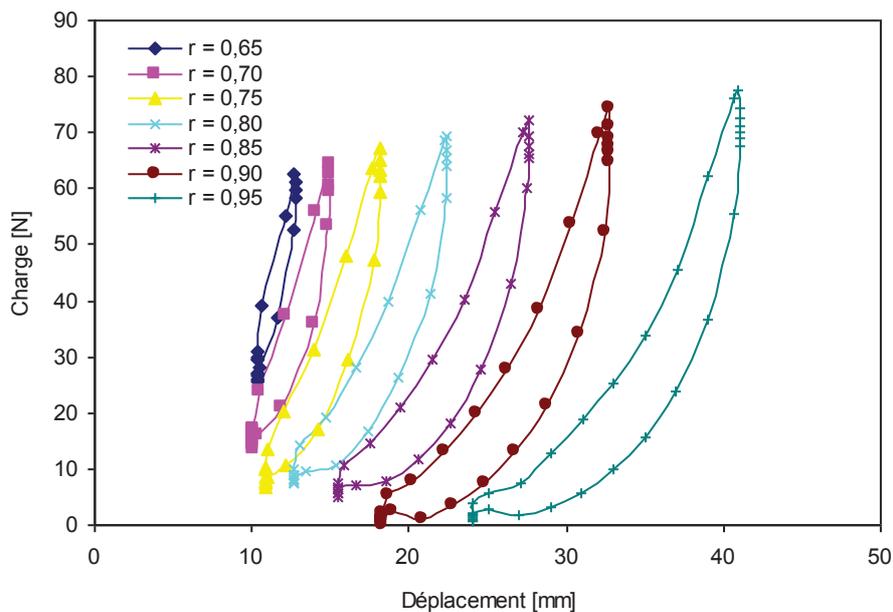


Figure 3.9. Boucles d’hystérésis des niveaux de chargement

### 3.3.2.3 Energie dissipée

L'énergie de dissipation  $E_d$  par unité de volume ( $\text{mJ}/\text{cm}^3$ ) en fonction du nombre de cycles  $N$  et du niveau de chargement est illustrée dans la figure 3.10. Le nuage de points nous montre clairement que l'évolution de  $E_d$  en fonction de  $N$  se produit en deux stades. Le premier correspond à une dégradation brutale, tandis que le deuxième stade est un quasi plateau. L'allure représentative de l'énergie dissipée est similaire à celle citée dans [1] dans le cas des mousses polyuréthane conventionnelles et auxétiques. Pour  $r = 0,65$  on enregistre une petite valeur de  $E_d = 3,20 \text{ mJ}/\text{cm}^3$ , alors que pour un niveau de chargement élevé  $r = 0,95$ , elle est pratiquement 10 fois plus importante soit une valeur de  $32,56 \text{ mJ}/\text{cm}^3$ . D'après la figure ci-dessous, il a été constaté que les échantillons de plus hauts niveaux sont les plus sensibles aux changements d'énergie de déformation, présentant par conséquent la plus haute hystérésis. Cela peut être attribué à la perte d'énergie pendant la déformation afin de briser les parois de la mousse. L'hystérésis élevée donne une indication de l'ampleur de la perte d'énergie.



**Figure 3.10.** Boucle d'hystérésis en traction pour différents niveaux de chargement.

La figure 3.13 représente un histogramme permettant une comparaison quantitative des énergies dissipées en traction et en compression. Comme on peut le voir sur le graphique l'énergie dissipée en traction est nettement plus grande que celle dissipée en compression. Cette grandeur est plus élevée, de l'ordre de 10 fois dans le cas du niveau  $r = 0,95$ , puis 2, à 3 fois pour les niveaux (0,85; 0,75; 0,7). La mousse PVDF à cellules fermées est plus résiliente

que la mousse PU à cellules ouvertes. Alors que la mousse auxétique présente une résilience plus élevée.

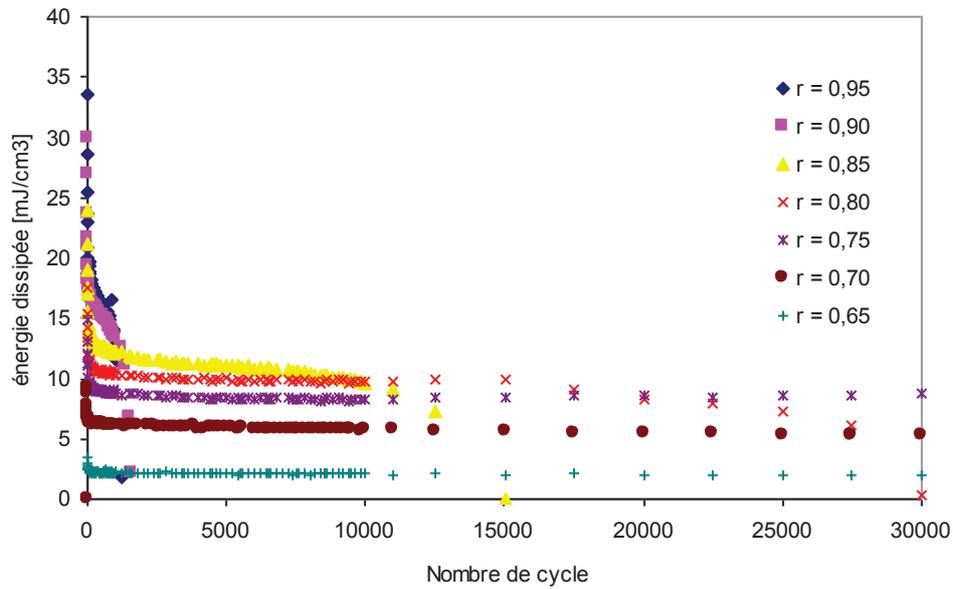


Figure 3.11. Dissipation d'énergie en traction en fonction du nombre de cycle.

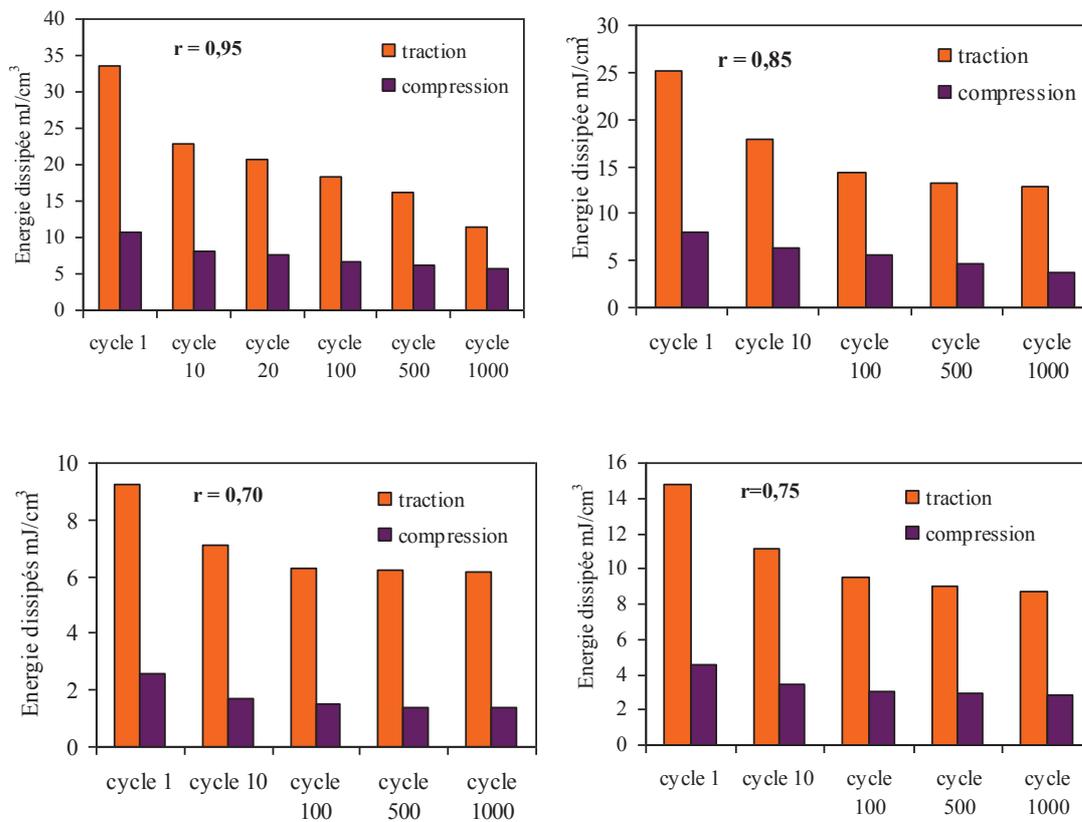
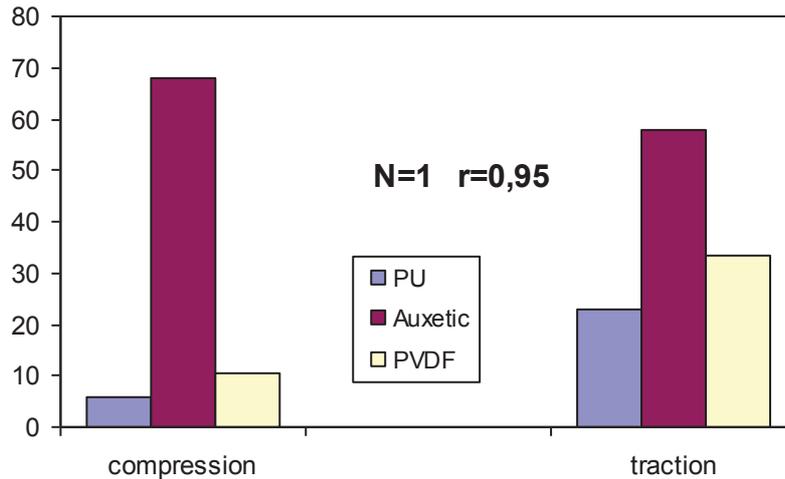


Figure 3.12. Comparaison de l'énergie dissipée en traction et en compression.



**Figure 3.13.** Comparaison de l'énergie dissipée en traction et en compression.

#### 3.3.2.4 Courbe de whöler

Différents critères de la durée de vie, ont été considérés dans la littérature afin de déterminer les performances des matériaux en fatigue. Ces critères sont établis à partir des courbes donnant l'évolution de la charge en fonction du nombre de cycles.  $N_s$ ,  $N_3$ ,  $N_5$ ,  $N_{10}$  et  $N_R$  correspondent respectivement au nombre de cycles à la fin du domaine linéaire, à des chutes de 3%, 5%, 10% de la rigidité par rapport à sa valeur initiale et au nombre de cycles nécessaire à la rupture complète de l'éprouvette. Il a été noté que le critère  $N_s$  est le plus sévère parce qu'il caractérise le nombre de cycle à la fin du domaine linéaire. La perte de rigidité est l'une des méthodes les plus utilisées pour suivre le dommage par fatigue. Étant donné que la courbe de la perte de rigidité est similaire à celle des sandwichs nous avons opté l'équation proposée par Mandell [6], pour suivre le dommage par fatigue dans les composites dans le cas de traction en fatigue en contrôle déplacement:

$$\sigma = UTS - B \cdot \log N_R \quad (3.3)$$

Où les constantes  $UTS$  et  $B$  dépendent respectivement du type du matériau et des conditions de chargement, et  $N_R$  est le critère de rupture. Plus précisément,  $UTS$  indique le comportement monotone dictée par le chargement à vitesse de déformation, tandis que  $B$  est directement lié au phénomène de fatigue. Afin de comparer le comportement en fatigue des différents types de matériaux, Caprino et Giorleo [5] ont proposé la courbe normalisée suivante

$$\frac{\sigma}{\sigma_t} = 1 - B \cdot \log N_{10} \quad (3.4)$$

En considérant l'équation (3.3) et (3.4) la variation du niveau de chargement  $r$  comme fonction du nombre de cycles  $N$  peut être décrit par une simple équation [6]

$$r = A - K \cdot \log N_R \quad (3.5)$$

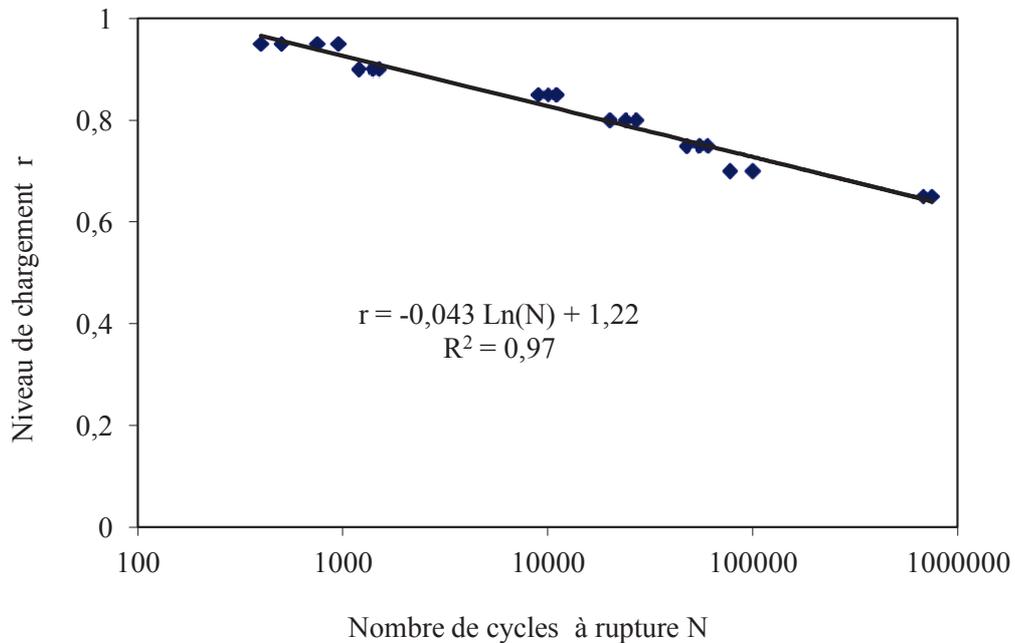
Cette forme de description permet de mieux visualiser la tenue en fatigue des matériaux par l'intermédiaire de la valeur intrinsèque  $B$ , représentant la pente de la droite d'endurance. Cette valeur correspond au taux de chute du niveau de chargement admissible exprimé en % décade par cycle. La valeur de  $B$  du sandwich constitué par la mousse de masse volumique élevée est la plus faible comparativement aux autres sandwiches (tableau 2.10). Pour un niveau de chargement donné la durée de vie augmente lorsque la masse volumique de l'âme augmente.

La figure 3.15 montre la courbe S-N de la mousse PVDF. Les valeurs de  $A$  et  $K$  sont 1,22 et -0,043 (avec  $R^2 = 0,97$ ). La mousse PVDF présente une plus forte diminution du taux de chargement relativement à celui des mousses auxétiques et conventionnelles (-0,036 et -0,03 respectivement) [3]. Cependant, la mousse PVDF montre un rapport de chargement statique similaire à celui de la mousse à coefficient de poisson négatif (1,22), et 18% plus élevé que celui des mousses conventionnelles PU [3].

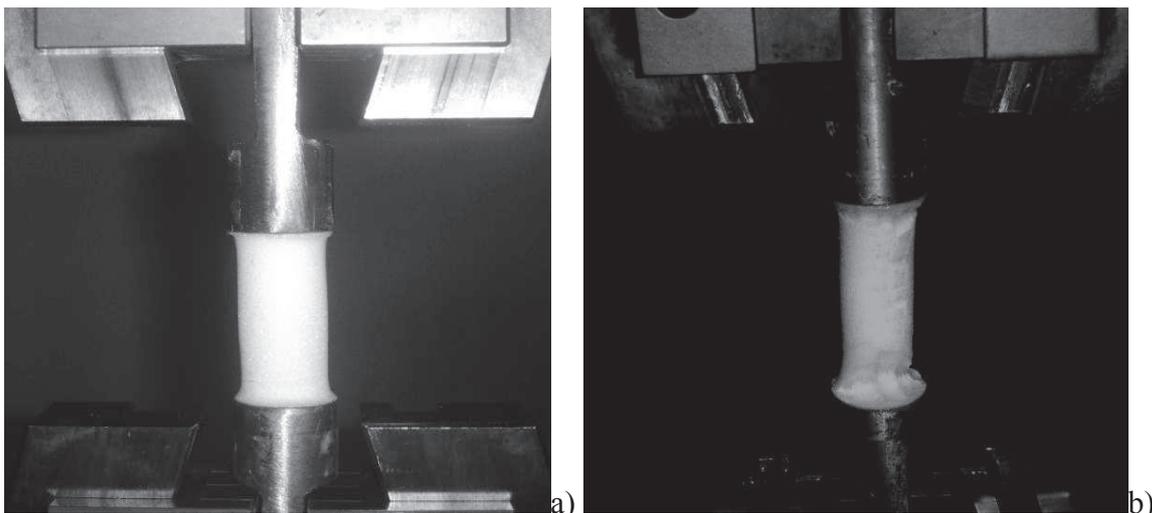
### 3.3.2.5 Mécanisme d'endommagement en traction/traction

Les observations macroscopiques sur le mécanisme d'endommagement de la mousse PVDF testée au cours du cyclage peuvent être visualisées par la figure 3.15. Au début du chargement, on enregistre l'apparition de cavités et des microfissures le long de l'échantillon et une décohésion qui se manifeste par un étirement important de la matière au côté inférieur et supérieur comme le montre la figure 3.15. Les cavités ou les microfissures s'allongent ensuite suivant la direction de la charge. L'endommagement est plus sévère aux interfaces échantillon/étalon, où se produit la ruine. Pour des niveaux de chargement élevés l'endommagement se produit pour des centaines de cycles. Par contre pour des faibles niveaux de chargement, la ruine est plus progressive, en fonction du nombre de cycles. Ce mode de rupture a été observé dans le cas des mousses auxétiques Bezazi et al. [3], mais la striction est plus ou moins éloignée de l'interface et on n'observe pas d'étirement de la matière; ceci est dû principalement au comportement intrinsèque de la structure réentrante de

la mousse. Dans le cas de la mousse conventionnelle la striction se produit au milieu de la section droite, comme c'est le cas de la plupart des aciers et des métaux. Dans son travail Zenkert et *al.*[4] n'a pas observé ce mode de rupture que lorsque la mousse Rohacell a été sollicitée en cisaillement.



**Figure 3.14.** Courbe de Whöler.



**Figure 3.15.** Mécanisme de déformation de la mousse PVDF.

### 3.4 Conclusion

Dans ce chapitre nous avons mis l'accent sur le comportement en fatigue cyclique, en contrôle déplacement, des mousses PVDF sollicitées en compression-compression et en traction-traction. La perte de rigidité de la mousse PVDF en compression se déroule en deux stades: l'un rapide et l'autre progressive, ne montrant pas un plateau de stabilité connu sous le nom d'effet Mullins, comme c'est le cas des élastomères, des tissus mous et d'autres structures cellulaire. La perte de rigidité diminue en fonction du niveau de chargement et du nombre de cycles de chargement. Par contre en traction la dégradation de la rigidité présente trois stades distincts: le premier est brusque ceci est lié au déplacement moyen imposé au début, puis survient une diminution plus ou moins progressive selon le niveau de chargement appliqué et enfin une rupture finale qui caractérise la durée de vie en traction.

Les essais cycliques conduisent aux conclusions suivantes:

1. Les courbes charge-déplacement dans le premier chargement sont fortement non linéaires.
2. Les diagrammes charge-déplacement pendant le déchargement sont concaves. La différence entre la courbe de chargement-déchargement devient très faible au fur à mesure que le nombre de cycles augmente.
3. Les boucles d'hystérésis des cycles de chargement ont été quantifiées en mesurant l'aire comprise entre la montée en charge et la décharge. Celles-ci représentent l'énergie dissipée par le matériau au cours du cycle. L'aire diminue très rapidement dès les 100 premiers cycles de l'essai et se stabilise au millième cycle.
4. L'énergie dissipée est plus élevée pour des niveaux de chargement élevés.
5. Les énergies dissipées en traction sont plus importantes que ceux obtenues lors de la compression de la mousse PVDF pour un même niveau de chargement. De plus la mousse auxétique est plus résiliente que la mousse PVDF et conventionnelle.
6. La durée de vie a été évaluée dans le cas de la traction où nous avons tracé la courbe S-N, qui présente une pente plus raide, relativement à celle des mousses auxétiques et conventionnelles. En compression, les éprouvettes testées ne se sont pas rompues, à cet effet, nous n'avons pas extrapolé une durée de vie pour représenter les résultats sur une courbe S-N.

7. Le mécanisme d'endommagement en compression est caractérisé par l'apparition d'une bande d'effondrement, celle-ci entraîne une déformation homogène de la structure, si on considère que le comportement est de type I ou III.

8. Le mécanisme de rupture en traction se manifeste par l'apparition de cavité le long de l'échantillon et d'un étirement de la matière au niveau des cols de liaison.

## Références

- [1] Bezazi Abderrezak and Fabrizio Scarpa. Mechanical behaviour of conventional and negative poisson's ratio thermoplastic polyurethane foams under compressive cyclic loading. *International Journal of Fatigue*, 29:922–930, 2007.
- [2] Fleck N.A. Gibson L.J. Hutchinson J.W. Ashby M.F., Evans A.G and H.N.G. Wadley. *Metal Foams: A Design Guide*. Boston: Butterworth-Heinemann, 2000.
- [3] Bezazi Abderrezak and Fabrizio Scarpa. Tensile fatigue of conventional and negative poisson's ratio open cell PU foams. *International Journal of fatigue*, 31(3):488–494, 2009.
- [4] Zenkert D., Shipsha A., and Burman M. Fatigue of closed cell foams. *J. of Sandwich Struct. & Mat.*, 8 (6):517–538, 2006.
- [5] Caprino G and Giorleo G. Fatigue lifetime of glass fabric/epoxy composites. *Compos Pt A: Appl Sci Manuf*, 30:299–304, 1999.
- [6] Mandell G. Fatigue behaviour of fibre resin composites: developments in reinforced plastics. Page 67–107. London - New London/New York: Applied Science Publishing, 1992.
- [7] Burman M. and Zenkert D. Fatigue of foam core sandwich beams, part i: Undamaged specimens. *International Journal of Fatigue*, 19(07):551–561, 1997.
- [8] Harte A. M., Fleck N.A., and Ashby M.F. Fatigue failure of an open and a closed cell aluminium alloy foam. *Acta Materialia*, 47(8):2511–2524, 1999.
- [9] Shen Y., Golnaraghi F., and Plumtree. Modelling compressive cyclic stress-strain behaviour of structural foam. *International Journal of fatigue*, 23:491–497, 2001.
- [10] Sugimura Y., Rabie A. I, Evans A.G., Harte A.M., and Fleck N.A. Compression fatigue of a cellular al alloy. *Materials Science and Engineering*, A269:38–48, 1999.
- [11] Dan Zenkert and Magnus Burman. Tension, compression and shear fatigue of a closed cell polymer foam. *Composites Science and Technology*, 69(6):785–792, 2009.

*Chapitre 4:*

*Relaxation de la mousse PVDF*

## Relaxation de la mousse PVDF

### 4.1. Introduction

Les deux principaux essais couramment utilisés pour caractériser la viscoélasticité d'un matériau sont la relaxation et le fluage. Ces deux types d'essai mettent l'accent sur le facteur temps, afin d'établir une dépendance entre contrainte déformation et temps. Cette dépendance dans les polymères est plus importante que dans d'autres matériaux, où il devrait être prudent dans la définition des paramètres comme le module et la complaisance qui résulte d'une application d'un niveau de contrainte ou de déformation pour un temps prédéfinis. Selon la durée de l'essai, la composante élastique ou la composante visqueuse sera prépondérante et on assistera à un comportement à la fois élastique, et visqueux dit viscoélastique. Celle-ci correspond au comportement réel de la majorité des polymères, le bois et les tissus humains.

Vue les applications diverses des mousses polymères dans l'ingénierie, en plus du manque d'études bibliographiques sur la relaxation des mousses et plus précisément la mousse PVDF, nous avons pensé qu'une étude des propriétés viscoélastiques serait nécessaire pour une compréhension plus approfondie de son comportement. La grande majorité des études bibliographiques a été consacré aux essais dynamiques généralement réalisés dans le domaine fréquentiel. L'essai de fluage des mousses a pris aussi une partie considérable, tandis que peu de travaux ont été publiés sur la relaxation.

Ce chapitre vise donc à la caractérisation de la viscoélasticité de la mousse PVDF, où nous allons d'une part évaluer l'effet du temps sur la sollicitation mécanique et d'autre part déterminer l'effet de la déformation imposée sur l'adoucissement de la contrainte.

## 4.2. Essai de relaxation.

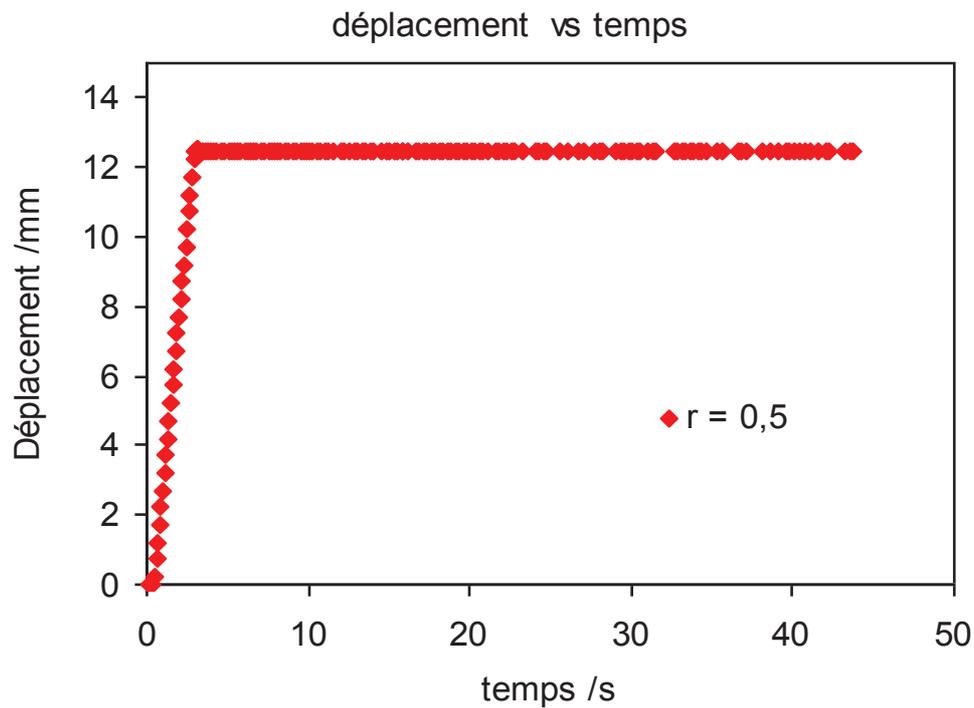
### 4.2.1. Protocole de l'essai

Les échantillons utilisés sont de la même forme que celles utilisées dans les essais statiques et fatigues cycliques. Aucun traitement ou vieillissement n'ont subi avant ou après l'essai de relaxation. Ces échantillons ont été découpés à partir de la plaque. On note aussi qu'aucune lubrification n'a été placée entre l'échantillon et les cylindres de compression supérieure et inférieure. Plus de 26 échantillons ont été utilisés pour réaliser tous les niveaux de chargement. Une durée de 48h a été choisie. Cette durée est relativement longue comparée aux essais de courte durée qui peut nous permettre de vérifier la pertinence des taux de relaxation calculés d'après les mesures ainsi réalisées. Elle reste cependant faible comparé à des essais de fluage présentés dans la littérature pouvant durer jusqu'à plusieurs mois.

Afin de déterminer la dépendance du niveau de chargement sur la relaxation, plusieurs niveaux ont été appliqués de 10 % (0,1) jusqu'à 85 % (0,85). Ces essais ont été réalisés sous une température moyenne de 22°C. La fréquence de conservation des données est prise égale à 10 Hz. La vitesse de la traverse lors du chargement est de 300 mm/min. Les essais de relaxation sont réalisés sur la même machine Zwick et les mêmes conditions environnementales que celles des essais de fatigue. Les échantillons sont placés entre deux plateaux de compression de la machine Zwick. A partir du logiciel *Textexpert* on fait entrer le déplacement correspondant à chaque niveau de chargement. Ce taux de compression est donné par

$$r = h / h_0 \quad (4.1)$$

La figure 4.1 montre le profil du déplacement de l'échantillon dans le cas du niveau de chargement  $r = 0,5$ . A la fin de chaque essai la collecte de données dans le fichier de sortie se dispose de cinq colonnes: le temps (s), la charge (N), capteur de traverse, cycle.



**Figure 4.1.** Consigne de pilotage de l'essai de relaxation.

Dans chaque tracé, on a une première phase, généralement une augmentation non linéaire de la charge en fonction du temps, correspondant à la phase de chargement de l'essai. A la fin de cette compression, la force atteint un point de pic quand le niveau de déplacement désiré est atteint. Ce pic se produit à peu près à 3s dans le cas du chargement de la figure 4.3. Après ce point, la force diminue pour le reste de l'essai pendant que le déplacement est maintenu constant. Le pic de contrainte observé après la mise en charge est habituellement modélisé par la viscosité ; cette dernière se caractérise par l'existence d'une contrainte qui s'oppose aux variations de la déformation du matériau. La courbe a été limitée pour une durée de 50 secondes afin de montrer la correspondance des deux pics. Les autres courbes correspondant aux différents niveaux se trouvent en annexe.

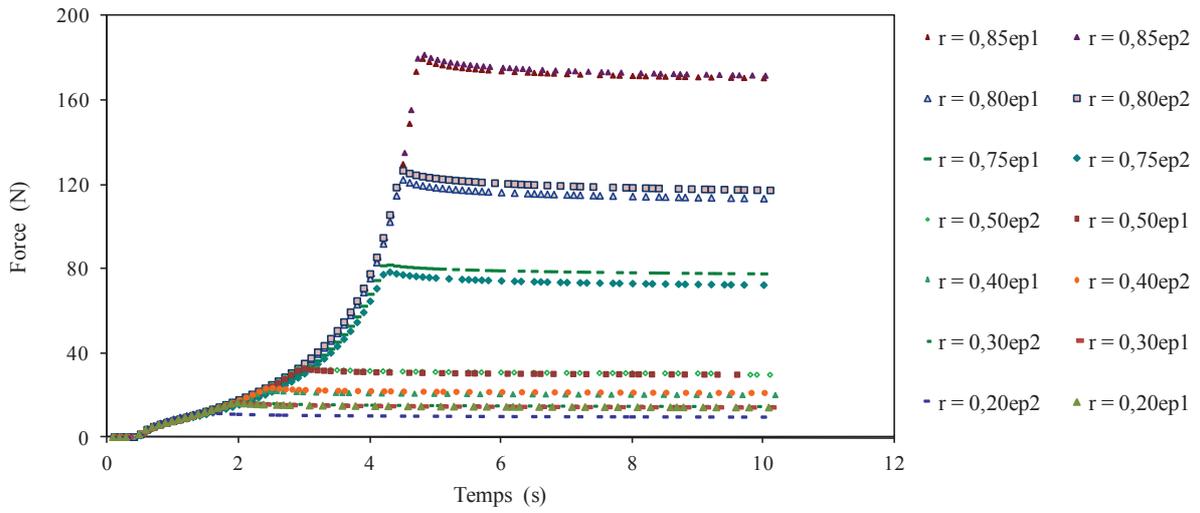


Figure 4.2. Répétabilité des essais.

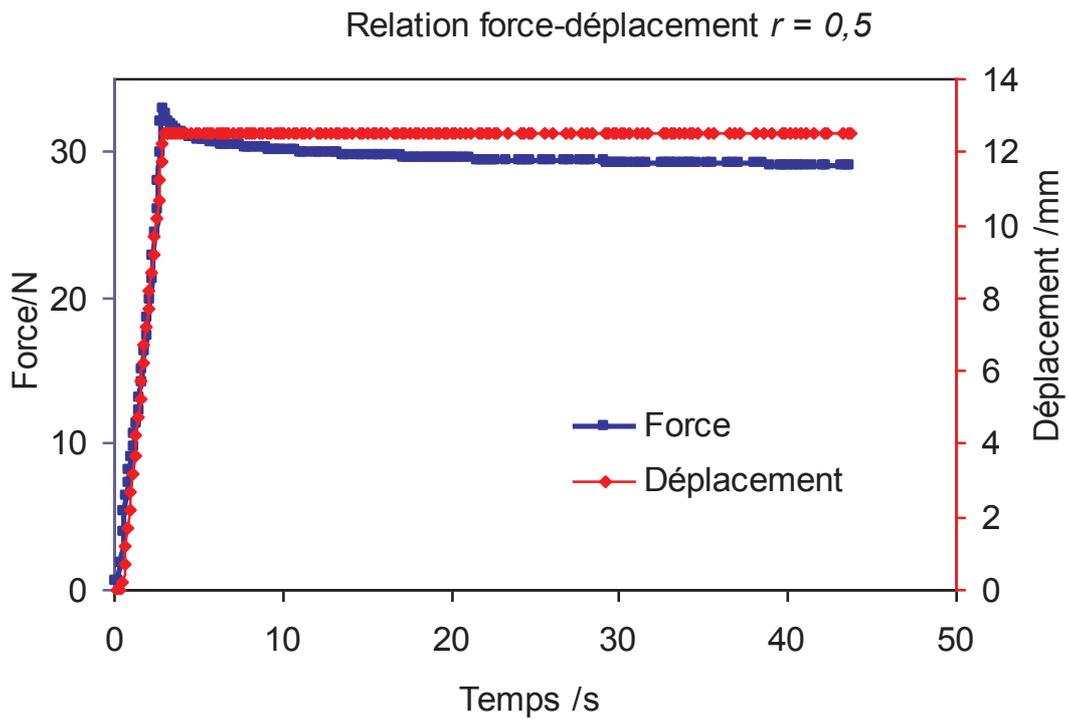


Figure 4.3. Consigne force-temps de la relaxation.

### 4.2.2. Résultats et discussions

En faisant varier les niveaux de chargement la réponse des échantillons varie significativement. La figure 4.4 montre le comportement des éprouvettes testées à différents niveaux de chargement. Étant donné que le tracé des ces courbes commencent à différents pics de charge, les comportements de relaxation sont difficiles à comparer directement. Pour avoir une idée sur la manière à laquelle la charge se relaxe sur l'ensemble des échantillons testés, la charge au cours de la relaxation est rapportée à la force maximale  $F_{\max}$  atteinte à la fin de la phase de chargement.

Cela donne des courbes charge-temps ajustées commençant par le point (0;1). Ceci peut être considéré comme représentant du pourcentage de la charge totale induite restant dans l'échantillon à tout moment après le début de la période de relaxation. Comme on peut le voir sur la figure 4.5, le taux de relaxation diminue avec la diminution du niveau de chargement. On constate que la tendance des courbes en relaxation est similaire à celles de la perte de charge dans le cas de la fatigue cyclique en compression. Cela nous laisse penser que le même mécanisme de relaxation régit la fatigue. La réponse de relaxation montre deux zones différentes, une première qui est caractérisé par une chute brusque de la rigidité puis survient une dégradation progressive de la rigidité avec le temps sans tout de même atteindre un état d'équilibre proche d'une asymptote.

### 4.2.3. Module de Relaxation

Le module de relaxation est une autre façon de tracer les données obtenues à partir des essais de relaxation. Il est obtenu en divisant la contrainte par la déformation totale appliquée (eq.4.2).

$$E(t) = \frac{\sigma(t)}{\varepsilon_0} \quad (4.2)$$

Où  $\sigma(t)$  est la contrainte, à l'instant  $t$  et  $\varepsilon_0$  est la valeur de la déformation instantanément appliquée.

Dans la figure 4.4 on remarque que pour les déformations de faibles niveaux, l'allure montre un quasi plateau alors qu'en portons sur une échelle log-log, le module présente une non linéarité (figure 4.6).

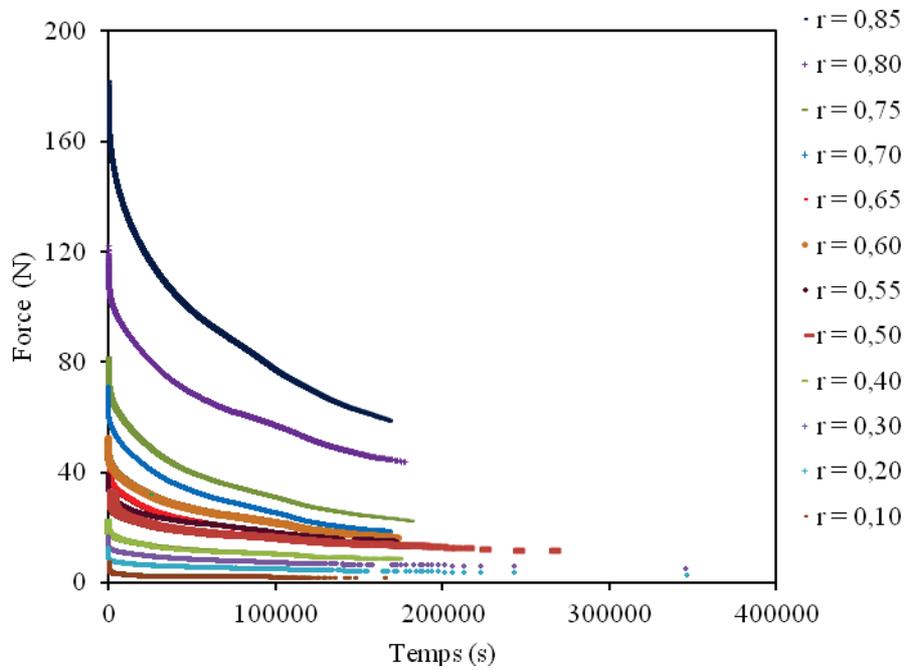


Figure 4.4. Courbes charge-temps.

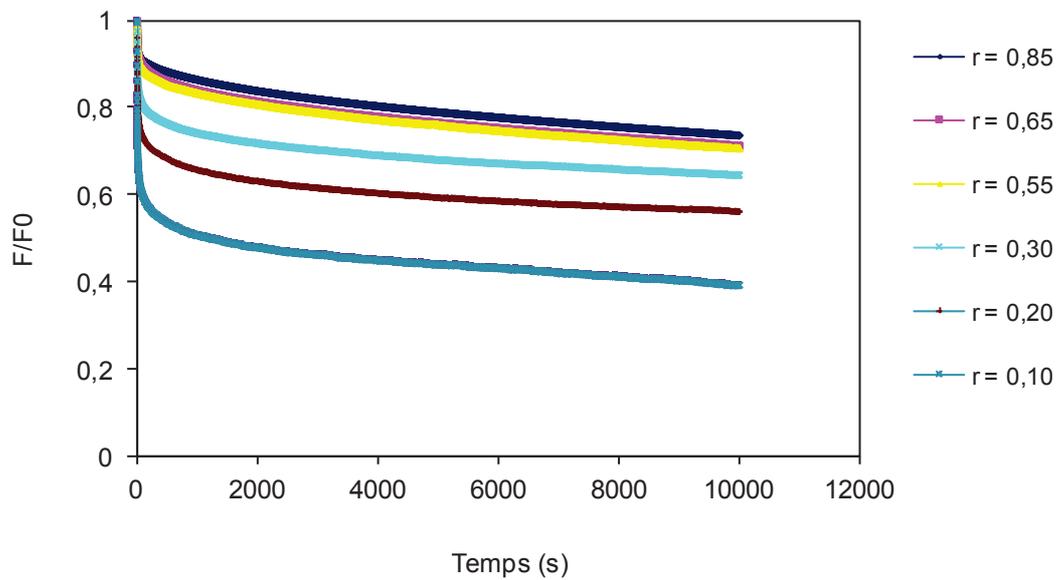
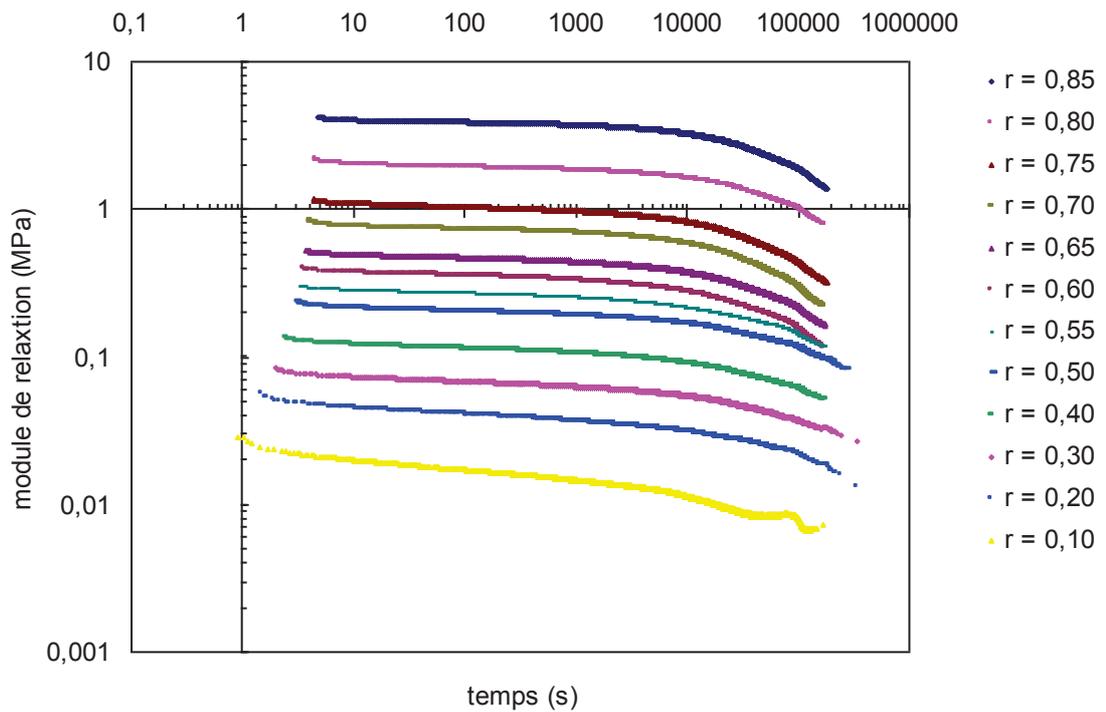


Figure 4.5. Perte de charge versus temps.

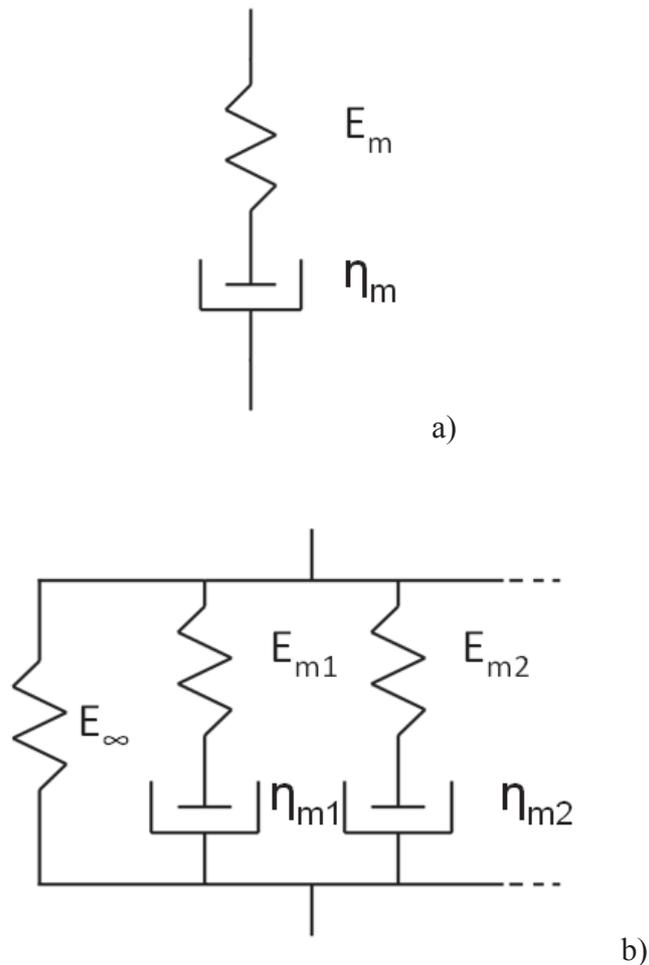
Les pentes ne sont pas les mêmes pour toutes les conditions de chargement et dépendent de ces dernières. Les courbes ne se réduisent pas à une courbe unique (courbe maîtresse). Nous n'avons pas observé la présence d'une valeur asymptotique  $E_\infty$ . Cette constatation est en très bon accord avec les observations de Chimay U. Bhatt *et al.* [2]. Ce dernier a étudié la relaxation de contraintes en compression sur des mousses Métalloène à base de polyoléfine. Ils ont constaté que la relaxation de ces mousses à cellules fermées présentent deux stades: d'abord une relaxation rapide aux temps très courts (relaxation instantanée), due principalement à la relaxation des chaînes de polymère constituant la matrice, et une relaxation aux temps long dominée par la diffusion du gaz piégé dans les cellules fermées à travers la matrice polymère [9]. Il faut aussi noter que la valeur  $E_\infty$  a été observée dans le cas des mousses RTV après 82 heures [5].



**Figure 4.6.** Module de relaxation versus temps.

#### 4.2.4. Modèle de Maxwell

Le modèle de Maxwell généralisé est le modèle le plus utilisé pour modéliser le comportement des matériaux viscoélastiques en relaxation. Ce dernier est constitué de  $n$  modèles de Maxwell ( $\eta_i, E_i$ ) montés en parallèle (Figure 4.8). Dans l'expression de la relaxation chaque couple ( $E_i, \eta_i$ ) définit une cellule de Maxwell. Cette modélisation revient à approcher la relaxation du matériau par une somme de fonctions exponentielles définies par les paramètres  $E_i$  et  $\tau_i$  (l'équation 4.3). L'avantage d'une telle méthode est de pouvoir utiliser autant de couples de paramètres ( $E_i$  et  $\tau_i$ ) nécessaires pour obtenir une description fidèle. D'ailleurs, le modèle est entièrement défini par les  $n$  couples de paramètres ( $E_i$  et  $\tau_i$ ) qui constituent le spectre de la fonction  $G(t)$  [3].



**Figure 4.8.** Représentation symbolique du modèle de Maxwell. a) simple, b) généralisé.

Les termes de l'équation fournis les valeurs des paramètres de  $\tau_i = \eta_i / E_i$  où  $\eta_i$  représente le coefficient de viscosité (résistance à l'écoulement) de i-th élément du model dans la figure 4.8 (a). Les  $n$  pairs  $(E_i, \eta_i)$  correspondent respectivement aux réponses différées du matériau lors d'un essai de relaxation. Les grandeurs  $\tau_i$  correspondent aux temps caractéristiques de relaxation, elles sont donc positives. Les termes  $E_\infty$ , et  $E_i$  sont également tous positifs ou nuls. Il existe des écritures plus rigoureuses que l'équation présentée en (4.3) qui sont appelées respectivement spectre continu de retardation et spectre continu de relaxation faisant intervenir des intégrales à la place des sommes. Cette écriture ne sera pas présentée ici puisqu'elle n'est pas utilisée pour cette thèse.

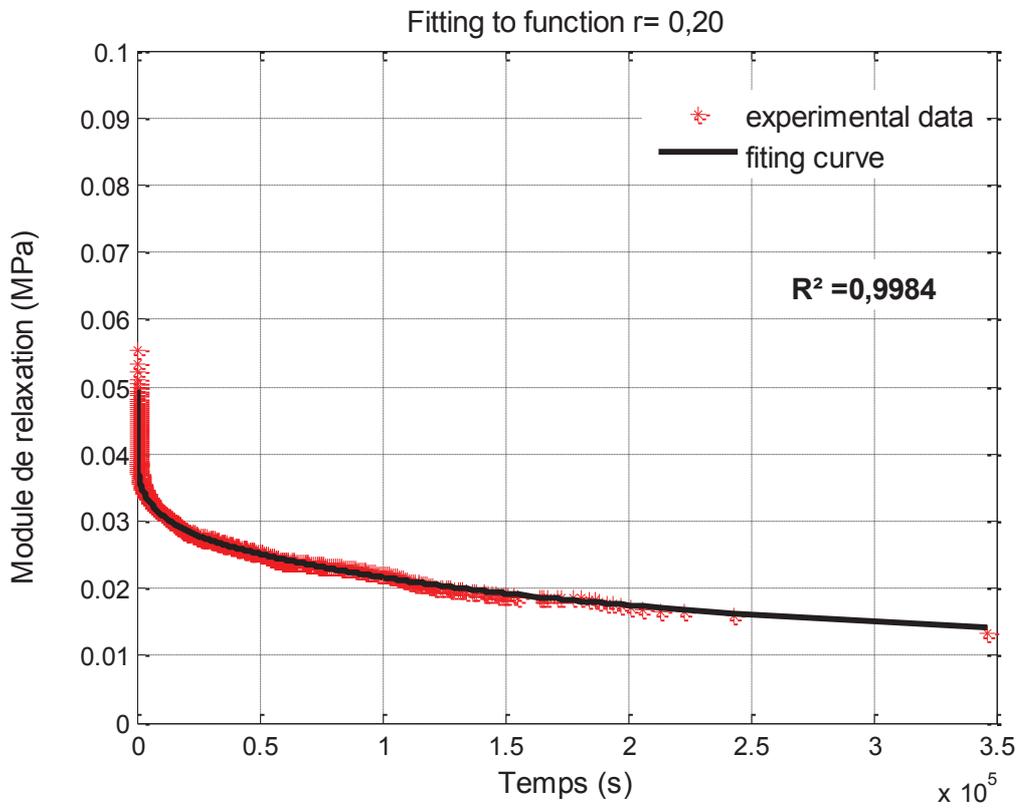
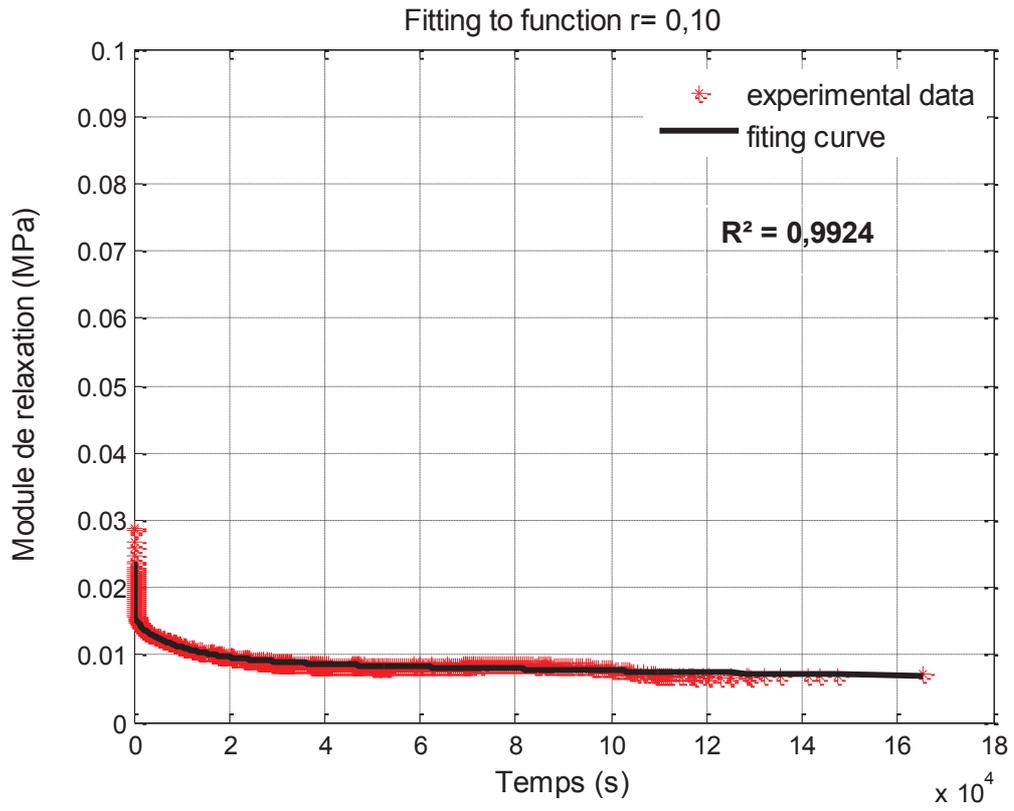
$$E(t) = E_\infty + \sum_{i=1}^n E_i \left[ \exp\left(-\frac{t}{\tau_i}\right) \right] \quad (4.3)$$

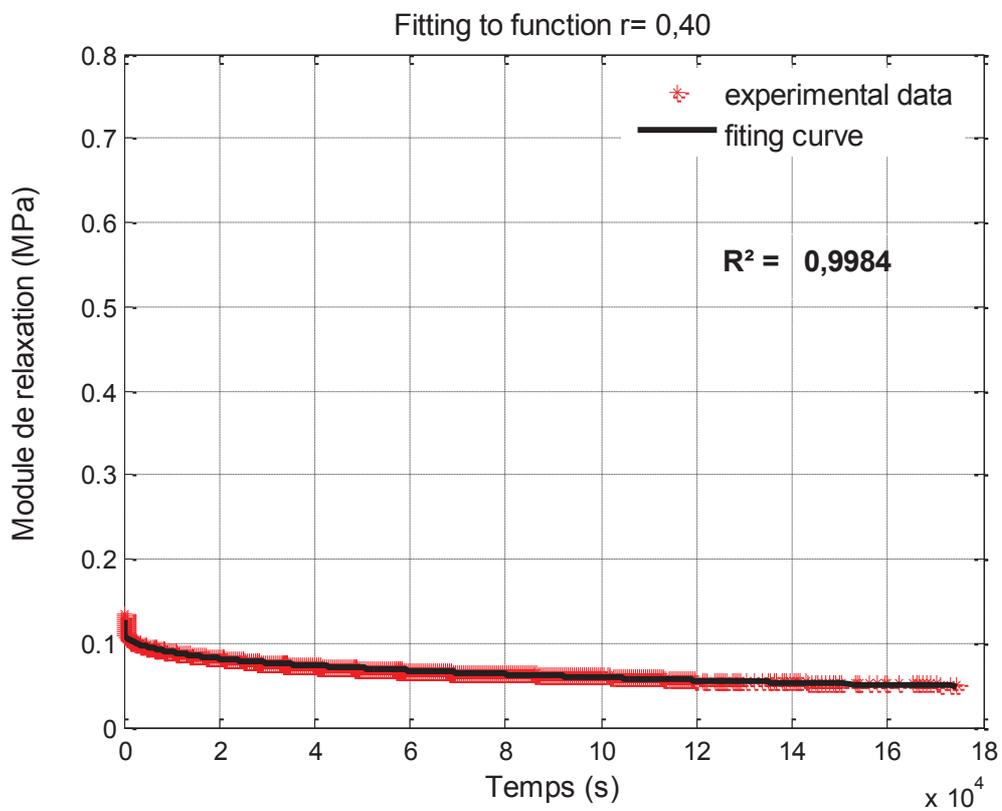
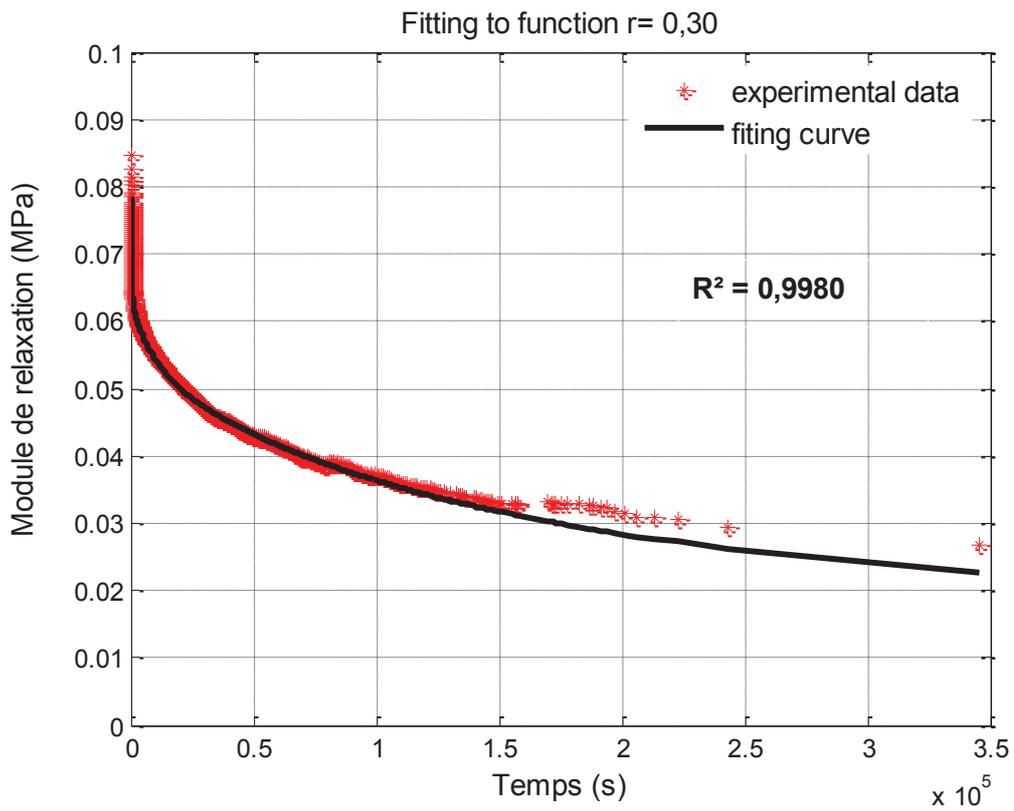
D'après ce qui précède nous avons tenté d'interpréter nos résultats par le modèle de Maxwell généralisé. La cftool boîte à outil de MATLAB nous a permis d'extraire les valeurs des paramètres ( $E_i$  et  $\tau_i$ ) et de développer les courbes d'ajustement du modèle de Maxwell (à 1 cellule, 2 cellules,.....7 cellules) puis comparer avec les courbes expérimentales correspondantes. Le meilleur modèle ajusté aux données expérimentales a ensuite été sélectionné pour l'analyse de tous les résultats expérimentaux. Les valeurs de temps  $\tau_i$  est une décade de  $10^{-i}$  avec  $i = 0, 1, 2, 3, 4, 5, 6$ , les valeurs du module  $E_i$  sont données dans le tableau 4.1 et les courbes d'ajustement sont représentées dans la figure 4.9.

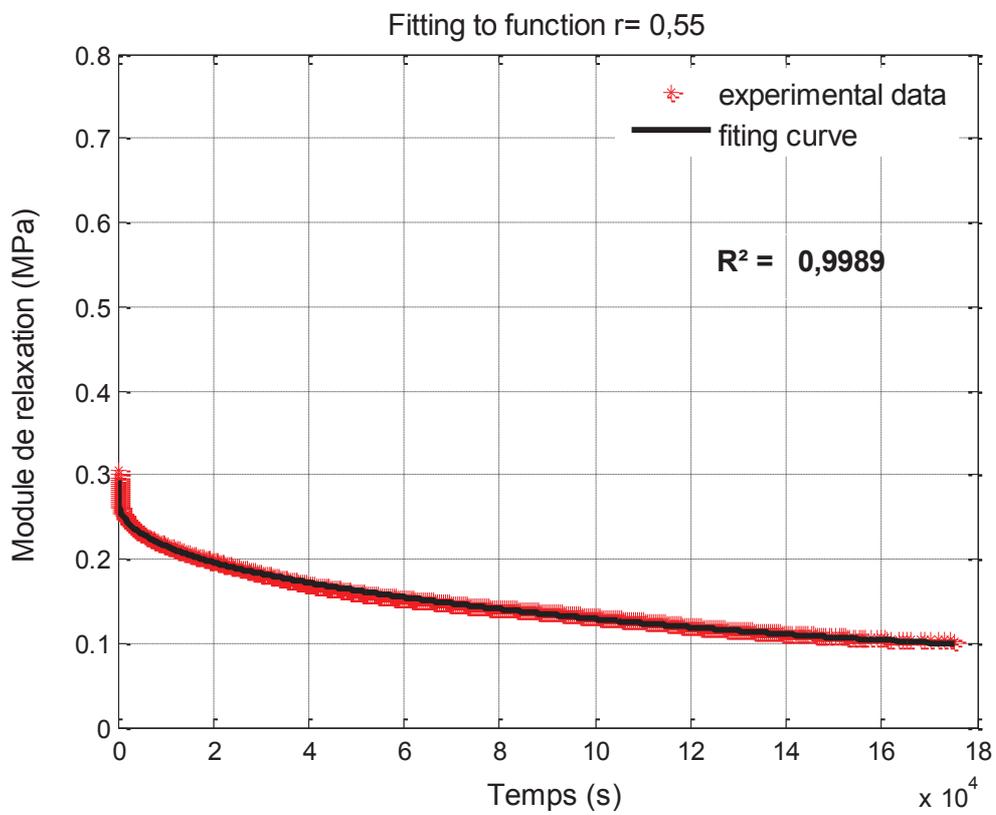
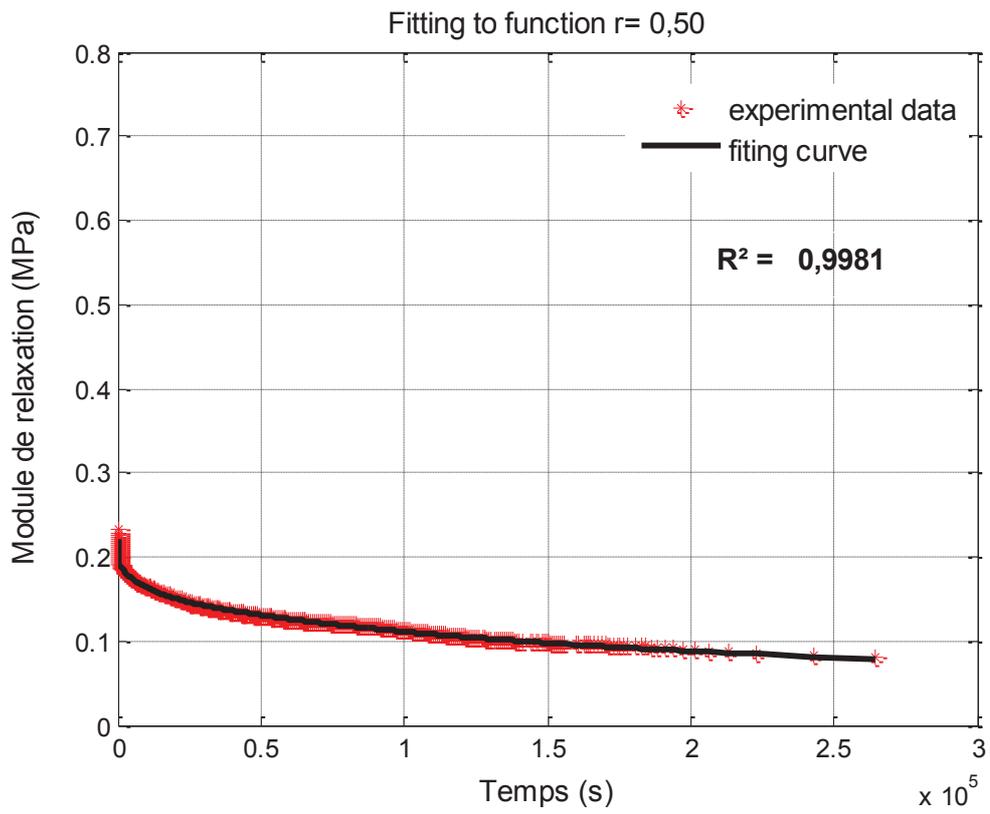
Chinmayu et *al.* [2] estiment que 8 cellules est un bon compromis pour la mousse MPO à cellules fermées, tandis que les mousses à PU à cellules ouverte a été modélisé par la relation de Thirion-Chasset. En revanche, Roland et *al.* [5] a estimé la mousse RTV par 2 cellules et un élément ressort représentant le module d'équilibre au temps longs. De là on peut on peut dire que le nombre de paramètres n'est pas aussi important, mais plutôt la nature de l'équation qui décrit les résultats expérimentaux.

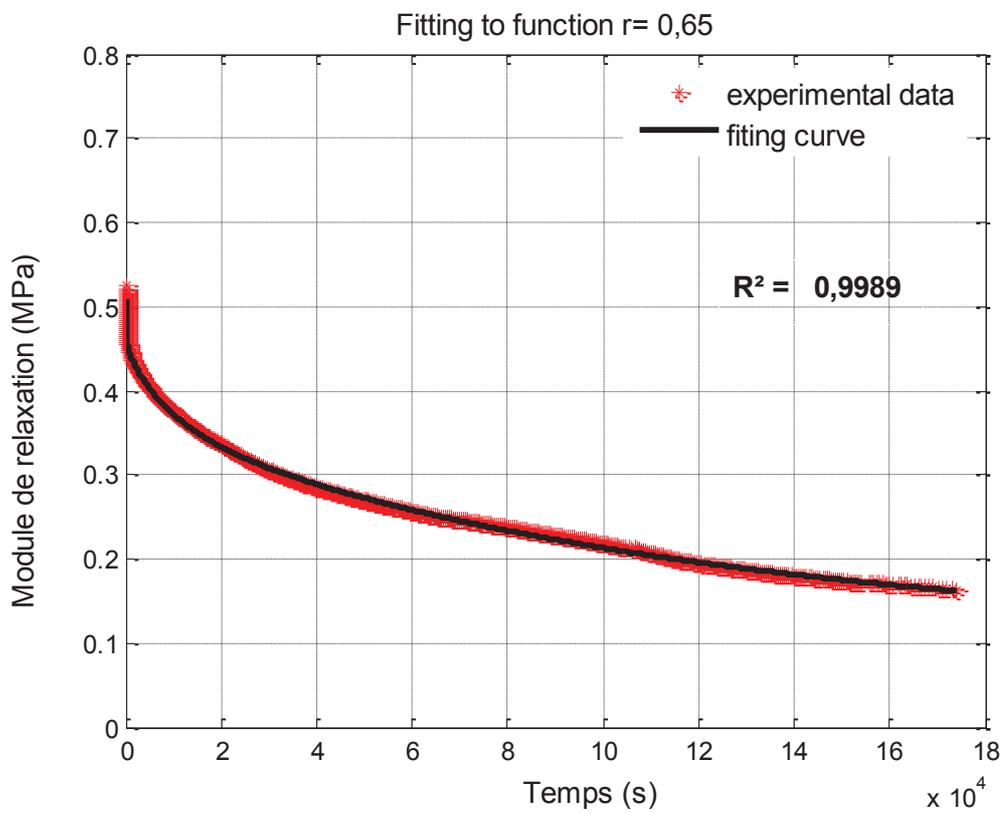
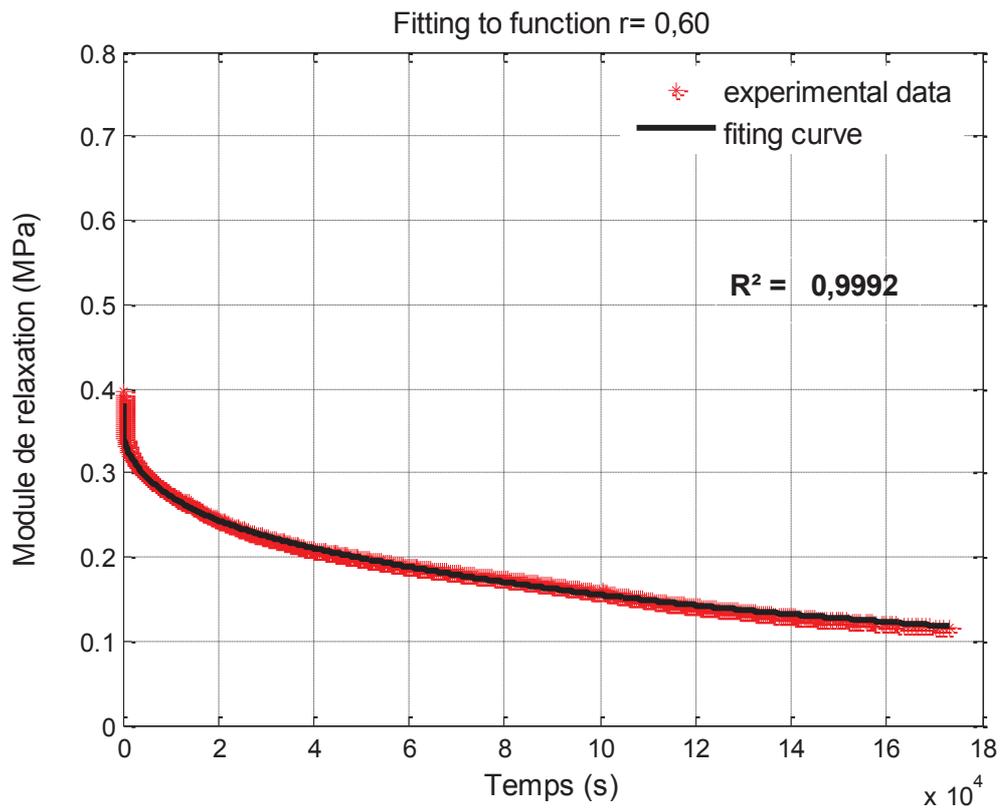
**Table 4.1.** Les valeurs de  $E_i$  correspondant à chaque niveau de chargement  $r$ .

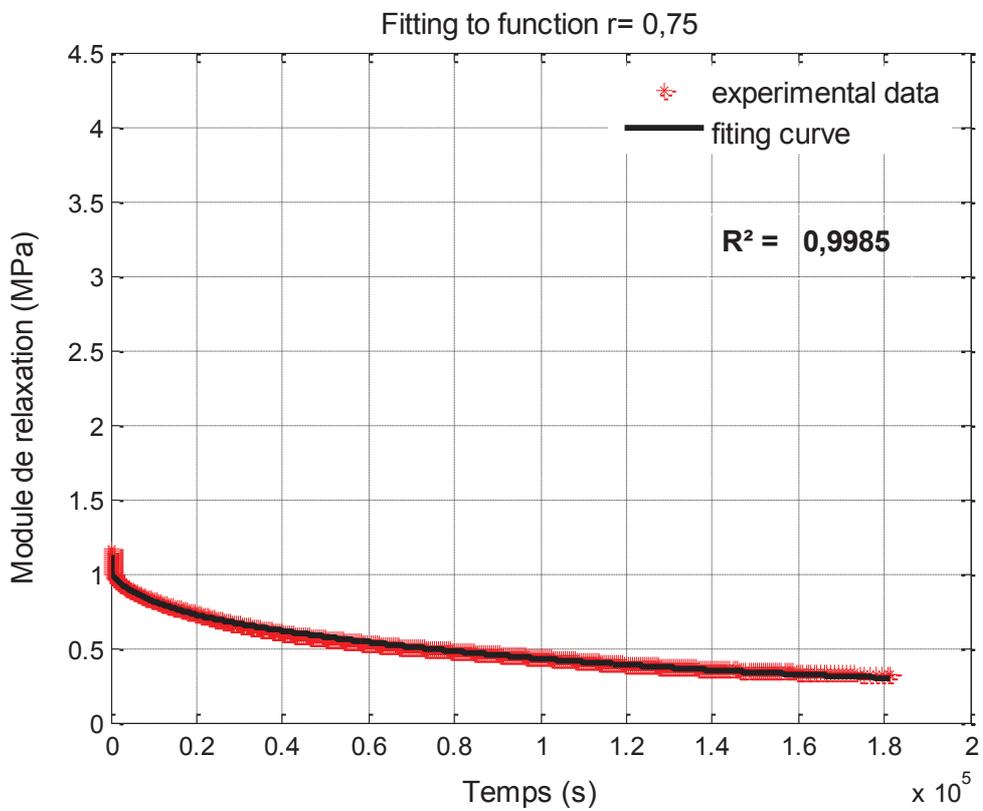
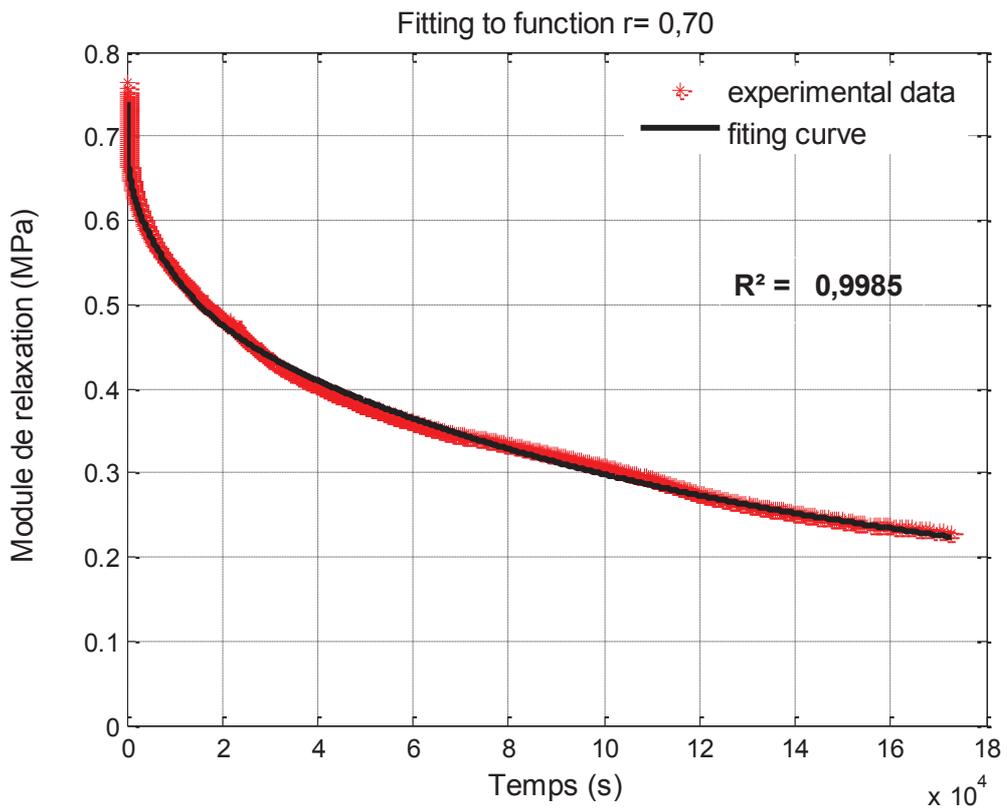
Module $r$	E1	E2	E3	E4	E5	E6
$r = 0,1$	0,0078	0,0055	0,0053	0,0029	0,0016	0,0011
$r = 0,2$	0,0196	0,0107	0,0078	0,0056	0,0040	0,0030
$r = 0,3$	0,0309	0,0228	0,0088	0,009	0,0044	0,0044
$r = 0,4$	0,0509	0,0359	0,0183	0,012	0,0064	0,0058
$r = 0,5$	0,0971	0,0634	0,0296	0,0177	0,0104	0,0076
$r = 0,55$	0,1234	0,0923	0,0359	0,023	0,0159	0,0099
$r = 0,60$	0,1605	0,1062	0,062	0,025	0,0169	0,0197
$r = 0,65$	0,2182	0,1471	0,0809	0,0345	0,0222	0,0178
$r = 0,70$	0,3252	0,1976	0,1228	0,0357	0,047	0,0283
$r = 0,75$	0,5608	0,247	0,1762	0,0794	0,0661	0,0324
$r = 0,80$	0,9878	0,7063	0,2122	0,1930	0,0691	0,0614
$r = 0,85$	2,0712	1,1894	0,5253	0,2234	0,1141	0,0655











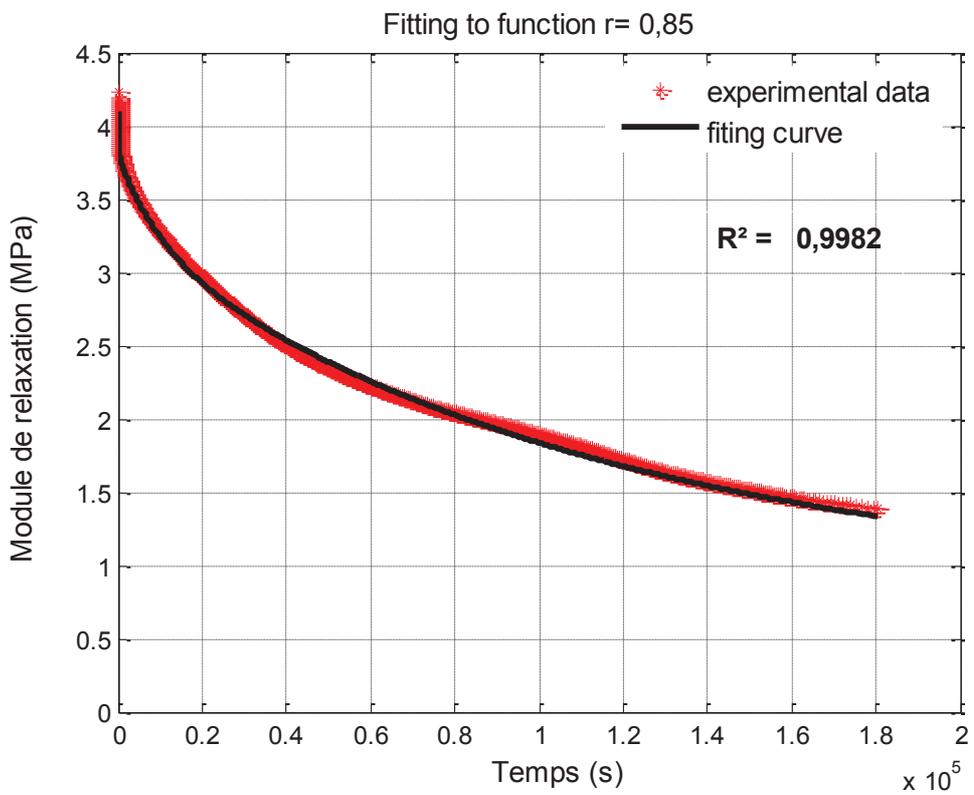
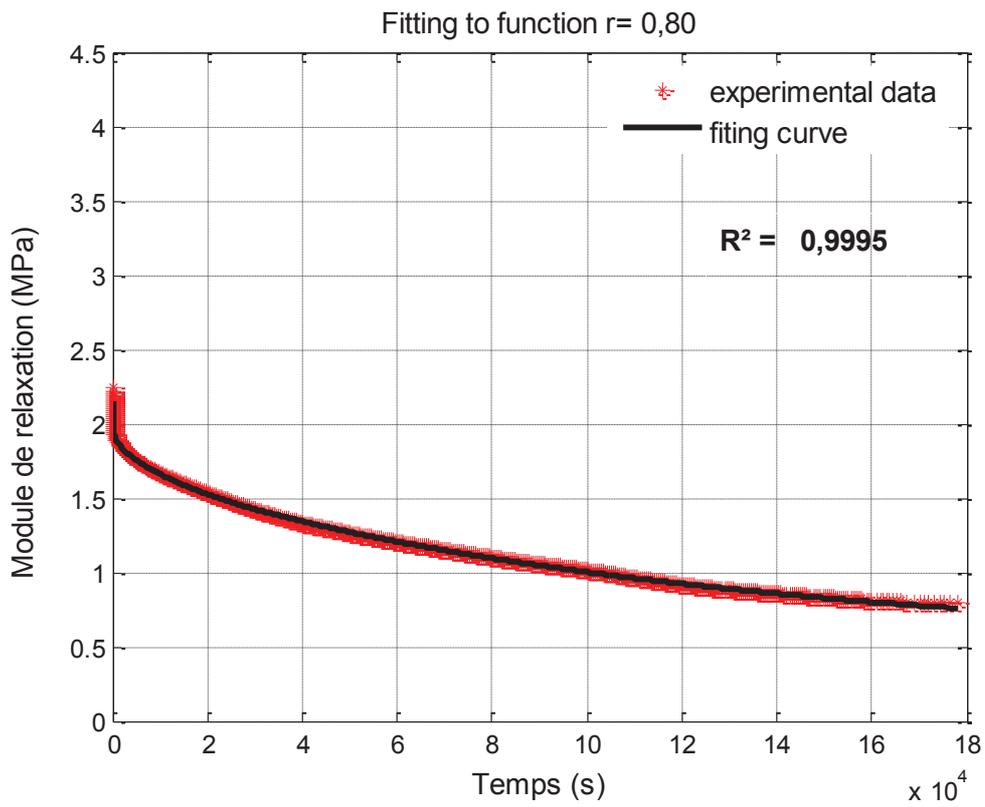


Figure 4.9. Courbes d'ajustement du module de relaxation pour les différents niveaux.

### 4.3. Essai dynamique

#### 4.3.1. Protocole expérimentale

Les essais dynamiques (DMA) sont réalisés dans le cadre de la coopération avec le département de l'aérospatial et de l'ingénierie de l'université de Bristol (U.K). Les essais viscoélastiques sont réalisés à l'aide d'un viscoanalyseur (DMTA) Metravib VA 200. Les éprouvettes de la mousse PVDF sont de forme cubique de  $3,5 \text{ cm} \times 3,5 \text{ cm} \times 2,5 \text{ cm}$  de dimension, ces éprouvettes sont sollicitées en traction-compression en imposant une déformation dynamique constante d'amplitude  $3,4 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , pour différentes fréquences (1 Hz, 2,5 Hz, 5 Hz, 10 Hz) et températures ( $-22^\circ\text{C}$ ,  $-15^\circ\text{C}$ ,  $-4^\circ\text{C}$ ,  $3^\circ\text{C}$ ,  $20^\circ\text{C}$ ,  $35^\circ\text{C}$ ,  $50^\circ\text{C}$ ). Les courbes du module de conservation et du module de perte en fonction de la température et de la fréquence sont combinées en utilisant le facteur de glissement thermodépendant WLF (shift factors) [7].

Les paramètres du module complexe de la mousse PVDF sont aussi dérivés à température ambiante en utilisant la technique de transmissibilité décrite par la norme ISO 13753 [1]. La méthode consiste à mettre en mouvement un pot vibrant par un exciteur de vibration électrodynamique, ayant un signal aléatoire dont l'amplitude de la densité spectrale de puissance (DSP) est maintenue constante à au moins  $0,025(\text{ms}^{-2})^2/\text{Hz}$  à  $\pm 10\%$  entre 10 et 300Hz. Les éprouvettes sont placées en sandwich entre un pot vibrant et une masse de forme circulaire dont le rayon est fixé à 45 mm et de masse totale normalisée (comme l'exige la norme) de 2,5 Kg.

La transmissibilité entre l'entrée de la base de vibration et la sortie du système (en haut de la masse) est mesurée au moyen de deux accéléromètres PCB. Le signal est ensuite analysé en fréquence avec l'algorithme FFT en utilisant une fenêtre de Hanning avec 50% de recouvrement ou un chevauchement des signaux en 2048 raies spectrales. Les propriétés viscoélastiques de la mousse ont été calculées en considérant le système à un seul degré de liberté et en supposant un modèle de Kelvin-Voigt [6] pour calculer les parties réelles et imaginaires de la transmissibilité. En utilisant le modèle de Kelvin-Voigt, l'hypothèse implicite est que le système matériel doit opérer bien en dessous de sa résonance [6].

Les parties réelles et imaginaires des signaux du système de la base vibrante avec un ressort complexe  $K^* = K(1 + i\eta)$  peut être décrite comme suit:

$$\operatorname{Re}\left(\frac{x_1}{x_2}\right) = \frac{K - \omega^2 M + \eta^2 K}{K + K\eta^2} \quad (4.4)$$

$$\operatorname{Im}\left(\frac{x_1}{x_2}\right) = \frac{\omega^2 M\eta}{K + K\eta^2} \quad (4.5)$$

En (4.4) et (4.5), la transmissibilité  $x_1/x_2$  entre base et sommet de la masse  $M$  normalisée est fonction du ressort de conservation  $K$ , du facteur de perte  $\delta$  et de la fréquence  $\omega$ . Le module de conservation  $E$  de la mousse PVDF peut être dérivé de la constante de rappel en utilisant la relation:

$$E = \frac{KA}{h} \quad (4.6)$$

Où  $a$  et  $h$  sont la section et l'épaisseur de l'échantillon de mousse, respectivement.

### 4.3.2. Résultats et discussions

Le module de conservation et le facteur de perte pour chaque fréquence ont été identifiés en minimisant la norme euclidienne entre les valeurs expérimentales de la transmissibilité et le modèle (4.4) et (4.5). L'ajustement est obtenu par la méthode des moindres carrés non linéaire en utilisant l'algorithme de Levenberg-Marquardt (fonction `fsolve` de MATLAB 7.40). La courbe maîtresse (module de conservation et de  $\tan \delta$  en fonction de la fréquence réduite) est illustrée dans la figure 4.10. Le facteur de décalage en fréquence réduite a été calculé par l'équation WLF (William Landel Ferry), avec des constantes  $C_1 = 13,1$  et  $C_2 = 120$  [8]. Le pic du facteur de perte a une valeur approchant 0,2; tandis que le module de conservation varie de l'état fluide à l'état vitreux entre 2 MPa et 26 MPa.

Le module de conservation  $E$  et le facteur de perte  $\delta$  (équivalent à  $\tan \delta$ ) de la mousse PVDF à la température ambiante est représenté dans la figure 4.11. A des fréquences inférieures à 5 Hz, le modèle de Kelvin-Voigt nous a fourni une valeur moyenne de 102 kPa du module de conservation soit environ 16% du module tangent mesuré dans le cas statique. Au delà de 100 Hz, le facteur de perte varie entre 0,06 et 0,15 avec un pic autour de 160 Hz, correspondant à un module de conservation de 1,41 MPa. Alors que dans la gamme de fréquences entre 10 Hz et 350 Hz, le module de conservation varie entre 360 kPa et 1,76 MPa.

La courbe maîtresse de la figure 4.10 montre un facteur de perte de 0,19 et un module de conservation de 600 kPa pour une fréquence réduite de 60 Hz, ce qui correspond à 160 Hz pour une température ambiante de 20 ° C. De leurs cotés, Aygun et Attenborough ont pu identifié un facteur de perte équivalent de 0,15 et un module de conservation constant de 256 kPa en ajustant les mesures d'absorption acoustique via l'impédance de surface d'une plaque modèle [4]. Les mesures DMTA montrent une surestimation générale du facteur de perte  $\tan \delta$  relativement à celui identifié à la température ambiante par le modèle de Kelvin-Voigt, comme on note une diminution significative du module de conservation au sein de la même gamme de fréquences (400 kPa et 700 kPa entre 10 Hz et 300 Hz). Bien que la rigidité utilisée dans les mesures acoustiques des plaques encastrées d'Aygun et Attenborough est encore plus faible que celle indiquée dans ces essais, la valeur du facteur de perte constant est en accord avec celle mesurée par la DMTA et la technique de transmissibilité. On note également que ces pics d'absorption acoustique des plaques PVDF à alvéoles fermées se produisent à 140 Hz et 230 Hz, bien que ces pics dépendent des conditions aux limites, des dimensions et du comportement vibratoire globale de l'ensemble du système, et ne dépendent pas uniquement des propriétés viscoélastiques de la mousse à cellules fermées.

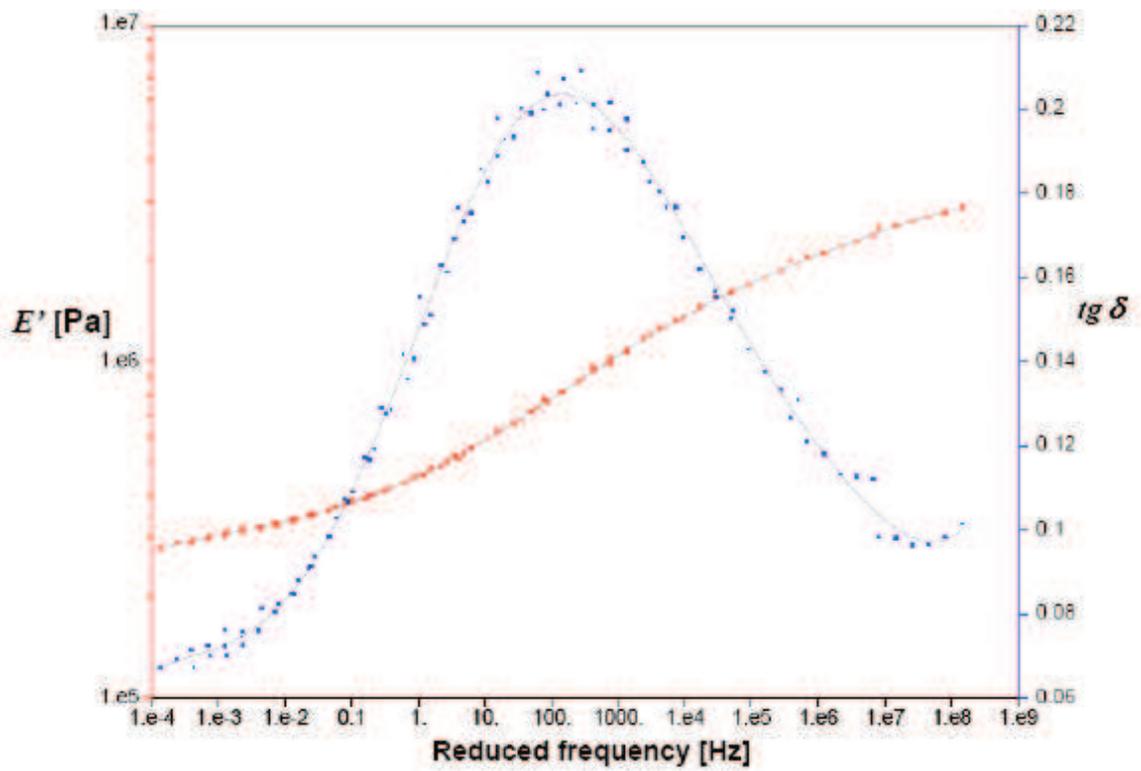


Figure 4.10 .Courbe maîtresse de la mousse PVDF.

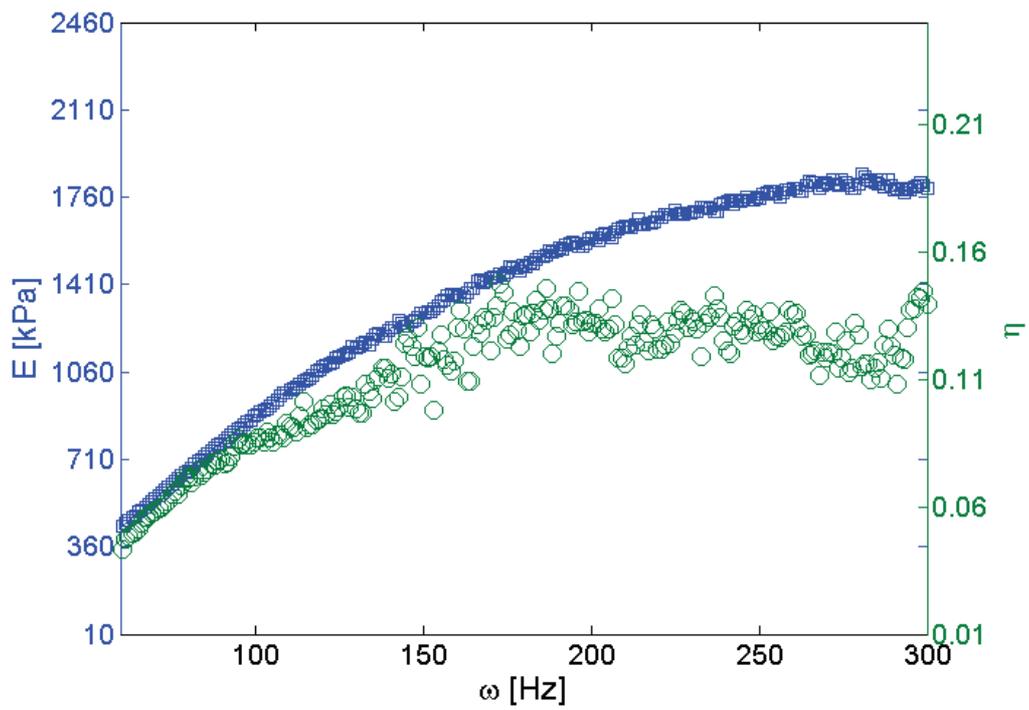


Figure 4.11. Module de conservation en fonction de la fréquence réduite.

#### 4.4. Conclusion

La relaxation dans la mousses PVDF à cellules fermées est gouvernée par deux mécanismes indépendants: une relaxation des brins du polymère et une diffusion du gaz à travers la matrice polymère. La relaxation au temps court est dominée par la relaxation des chaînes polymères. Tandis que la diffusion du gaz étant beaucoup plus lente que la relaxation des chaînes de polymère qui se manifeste uniquement au temps longs, responsable du second stade de relaxation. La courbe maîtresse du module complexe en fonction de la fréquence réduite présente un pic de 0,2 du facteur de perte. Cependant, le module complexe obtenu par la technique de transmissibilité à température ambiante montre une valeur faible de 0,15, et un module de conservation élevé. Le facteur de perte identifié par la méthode de transmissibilité coïncide avec celui des autres auteurs dans le cas de la mesure de l'impédance acoustique de la mousse PVDF,

**Références**

- [1] ISO 13753, *Mechanical Vibration and Shock—Hand-arm Vibration—Method for Measuring the Vibration Transmissibility of Resilient Materials When Loaded by the Hand-arm System*.
- [2] Chinmay U, Bhatt, Joseph R, Royer, C, Robin Hwang, and Saad A, Khan, Compressive stress relaxation of metallocene-based polyolefin foams: Effect of gamma-ray-induced crosslinking, *Journal of Polymer Science: Part B: Polymer Physics*, Vol, 37:1045–1056, 1999.
- [3] Hal F, Brinson and L, Catherine Brinson, *Polymer Engineering Science and Viscoelasticity An Introduction*, Springer, 2008.
- [4] Ayaun H, and Attenborough K, Sound absorption by clamped poroelastic plates, *The Journal of the Acoustical Society of America*, 124(1):1550–1556, 2008.
- [5] Roland H, Horst, Thomas S, Stephens, James E, Coons, and Henning Winter H, Compression stress relaxation apparatus for the long-time monitoring of the incremental modulus, *Review Of Scientific Instruments*, 74(11):4737–4744, Nov 2003.
- [6] Snowdon J, C, *Vibration and shock in damped mechanical systems*, John Wiley & Sons, Inc., New York, 1968.
- [7] Lakes R, S, Viscoelastic measurement techniques, *Review of scientific instruments*, 75(4): 797-810, April 2004.
- [8] Lakes R, S, and Vanderby R, Interrelation of creep and relaxation: a modeling approach for ligaments, *Journal Biomech, Engineering*, 121:612–615, Dec 1999.
- [9] Zhijie zhang, *A study of ultra - high - molecular - weight polyethylene foams*, PhD thesis, Université Laval Québec, 2001.

## *Conclusions & perspectives*

## Conclusions & perspectives

Les solides cellulaires ont suscité un intérêt retentissant dans la communauté scientifique, durant ces dernières années en raison de leurs propriétés particulières et de leurs structures hiérarchiques spécifiques. Ainsi, apparaissent dans la littérature un nombre croissant d'études et de méthode expérimentale, portant sur la caractérisation et la compréhension du comportement et les mécanismes de déformation et de ruine de la mousse sous différents modes de sollicitations. C'est dans ce cadre que s'inscrivait la présente étude, qui consiste à effectuer une campagne d'essais pour mettre en lumière les réponses mécaniques de la nouvelle mousse PVDF sous différents chargements statiques et cycliques.

Le premier chapitre a mis le point sur la définition des matériaux cellulaires, les méthodes d'obtention et leurs applications. Les principales investigations expérimentales ont été présentées portant sur les différentes sollicitations mécaniques, ainsi que les modèles proposés par la littérature dans l'étude de la micromécanique des mousses. Ces modèles considèrent la cellule de la mousse comme un assemblage d'éléments de poutre dans le cas des cellules ouvertes. Alors que dans le cas des cellules fermées ces arêtes sont liées à des membranes. L'émergence dans ces dernières années de la tomographie à rayon X, a permis d'avoir une image 3D plus réaliste de la cellule.

Le deuxième chapitre a été consacré à la première série d'expérience. Trois types de mousses ont été testés en traction et en compression statique. En compression, les trois mousses présentent chacune un comportement plus ou moins différents, l'une de l'autre. La mousse PVDF à cellules fermées et la mousse auxétique à cellules ouvertes montrent toutes deux une allure similaire, composée d'un seul domaine. Par contre la réponse de la mousse PU, est typique à celle observée dans les matériaux cellulaires. La lecture de la courbe contrainte déformation de la

mousse PVDF et auxétique, nous permet de suivre macroscopiquement le mécanisme de déformation. Celui-ci peut être traduit par un écroulement des cellules caractérisées par une augmentation progressive aux petites déformations, puis une montée rapide de la contrainte (phase de densification). A 10% de la déformation de la mousse PVDF, on enregistre une pente du module en compression inférieure à celle en traction.

En traction, c'est la mousse PVDF qui a été étudiée. La courbe contrainte-déformation présente une réponse non linéaire est présente un comportement semi ductile. La rupture s'est produite au coté supérieure ou inférieure de l'éprouvette. Ce mode de rupture n'a été observé que dans le cas des mousses auxétiques. En grandes déformations les cellules de type Kelvin se déforme par réalignement de ces cellules qui deviennent rectangulaires, et fournies un coefficient de Poisson zéro, ou marginalement auxétique.

Dans le troisième chapitre nous avons mis l'accent sur le comportement en fatigue des mousses PVDF. Celles-ci ont été sollicitées en compression/compression et en traction/traction en contrôle déplacement, où plusieurs niveaux de chargement ont été appliqués. La perte de rigidité de la mousse PVDF en compression se déroule en deux stades: l'un rapide et l'autre progressive, ne montrant pas un plateau de stabilité connu, comme c'est le cas des élastomères, des tissus biologique et d'autres structures cellulaires. La perte de rigidité diminue en fonction du niveau de chargement et du nombre de cycles.

Par contre en traction la dégradation de la rigidité présente trois stades distincts: le premier est brutale, lié au déplacement moyen imposé au début, puis survient une diminution plus ou moins progressive selon le niveau de chargement appliqué et enfin survient la rupture finale de l'éprouvette. L'effet des niveaux de chargement et le nombre de cycles sur la perte de rigidité sont significatifs. Les conclusions qui peuvent être tirées sont :

- Les diagrammes charge-déplacement dans le premier chargement sont fortement non linéaires.
- Les diagrammes charge-déplacement pendant le déchargement sont concaves. La différence entre la courbe de chargement-déchargement devient très faible au fur à mesure que le nombre de cycles augmente.

- Les boucles d'hystérésis des cycles de chargement ont été quantifiées en mesurant l'aire comprise entre la montée en charge et la décharge. Celles-ci représentent l'énergie dissipée par le matériau au cours du cycle, celle-ci diminue très rapidement dès les 100 premiers cycles de l'essai et se stabilise au millième de cycle et elle est plus élevée pour des niveaux de chargement élevés. Cette mesure nous a permis de comparer l'énergie dissipée en compression et en traction, où il a été observé qu'il y avait plus d'énergie dissipée en traction qu'en compression. De même une comparaison est faite entre la mousse PVDF et les mousses conventionnelles et auxétiques, où nous avons trouvé que la mousse auxétique est plus résiliente que les deux autres types.

La durée de vie a été évaluée dans le cas de la traction où nous avons tracé la courbe S-N, qui présente une pente plus raide, relativement à celle des mousses auxétiques et conventionnelles.

L'observation macroscopique du mécanisme de déformation en compression montre la formation d'une bande d'écroutement. Cette bande persiste à la fin de l'essai, tandis qu'en statique, elle disparaît. La réponse en traction présente une allure non linéaire et semi ductile. La ruine de l'éprouvette est similaire à celle des mousses auxétiques qui se produit au côté supérieure ou inférieure selon la vitesse de propagation de la microfissure ainsi que de la localisation de la déformation.

Enfin le dernier chapitre est consacré à l'essai de relaxation de la mousse PVDF à cellules fermées. Le comportement est gouverné par deux mécanismes indépendants: une relaxation des brins du polymère et une diffusion du gaz à travers la matrice polymère. La relaxation au temps court est dominée par la relaxation des chaînes polymères. Tandis que la diffusion du gaz étant beaucoup plus lente que la relaxation des chaînes de polymères qui se manifeste uniquement au temps longs, responsable du second stade de relaxation. La modélisation du comportement visqueux de la mousse PVDF est prise en compte grâce à un modèle de Maxwell généralisé à sept branches. Le module de viscoélasticité complexe montre une courbe maîtresse typique en fonction de la fréquence réduite avec un pic de 0,2 du facteur de perte. Cependant, le module complexe obtenu par la technique de transmissibilité à température ambiante, montre une valeur faible de 0,15, et un module de stockage élevé. Le facteur de perte identifié par la méthode de transmissibilité coïncide avec celui des autres auteurs dans le cas de la mesure de l'impédance acoustique de la mousse PVDF.

En conclusion, les résultats de cette étude contribuent à la compréhension du comportement des mousses polymères. Néanmoins, certains points pourront être développés et étudiés dans le futur. En effet, à partir des résultats expérimentaux de cette étude, d'autres essais sont nécessaires pour une bonne compréhension de la mousse, tel que les essais multiaxiaux, les essais de fluages à différentes températures ou fréquences. En outre, une observation au microscope électronique à balayage et une tomographie à rayon X seraient sans doute utile afin de pouvoir mieux identifier les mécanismes de déformation. Cette première interprétation des résultats a été dépourvue d'une connaissance de la composition du matériau constituant la mousse. A cet effet, beaucoup d'autres interprétations restent ouvertes, pour enrichir la banque de donnée sur le comportement mécanique de la mousse PVDF.

## *Annexes*

# Annexe

