UNIVERSITE MONTPELLIER II
SCIENCES ET TECHNIQUES DU LANGUEDOC

T H E S E

pour l'obtention du grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITE MONTPELLIER II
(Diplôme National - Arrêté du 7 août 2006)

Discipline : Modélisation Mathématique en Mécanique

Ecole Doctorale : Information, Structures, Systèmes (I2S)

présentée et soutenue publiquement par

Pierre MATEILLE

le 15 Décembre 2010

Analyse multi-échelle des phénomènes d'endommagement d'un matériau composite de type propergol, soumis à un impact de faible intensité

Directeur de thèse : Loic DARIDON (Univ. Montpellier 2, LMGC)
Co-Encadrement : Olivier ARNOULD (Univ. Montpellier 2, LMGC), Alain FANGET (CEA Gramat)

JURY

M. Christophe FOND	Professeur, Université Strasbourg (IMFS)	, Rapporteur
M. Jean-Luc LATAILLADE	Professeur émérite, ENSAM Bordeaux (LAMEFIP)	, Rapporteur
M. André CHRYSOCHOOS	Professeur, Université Montpellier 2 (LMGC)	, Examinateur
M. Loic DARIDON	Professeur, Université Montpellier 2 (LMGC)	, Examinateur
M. Olivier ARNOULD	Maître de Conf., Université Montpellier 2 (LMGC)	, Examinateur
M. Alain FANGET	Ingénieur de Recherche, CEA Gramat (CEA/DAM)	, Examinateur
M. Emmanuel LAPEBIE	Ingénieur de Recherche, CEA Gramat (CEA/DAM)	, Examinateur
M. Hervé TRUMEL	Ingénieur de Recherche, CEA Le Ripault (CEA/DAM)	, Examinateur

Table des matières

Table des figures **9**

INTRODUCTION **15**

Chapitre I PROBLEMATIQUE & STRATEGIE D'ETUDE **21**

I.1 Les matériaux énergétiques : de l'élaboration à la mise en service **23**

I.1.1 Définition et classification des matériaux énergétiques 23

I.1.2 Composition générale et élaboration d'un composite à liant inerte 25

I.2 Les matériaux étudiés **27**

I.3 Vulnérabilité aux impacts à basse vitesse **30**

I.4 Caractéristiques mécaniques d'un propergol composite à liant inerte **32**

I.4.1 Le comportement du propergol et de ses constituants 33

I.4.1.1 La matrice 33

I.4.1.2 Les particules 36

I.4.1.3 Le composite 37

I.4.1.4 Mise en évidence de l'endommagement 38

I.4.1.5 Point de vue dynamique et endommagement 39

I.4.2 Les modèles de comportement des propergols à liant inerte 40

I.4.2.1 Les modèles phénoménologiques 40

I.4.2.2 Les modèles de fissuration et de fragmentation 44

I.4.2.3 Les modèles issus d'une démarche micromécanique : homogénéisation et endommagement 45

I.5 Méthodologie d'étude **48**

I.6 Conclusion partielle **51**

Chapitre II EXPERIMENTATIONS **53**

II.1 Essais de traction simple sur PBHT **56**

II.1.1 Configuration expérimentale retenue et essais réalisés 56

II.1.2 Résultats 59

II.2 Essais de compression simple **62**

II.2.1 Configuration expérimentale retenue et essais réalisés 62

II.2.2 Résultats 62

II.3 Essais DMA en traction **65**

II.3.1 Configuration expérimentale retenue et essais réalisés..... 65
II.3.2 Résultats..... 67
II.4 Essais de DMTA en cisaillement 69
II.4.1 Configuration expérimentale retenue et essais réalisés..... 69
II.4.2 Résultats..... 70
II.5 Essais aux barres d'Hopkinson..... 76
II.5.1 La configuration expérimentale retenue..... 76
II.5.2 Essais réalisés..... 77
II.5.3 Résultats..... 77
II.6 Essais à la tour de chute..... 85
II.6.1 Adaptation de la tour de chute à nos besoins..... 86
II.6.2 Les essais réalisés 89
II.6.3 Résultats pour le PBHT 90
II.7 Conclusion partielle..... 95

Chapitre III IDENTIFICATION & VALIDATION DES PARAMETRES DU MODELE VISCO-HYPER-ELASTIQUE DU PBHT PAR SIMULATION NUMERIQUE..... 97
III.1 La loi de comportement choisie : un modèle visco-hyper-élastique 99
III.1.1 La partie visco-élastique : la série de Prony 99
III.1.2 La partie hyper-élastique : la loi de Mooney-Rivlin 100
III.1.3 Le modèle global 102
III.2 Identification des paramètres du modèle complet..... 104
III.2.1 Les paramètres visqueux de la série de Prony..... 104
III.2.2 Les paramètres hyper-élastiques de la loi de Mooney-Rivlin..... 105
III.3 Les simulations réalisées 107
III.3.1 L'étude de convergence au maillage 107
III.3.1.1 Configuration des calculs 107
III.3.1.2 Analyse du front de montée et de la propagation de l'onde de compression dans le PBHT 108
III.3.1.3 Convergence des calculs aux temps longs 113
III.3.2 Simulation et comparaison avec les essais de compression simple : validation des paramètres de la loi visco-hyper-élastique 115
III.3.2.1 Configuration des calculs 115

III.3.2.2 Les résultats : comparaisons calculs/expériences 116
III.3.3 Simulation et comparaison avec les essais de compression réalisés à la tour de chute 120
III.3.3.1 Configuration des calculs 120
III.3.3.2 Les résultats : comparaisons calculs/expériences 121
III.4 Conclusion partielle 127

Chapitre IV CARACTERISATION DE L'ENDOMMAGEMENT DANS LE COMPOSITE 129
IV.1 Le matériau composite sain 131
IV.2 Analyse des essais non confinés 134
IV.2.1 Ecrasement 0% 134
IV.2.2 Ecrasement 30 % 142
IV.3 Analyse des essais confinés 147
IV.3.1 Ecrasement 0 % 147
IV.3.2 Ecrasement 30 % 151
IV.4 Conclusion partielle 153

CONCLUSION 155

PERSPECTIVES 161

ANNEXES 173

Annexe A ALGORITHME DE LEVENBERG-MARQUARDT 175
A.1 Application à la méthode des moindres carrés et solution 175
A.2 Choix du paramètre d'amortissement λ 176

Annexe B LES BARRES D'HOPKINSON 177
B.1 Principe 177
B.2 L'éprouvette 179
B.3 Etalonnage des systèmes de mesures par jauges 179
B.4 Le dépouillement 180

Annexe C LE CALORIMETRE DE COMBUSTION 183
C.1 L'enceinte isotherme (Figure 94) 183
C.2 Le sceau colorimétrique (Figure 94) 183

Annexe D IDENTIFICATION DES PARAMETRES HYPER-ELASTIQUES C_{01} et C_{10} DU MODELE DE MOONEY-RIVLIN 185
D.1 Détermination du module d'élasticité E 185
D.2 Détermination du module de compressibilité K 186
D.3 Vérification du coefficient de Poisson ν 186

Annexe E LE LOGICIEL DE CORRELATION D'IMAGE VIC-2D 187
E.1 Principe [VIC10] 187

Annexe F CORRELATION D'IMAGE SUR UN ESSAI DE TRACTION SIMPLE (PBHT) 191
F.1 Déformation principale selon l'axe de traction x (E_{11}) 191
F.2 Déformation principale selon l'axe transversal (E_{22}) 194
F.3 Déformation principale en cisaillement (E_{12}) 196

Annexe G LE VISCOANALYSEUR 199
G.1 Description [BOS10] 199
G.2 Principe général 200
G.3 Température de transition vitreuse T_g 202
G.4 Caractéristiques techniques 203

Annexe H LE MICROTOMOGRAPHE 205
H.1 Principe 205

Annexe I ESSAIS DE DIMENSIONNEMENT AUX BARRES D'HOPKINSON 207

Annexe J LE STEVEN TEST 213
J.1 Généralités 213
J.2 Configuration expérimentale 214
J.3 Observations et résultats 217
J.4 L'adaptation à nos besoins 219

Annexe K LE SYSTEME DE MESURE OPTIQUE 223
K.1 Principe 223

Annexe L LA TOUR DE CHUTE 227
L.1 Généralités 227

L.2 Les différentes configurations expérimentales développées 228

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES 233

Table des figures

Figure 1 – *Microstructure initiale d'une pastille de butalite* 28
Figure 2 – *Vue au microscope optique en réflexion de la surface du composite inerte étudiée* 29
Figure 3 – *Polymérisation du butadiène [PRA]* 29
Figure 4 – M*écanismes thermo-mécaniques menant à l'initiation des explosifs* .. 31
Figure 5 – *Evolution du module d'élasticité d'un élastomère en fonction de la température* 34
Figure 6 – *Comportement uniaxial en contrainte-déformation de matériaux élastiques et viscoélastiques* 35
Figure 7 – *Réponse uniaxiale des matériaux viscoélastiques à un créneau de contrainte* 36
Figure 8 – *Essai de traction uniaxiale à différentes températures sur un propergol.* 38
Figure 9 – *Endommagement d'un échantillon soumis à une traction simple* 39
Figure 10 – *Représentation de l'effet Mullins d'un élastomère* 43
Figure 11 – *Schématisation des hypothèses géométriques de la méthode de Christoffersen* 47
Figure 12 – *Champ de vitesses de déformation moyenne au temps t = 100 µs, à l'échelle mésoscopique* 50
Figure 13 – *Géométrie de l'éprouvette de traction utilisée* 56
Figure 14 – *Configuration expérimentale en traction/DMA* 57
Figure 15 – *Eprouvette mouchetée vue par la caméra* 58
Figure 16 – *Mesure du déplacement (en pixels) selon l'axe de traction en fin de mise en charge* 58
Figure 17 – *Comparaison allongement/déformation moyenne dans le fût de l'éprouvette* 60
Figure 18 – *Courbes de traction simple en contrainte nominale-déformation nominale* 61
Figure 19 – *Courbes de compression simple en contrainte nominale-déformation nominale* 63
Figure 20 – *Intégration des courbes de compression et de traction simple en contrainte nominale-déformation nominale* 64
Figure 21 – *Evolution des modules visco-élastiques (E', E'')* 66
Figure 22 – *Evolution des modules de conservation E' et de perte E''* 67
Figure 23 – *Evolution des modules de conservation E' et de perte E''* 68
Figure 24 – *Evolution de l'angle de perte tan δ en fonction de la fréquence de sollicitation et de la déformation statique imposée* 68
Figure 25 – *Système {mors, échantillon} permettant de solliciter l'échantillon en cisaillement* 70

Figure 26 – *Evolution du facteur de décalage en fonction de la température* 71
Figure 27 – *Evolution de tan δ. en fonction de la température* 72
Figure 28 – *Courbe maitresse du module de conservation en cisaillement* 73
Figure 29 – *Superposition du module E' et de tan δ en fonction de la fréquence et de la vitesse de déformation maximale sur un cycle* 75
Figure 30 – *Schéma de la configuration expérimentale utilisée* 76
Figure 31 – *Vitesse de déformation en fonction du temps, pour différentes vitesses de l'impacteur (essais réalisés sur PBHT)* 79
Figure 32 – *Superposition des signaux de force sur les faces d'entrée et de sortie de l'échantillon* 80
Figure 33 – *Courbes de contrainte nominale-déformation nominale pour différentes vitesses de l'impacteur* 81
Figure 34 – *Vitesse de déformation en fonction du temps, pour différentes vitesses de l'impacteur* 82
Figure 35 – *Courbes de contrainte nominale-déformation nominale, pour différentes vitesses de l'impacteur* 82
Figure 36 – *Comparaison d'un essai aux barres d'Hopkinson et d'un essai de compression simple* 84
Figure 37 – *La tour de chute après modification* 87
Figure 38– *Dispositif expérimental complet* 87
Figure 39 – *L'enclume inférieure modifiée* 88
Figure 40 – *Les différents modes de chargement employés* 88
Figure 41 – *Exemple de pastille de PBHT mouchetée utilisée pour nos essais* . 90
Figure 42 – *Evolution temporelle de la déformée de la surface inférieure d'une pastille de PBHT* 91
Figure 43 – *Evolution temporelle de la déformée transversale d'une pastille de PBHT* 91
Figure 44 – *Evolution du volume de la pastille en fonction de son épaisseur* 92
Figure 45 – *Champs de déplacement radial U_{RR} et angulaire $U_{\theta\theta}$ (en pixel)* 93
Figure 46 – *Champs de déformation radiale E_{RR}, angulaire $E_{\theta\theta}$ et de cisaillement $E_{R\theta}$ (en %)* 94
Figure 47 – *Ajustement de la courbe maîtresse du module de cisaillement réel à 20°C* 105
Figure 48 – *Vitesse matérielle des éléments dans l'onde de compression dans le PBHT* 108
Figure 49 – *Evolution de la contrainte dans l'onde de compression, dans le PBHT* 109
Figure 50 – *Evolution de la contrainte dans l'onde de compression dans le PBHT* 110
Figure 51 – *Evolution de la contrainte dans l'onde de compression dans le PBHT* 110

Figure 52 – *Evolution de la contrainte dans l'onde de compression dans le PBHT* 111

Figure 53 – *Evolution de la contrainte dans l'onde de compression dans le PBHT* 111

Figure 54 – *Evolution de la contrainte dans l'onde de compression dans le PBHT* 112

Figure 55 – *Comparaison des évolutions temporelles de la déformation nominale longitudinale au sein de la maille définit ci-dessus* 113

Figure 56 – *Comparaison des évolutions temporelles de la contrainte nominale longitudinale au sein de la maille définit ci-dessus* 114

Figure 57 – *Comparaison des courbes de compression nominale longitudinale (contrainte=f(déformation)) au sein de la maille définit ci-dessus*..... 114

Figure 58 – *Définition de la géométrie et des conditions aux limites représentatives des essais de compression à la DMA*..... 116

Figure 59 – *Comparaison des courbes expérimentale et numérique* 117

Figure 60 – *Comparaison des courbes expérimentale et numérique (série de Prony initiale, Mooney-Rivlin, loi complète)* 118

Figure 61 – *Comparaison des courbes expérimentale et numérique (série de Prony initiale, Mooney-Rivlin, loi complète)* 119

Figure 62 – *Définition de la géométrie et des conditions aux limites représentatives des essais à la tour de chute*..... 120

Figure 63 – *Superposition des évolutions temporelles numériques et expérimentales du diamètre d'une pastille de PBHT, pour chaque loi de comportement*..... 122

Figure 64 – *Superposition des évolutions temporelles numériques et expérimentales de l'épaisseur d'une pastille de PBHT, pour chaque loi de comportement*..... 124

Figure 65 – *Champs de déformations E_{RR}, $E_{\theta\theta}$ et $E_{R\theta}$, d'une pastille de PBHT obtenus par corrélation d'images*..... 125

Figure 66 – *Représentation 2D des champs de déformation axisymétriques E_{RR} et $E_{\theta\theta}$ d'une pastille de PBHT, pour chaque loi de comportement*..... 126

Figure 67 – *Coupe transversale d'une pastille de butalite de diamètre 5 mm, avant essai à la tour de chute (matériau sain)*..... 132

Figure 68 – *Coupe transversale d'une pastille de composite inerte de diamètre 5 mm, avant essai à la tour de chute (matériau sain)* 133

Figure 69 – *Coupe transversale d'une pastille de composite inerte de diamètre 10 mm, avant essai à la tour de chute (matériau sain)* 134

Figure 70 – *Niveaux de contraintes atteints au temps t = 4 µsec, au sein d'une pastille de PBHT*..... 135

Figure 71 – *Coupes transversales d'une pastille de composite ayant subie un impact sans écrasement à la tour de chute* 138

Figure 72 – *Coupe transversale d'une pastille de composite ayant subie un impact sans écrasement à la tour de chute de diamètre 5 mm* 139

Figure 73 – *Coupe transversale d'une pastille de composite ayant subie un impact sans écrasement à la tour de chute* 140

Figure 74 – *Mise en évidence de l'orientation préférentielle des fissures dans les grains, selon l'axe de chargement* 141

Figure 75 – *Comparaison dimensionnelle, dans trois directions, des déformées résiduelles d'une pastille de composite ayant subie un impact avec écrasement à la tour de chute* 143

Figure 76 – *Coupe transversale d'une pastille de composite ayant subie un impact avec écrasement de 30 % à la tour de chute* 144

Figure 77 – *Coupe transversale d'une pastille de composite ayant subie un impact avec écrasement de 30% à la tour de chute* 145

Figure 78 – *Coupe transversale d'une pastille de composite ayant subie un impact avec écrasement de 30% à la tour de chute* 146

Figure 79 – *Coupe transversale d'une pastille de composite ayant subie un impact sans écrasement à la tour de chute* 148

Figure 80 – *Coupe transversale d'une pastille de composite ayant subie un impact sans écrasement à la tour de chute* 149

Figure 81 – *Coupe transversale d'une pastille de composite ayant subie un impact sans écrasement à la tour de chute* 150

Figure 82 – *Coupe transversale d'une pastille de composite ayant subie un impact avec écrasement de 30% à la tour de chute* 151

Figure 83 – *Coupe transversale d'une pastille de composite ayant subie un impact avec écrasement de 30% à la tour de chute* 152

Figure 84 – *Coupe transversale d'une pastille de composite ayant subie un impact avec écrasement de 30% à la tour de chute* 153

Figure 85 – *Montage du système de traction-compression sous le microtomographe* 165

Figure 86 – *Images d'une pastille de composite inerte avant (a) et après polissage (b), obtenues au MEB (P. LAMBERT)* 166

Figure 87 – *Résultats préliminaires obtenus en bombe calorimétrique sur des échantillons de butalite dans différents états d'endommagement* 168

Figure 88 – *Dispositif tour de chute grande dimension* 169

Figure 89 – *Exemple de calcul mésoscopique :* 170

Figure 90 – *Barres d'Hopkinson* 177

Figure 91 – *Schéma de principe d'un essai aux barres d'Hopkinson* 178

Figure 92 – *Principe de base des barres d'Hopkinson* 179

Figure 93 – *Principe de détermination des vitesses des interfaces barres/échantillon et des forces exercées par les barres sur l'échantillon* 181

Figure 94 – *Calorimètre de combustion isopéribole Parr 6200 avec sa bombe à oxygène et son sceau de refroidissement* 183

Figure 95 – *La bombe calorimétrique modifiée [PAR10b]* 184

Figure 96 – *Détermination du module d'élasticité E sur l'essai de compression à 0,1mm.s^{-1}* 185

Figure 97 – *Principe de poursuite de proche en proche du motif aléatoire d'une image* 187

Figure 98 – *Définition de la zone d'intérêt et du motif (ou imagette) sur l'image de référence sur une éprouvette de traction* 188

Figure 99 – *Fonction d'intercorrélation 2D et maximum correspondant au déplacement moyen du motif* 188

Figure 100 – *Viscoanalyseur de marque BOSE de type ELF3230* 200

Figure 101 – *Représentation de la déformation imposée, de la contrainte mesurée et des grandeurs mesurées au cours d'un essai dynamique au viscoanalyseur* 202

Figure 102 – *Le microtomographe et son principe de fonctionnement [SKY01]*. 205

Figure 103 – *Schéma de la configuration expérimentale utilisée* 207

Figure 104 – *Courbes de compression* 208

Figure 105 – *Vitesses de déformation nominale* 209

Figure 106 – *Notion d'équilibre* 210

Figure 107 – *Vitesses aux interfaces* 210

Figure 108 – *Coupe d'une cible* 214

Figure 109 – *Caractéristiques des 5 projectiles du Steven test* 215

Figure 110 – *Disposition des divers points de mesures externes et internes à la cible* 216

Figure 111 – *Exemple d'enregistrement d'images avec une caméra rapide, pour le test de perforation [VAN03]* 216

Figure 112 – *Configuration CEG modifiée du Steven Impact Test* 220

Figure 113 – *Extraits vidéo d'un Steven Test réalisé au CEA2 Gramat* 221

Figure 114 – *Schéma et photographie du banc d'essai à la tour de chute et de son système de mesure par vidéo numérique rapide* 224

Figure 115 – *Description de la tour de chute du CEA Gramat dans sa configuration nominale* 228

Figure 116 – *Adaptation de la tour de chute permettant d'enregistrer la déformation de l'échantillon pendant la phase de compression* 229

Figure 117– *Configuration expérimentale de la tour de chute permettant d'observer les changements de phases du HMX pendant l'impact* 229

Figure 118 – *Test d'impact de cisaillement* 230

Figure 119 – *Dispositif d'essai permettant de déterminer l'énergie nécessaire à l'initiation de l'explosif* 230

Figure 120 – *Test de la chambre d'impact balistique (BIC test)* 231

INTRODUCTION

Aujourd'hui, les matériaux énergétiques propulsifs ou explosifs existent sous trois formes (i.e., solide, liquide et gazeuse) et ont un grand nombre d'applications aussi bien militaires que civiles. Cette thèse s'intéresse uniquement aux matériaux énergétiques composites qui sont très largement employés dans les domaines du spatial, de l'aéronautique et de la défense. Ils interviennent essentiellement dans les phases de lancement, de propulsion et de guidage d'engins divers, mais également dans certaines têtes militaires. Un matériau « école » a été utilisé pour cette thèse ; il se veut être une représentation simplifiée d'un explosif de type propergol composite.

Bien que réactifs, ces matériaux sont conçus pour être stables, aussi bien en conditions normales que lorsqu'ils subissent des sollicitations mécaniques, chimiques ou thermiques « faibles » (environnement nominal), voire « fortes » (environnement accidentel). Durant leur cycle de vie, en amont de leur utilisation opérationnelle, ils peuvent donc être exposés à divers types d'agressions accidentelles ou malveillantes lors du transport, de la manutention et du stockage. En raison de la nature pyrotechnique des matériaux énergétiques, ces sollicitations non nominales peuvent conduire à des réactions intempestives, entraînant leur décomposition partielle ou complète et la destruction de leur environnement.

Ces sollicitations accidentelles sont potentiellement très nombreuses (incendie, impact, décharge électrique, etc.) et font en général l'objet d'épreuves normalisées. Ainsi, la caractérisation de la sensibilité et de la réactivité chimique des propergols solides est essentielle tant sur le plan de la sécurité d'emploi, que de la connaissance des risques encourus. Aujourd'hui, les phénomènes physiques sous-jacents ne sont cependant bien connus que pour les sollicitations les plus dangereuses (i.e., incendie et impacts à grande vitesse) ; mais ce n'est pas le cas pour les sollicitations de plus basse intensité, et notamment pour les impacts à basse vitesse, auxquels le présent travail est consacré.

L'initiation d'un matériau énergétique lors d'un impact est un phénomène thermiquement activé séquentiel (étapes consécutives), se produisant aux endroits les plus chauds (c'est la notion classique de « points chauds », correspondant à des sites d'allumage localisés au sein de la microstructure du matériau énergétique). La nature hétérogène des propergols solides est telle que l'échauffement induit par un

impact, même de faible intensité, est lui-même hétérogène et dépend de la répartition des charges dans la microstructure. De plus, les événements qui suivent l'initiation proprement dite sont connus pour dépendre, eux aussi, de l'état structural du matériau sollicité. Ainsi, un matériau énergétique préalablement endommagé, offrant de fait une surface plus importante à la flamme lors d'une réaction de combustion, se trouve susceptible de déflagrer, voire de détoner, tandis qu'un matériau intègre ne subira qu'une combustion relativement lente pour la même agression. Ainsi, pour bien connaître ce type de phénomènes, nous devons nous placer à une échelle sub-macroscopique, souvent qualifiée de « mésoscopique ».

Dans ce contexte, et suite à de très graves accidents survenus à cause de la vulnérabilité des matériaux énergétiques (e.g. destruction des porte-avions Forrestal et Enterprise, ou accident de Camp Doha), l'objectif ultime du CEA[2] Gramat est d'obtenir un outil de prédiction de la vulnérabilité des matériaux énergétiques, en particulier pour les impacts à basse vitesse. Afin d'être pertinent, cet outil devra s'appuyer sur une modélisation mécanique multi-échelle permettant non seulement de prendre en compte le comportement macroscopique mais aussi les champs thermomécaniques locaux, données d'entrée des modèles réactifs, pour estimer l'occurrence de « points chauds ». Pour ce faire, il est essentiel de caractériser le comportement de chacune des phases constitutives du matériau et d'être capable d'en modéliser les interactions à l'échelle locale, en tenant compte des caractéristiques morphologiques du matériau et de leurs évolutions dans le temps au cours des sollicitations.

Plusieurs types de modèles phénoménologiques ont été proposés pour prédire le comportement mécanique de matériaux énergétiques soumis à diverses sollicitations [OZU92, TRU96, RAP97]. Ces modèles, généralement complexe, ne permettent pas de rendre compte de tous les phénomènes observés. Etant donné le rôle fondamental de la microstructure dans les processus d'initiation et de réaction pyrotechnique, des techniques numériques ont été développées afin de réaliser des simulations à l'échelle mésoscopique [BAE02, BA04, BAR04, BAR06]. De telles techniques sont manifestement indispensables lorsque les sollicitations font intervenir d'importants gradients de déformations et de contraintes au sein du matériau. Elles sont cependant lourdes à mettre en œuvre. C'est pourquoi des

modèles d'homogénéisation ont été développés en parallèle. Cependant, les matériaux considérés sont très chargés et fortement non linéaires (comportement visco-hyperélastique de la matrice, endommagement et déformation irréversible des inclusions, décohésion charge/matrice). Dans ces conditions, les techniques classiques d'homogénéisation ne fonctionnent pas correctement. C'est pourquoi une approche non classique, dite « approche morphologique », inspirée des travaux de Christoffersen [CHR83], a été développée depuis 1999 en collaboration entre le CEA[2] Gramat et l'Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique de Poitiers [NAD03, GUI05, TOU07, DAR08].

Afin d'identifier, de compléter et de valider ces modèles pour prédire le plus fidèlement possible le comportement thermo-mécanique des propergols solides, en particulier par rapport à un seuil de réaction/non réaction lié à l'environnement du matériau énergétique considéré, il est nécessaire de disposer de données sur la morphologie et le comportement (thermo)mécanique macroscopique du matériau considéré, de ses phases constitutives à l'échelle mésoscopique et de ses interfaces.

Dans ce cadre, l'objectif de la thèse est de déterminer le type et le niveau de(s) endommagement(s) apparaissant dans un propergol solide donné suite à un impact mécanique dit « à basse vitesse » (i.e., inférieure à 100 $m.s^{-1}$) réalisé à l'aide d'un dispositif expérimental de type tour de chute, en étudiant le ou les phénomènes physiques à l'origine des réactions sous « faibles » sollicitations, leur évolution et leur(s) origine(s) physique(s).

La synthèse de ce travail s'articule autour de quatre chapitres. Le premier est consacré à une description plus approfondie du cadre dans lequel s'inscrit la thèse. Après un rappel sur les matériaux énergétiques, leurs compositions, leurs caractéristiques mécaniques et leurs modes d'endommagement, nous présentons un état de l'art assez large sur le domaine, surtout en matière de modélisation. Faisant alors le constat qu'il y a un manque crucial de données matériaux, nous présentons la stratégie qui a été suivie au cours de cette thèse.
Le second chapitre rassemble toute la démarche expérimentale que nous avons mise en œuvre pour tenter de caractériser le comportement du matériau choisi. Nous

suivons alors deux objectifs, l'un portant sur l'identification des paramètres et du modèle relatif au liant du composite et l'autre portant sur la caractérisation des phénomènes d'endommagement généré dans le composite. Ainsi, nous verrons tous les essais qui ont été réalisés, ainsi que les conditions expérimentales et les résultats que nous avons obtenus, pour répondre à ces objectifs.

Le troisième chapitre est consacré à la partie simulation et plus particulièrement l'identification et la validation des paramètres du modèle choisi pour modélise le liant du matériau composite, à partir des essais.

Enfin, avant de conclure sur le sujet et de proposer des pistes de réflexions pour poursuivre les travaux, le quatrième chapitre nous permettra d'apporter des éléments de réponses quant-à la caractérisation des phénomènes d'endommagement générés dans le composite, en observant sa microstructure avant et après essai.

Chapitre I

PROBLEMATIQUE & STRATEGIE D'ETUDE

L'objet de ce chapitre est de faire une synthèse des connaissances et des travaux réalisés sur le comportement mécanique des matériaux énergétiques et plus particulièrement des propergols solides. De plus, il va nous permettre de définir une démarche permettant de répondre à la problématique posée.

Après avoir brièvement décrit et classé les matériaux énergétiques, nous donnons quelques éléments sur leur fabrication, pouvant aider à la compréhension des phénomènes mis en jeu lors de leur réponse à une sollicitation mécanique donnée.

Nous présentons enfin divers aspects phénoménologiques du comportement des matériaux énergétiques. En faisant le lien entre l'endommagement, la sensibilité et la réactivité de ces matériaux, nous montrons la nécessité d'une modélisation du comportement mécanique et de l'endommagement dans une optique de sécurité et de fonctionnement.

I.1 Les matériaux énergétiques : de l'élaboration à la mise en service

I.1.1 Définition et classification des matériaux énergétiques

Les matériaux énergétiques sont des matériaux susceptibles de libérer rapidement, grâce à une réaction chimique auto-entretenue et en l'absence d'oxygène, une grande quantité d'énergie [AIM98]. Cette libération d'énergie s'effectue par des mécanismes de pyrolyse et/ou d'oxydoréduction. Il existe trois modes de dégradation principaux :

- la combustion, processus de décomposition le plus lent, est caractérisée par une propagation du front réactionnel contrôlée par conduction thermique, dont la vitesse est comprise entre quelques millimètres et quelques centaines de millimètres par seconde ;

- la déflagration, quant à elle, se caractérise par la propagation d'un front réactionnel à une vitesse comprise entre quelques mètres par seconde et quelques centaines de mètres par seconde. Il s'agit donc d'une combustion rapide, se propageant par transferts de chaleur par conduction, convection et éventuellement

par ondes de compression. Elle peut évoluer et engendrer progressivement une onde de choc dans le milieu environnant ;

- la détonation est (en général) initiée par une onde de choc qui entretient la décomposition du matériau. Cette onde de choc est elle-même soutenue par la décomposition et la production des gaz très chauds et fortement comprimés qu'elle produit. La vitesse de propagation du front de détonation qui, dans le cas idéal, croît avec la densité de l'explosif, peut atteindre plusieurs milliers de mètres par seconde [TAU03].

Dans tous les cas, la violence de la réaction dépend fortement des niveaux d'énergie initiaux mis en jeu (chimique, thermique ou mécanique), des propriétés physico-chimiques du matériau et de son état de confinement.

Les matériaux énergétiques sont regroupés en trois grandes familles : les explosifs, les propergols solides (pour faire la distinction avec les ergols liquides, que l'on qualifie aussi souvent de propergols) et les poudres pour armes à tube.

Les premiers, qu'ils soient coulés-fondus, composites ou comprimés, sont essentiellement utilisés pour la défense, mais aussi dans le civil, pour l'extraction de minerais, les travaux publics et, plus récemment, la prospection sismique et géologique (les plus courants sont les nitrate-fuels). La décomposition de leurs réactifs chimiques dégage de manière soudaine un important volume de gaz porté à haute température, provoquant, en général, une onde de choc dans le milieu environnant [TAV69]. Le fort dégagement de chaleur et l'onde de choc sont caractéristiques du phénomène de détonation ou de déflagration.

Les explosifs sont généralement classés suivant leur composition ou leur mode de fabrication :

- les coulés fondus sont constitués d'une dispersion de cristaux réactifs dans une matrice composée de tolite (trinitrotoluène ou TNT, un explosif fusible à 80℃). Très peu coûteux, ils sont fragiles et contiennent souvent des défauts internes liés à la solidification de la tolite ;

- les composites à liant inerte sont constitués d'une dispersion de cristaux explosifs, ou d'un mélange de cristaux oxydo-réducteurs comme le perchlorate

d'ammonium et l'aluminium, incorporés dans une matrice le plus souvent de type élastomère ;

- les composites à liant actif sont identiques aux composites à liant inerte, à la différence près que leur matrice énergétique, par exemple à base de nitrocellulose ou de nitroglycérine et participe à la réaction ;

- les comprimés dans lesquels les grains d'explosif, préalablement enrobés d'une mince pellicule d'un liant de type élastomère ou thermoplastique, sont ensuite densifiés par compression uni-axiale ou isostatique à forte pression (de l'ordre de la centaine de MPa), généralement à chaud ;

- les explosifs de type industriel.

Les propergols, utilisés pour la défense et pour les applications spatiales ou automobiles (générateurs de gaz des airbags), produisent les gaz de réaction beaucoup plus progressivement et délivrent une poussée sur une durée plus longue. Leur combustion est anaérobie, afin de pouvoir fournir la poussée à haute altitude ou hors atmosphère [SNP]. Ils existent généralement sous deux formes [DAV89] :

- les propergols homogènes (comme les poudres pour armes) sont constitués d'un gel de nitrocellulose et de nitroglycérine. Les fonctions oxydantes et réductrices sont contenues dans la même molécule. Divers additifs (comme des molécules explosives par exemple) sont adjoints pour augmenter les performances balistiques. Leur résistance au vieillissement est bonne ;

- les propergols composites, appartenant à la catégorie des polymères chargés, sont généralement constitués d'une matrice polymérique et de grains cristallins.

Les travaux réalisés dans cette thèse portent exclusivement sur un matériau énergétique composite à liant inerte, de type propergol solide, de la famille « butalite », c'est-à-dire à liant polybutadiène. Nous nous limitons par la suite à la présentation des caractéristiques de ce matériau.

I.1.2 Composition générale et élaboration d'un composite à liant inerte

Il est constitué d'une matrice polymérique, souvent réductrice, chargée de grains ou particules d'oxydant et éventuellement de particules de métal jouant le rôle de

réducteur d'appoint. La fraction massique d'oxydant varie entre 60% et 80% ; celle du réducteur d'appoint n'excède pas 30%. L'oxydant et le métal réducteur sont introduits sous forme de particules. La matrice, dont la fraction volumique est faible (généralement inférieure à 20%), sert de liant et permet la mise et le maintien en forme du matériau.

Plusieurs granulométries peuvent être utilisées simultanément, afin d'optimiser à la fois le taux de charge et la vitesse de combustion. Les tailles de particules peuvent ainsi varier de quelques micromètres à quelques centaines de micromètres.

On ajoute par ailleurs plusieurs types d'additifs :

- un plastifiant qui permet de réduire la viscosité de la matrice avant réticulation lors de la coulée et d'abaisser la température de transition vitreuse, afin de diminuer la fragilité à froid ;
- des catalyseurs de combustion ;
- des agents de surface et d'adhésion entre le liant et les particules ;
- des anti-oxydants pour protéger le polymère du vieillissement par oxydation.

La fabrication des composites à liant inerte se déroule en quatre étapes successives [DAV89] :

- le malaxage d'une phase solide (principalement oxydant et réducteur sous forme de poudres de granulométries mono- ou poly-disperses), et d'une phase liquide (les additifs et le polymère qui formera le liant après réticulation). Il est probable que, lors de ce malaxage, un certain nombre de particules soient rompues ou endommagées. La distribution de taille et de forme des particules dans le matériau peut, par conséquent, être sensiblement différente de celle des constituants introduits ;
- la mise en forme est réalisée le plus souvent par coulée sous vide (généralement avec une phase de vibration) ou par injection sous pression ;
- la polymérisation est ensuite effectuée en étuve, ou directement dans le puits de coulée quand les volumes de matériau mis en jeu sont très élevés. Lors de cette étape, la température (de l'ordre de 50°C) reste limitée pour ne pas induire de réaction chimique du matériau. Le traitement thermique est tel que la matrice reste en général sous-réticulée, ce qui permet d'assouplir le matériau et de conserver des

allongements à rupture suffisants pour, ainsi, ne pas développer de fissures au retrait thermique pendant le refroidissement. Il existe en réalité un gradient de réticulation : autour des particules les agents d'adhésion provoquent une concentration de fonctions réactives et donc une sur-réticulation [AZO08]. La concentration de particules n'est probablement pas non plus tout à fait homogène dans le matériau du fait de la décantation. En outre, la plastification et/ou la sous-réticulation servent également à éviter les problèmes de fissuration à froid en maintenant la température de transition vitreuse sous le domaine d'utilisation ;

- pour finir, les structures sont démoulées et éventuellement usinées. Elles font également l'objet d'un contrôle par radiographie, destiné à détecter d'éventuelles fissures internes susceptibles d'altérer la vitesse de combustion et donc le fonctionnement du propulseur.

I.2 Les matériaux étudiés

Dans ces matériaux, il existe plusieurs zones distinctes, correspondant à un degré de réticulation de la matrice autour des charges. En effet, les fonctions réactives introduites (charges) ne permettent pas une réticulation totale de la matrice. Le polymère restant, qui est fortement sous-réticulé et éloigné des charges, forme ce que l'on appelle la « fraction libre » du propergol (comme pour les polymères semi-cristallins).

Le matériau énergétique étudié ici est une butalite « simplifiée » (matériau-école fabriqué et fourni par l'ONERA (ONERA, Chemin de la Hunière, 91761 Palaiseau Cedex, France), *i.e.* un propergol composite obtenu par incorporation d'une distribution monomodale de 60% en masse de grains de perchlorate d'ammonium (PA), quasi sphériques de diamètre 400 µm comportant a priori peu de défauts, dans un liant polymérique de type polybutadiène hydroxylé (PBHT) (Figure 1).

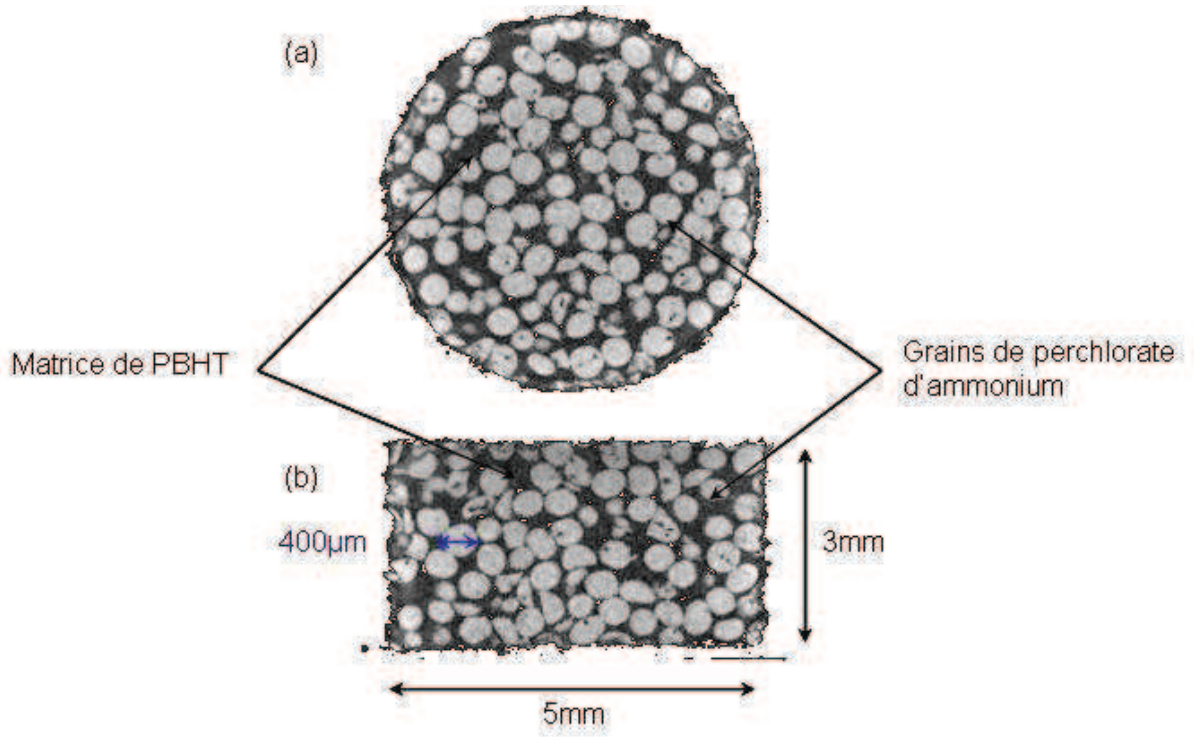


Figure 1 – *Microstructure initiale d'une pastille de butalite*

Coupe transversale (a) et longitudinale (b) obtenue par microtomographie X

Nous avons choisi ce matériau car sa composition microstructurale « simplifiée » (taille unique de grains quasi sphériques comportant a priori peu de défauts) permet de caractériser plus facilement sa déformation et son endommagement, et plus généralement d'étudier les phénomènes d'initiation (i.e., points chauds) dus à des sollicitations dynamiques d'intensité modérée. Néanmoins ce matériau n'est pas complètement représentatif de la classe des propergols solides, dont le taux de charges est beaucoup plus élevé.

Pour des raisons de sécurité pyrotechnique, nous avons également travaillé sur un matériau inerte équivalent morphologiquement, et mécaniquement a priori, dans lequel les grains de perchlorate d'ammonium ont été remplacés par des grains inertes d'hexafluorure d'ammonium ayant un comportement mécanique réputé similaire, d'après le fournisseur (Figure 2).

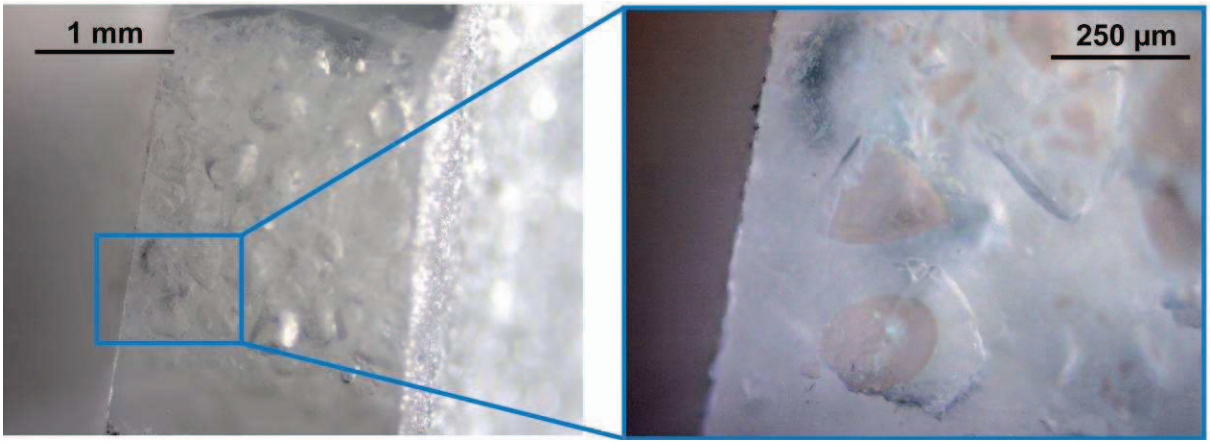


Figure 2 – *Vue au microscope optique en réflexion de la surface du composite inerte étudiée*

Mise en évidence des grains d'hexafluorure d'ammonium (obtenue par coupe au microtome rotatif avec couteau de verre). Une source d'éclairage additionnelle transverse a été utilisée dans le second grossissement (à droite) pour mettre en évidence la section des grains à la surface

Dans les deux cas, le PBHT est utilisé comme liant organique combustible. Avant la polymérisation, c'est un liquide translucide insoluble dans l'eau, particulièrement visqueux, dont les propriétés physiques et mécaniques varient en fonction de la longueur des chaînes et du taux de ramification. Il correspond à du polybutadiène linéaire $[–CH2–CH=CH–CH2]_p$ ou ramifié $[–CH2–CH(CH=CH2)]_p$, portant à chaque extrémité un groupe fonctionnel hydroxyle –OH (Figure 3).

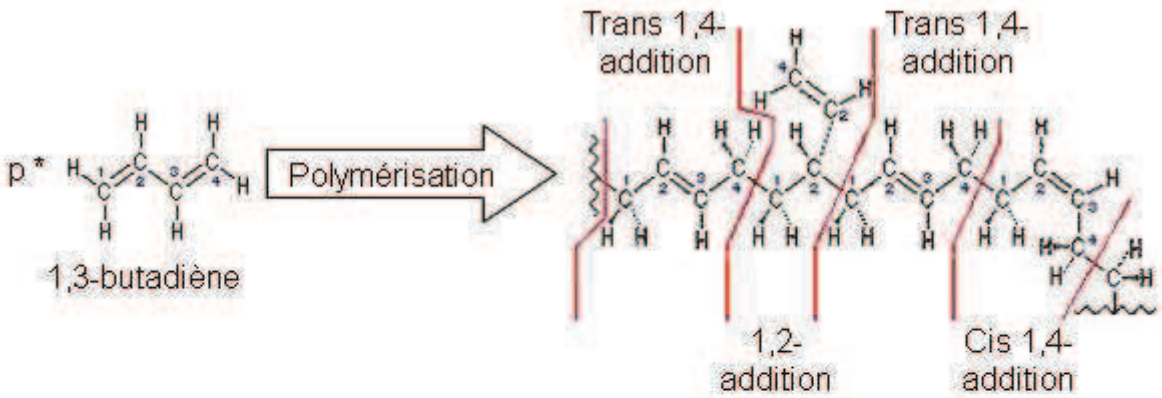


Figure 3 – *Polymérisation du butadiène [PRA]*

Le perchlorate d'ammonium, cristal incolore et transparent, comme l'hexafluorure d'ammonium (Figure 2), est un oxydant très utilisé en astronautique dans toute une classe de propergols composites, pour propulser les missiles balistiques ou les fusées. C'est un cristal ionique trigonal de formule NH_4ClO_4 (sel d'ammonium de

l'acide perchlorique), obtenu par réaction de l'ammoniac NH_3 avec l'acide perchlorique $HClO_4$ ou par double décomposition entre un sel d'ammonium et le perchlorate de sodium $NaClO_4$. Comme les autres perchlorates, c'est un puissant oxydant, qui, lorsqu'on le chauffe, se décompose (ou change de phase cristallographique) avant de fondre (un chauffage doux conduit à la libération de chlore Cl_2, d'azote N_2, d'oxygène O_2 et d'eau H_2O, tandis qu'un chauffage plus fort conduit à l'explosion). Il est considéré comme dangereux lorsqu'il se présente sous forme pulvérulente, pour des grains de diamètre inférieur à 15 µm. Lorsqu'il est mélangé à un combustible comme une matrice en polymère organique, il peut provoquer une combustion auto-entretenue.

I.3 Vulnérabilité aux impacts à basse vitesse

Bien que potentiellement sensibles, les matériaux énergétiques sont conçus pour être stables aussi bien en conditions normales que lors de sollicitations mécaniques, chimiques ou thermiques « faibles ». Il est essentiel de connaître pour ces agressions le « seuil » de transition vers la réaction. Il est pour cela nécessaire de comprendre les phénomènes (notamment microstructuraux) qui influencent et mènent à la réaction. Le matériau étudié, comme de nombreux matériaux énergétiques, est conçu pour être peu sensible aux sollicitations extérieures (il est alors dit « muratisé »). Cependant, les contraintes élevées, les impacts, même de basse intensité, les échauffements, les frottements ou encore l'exposition à des rayonnements électromagnétiques, peuvent augmenter sa probabilité de réaction intempestive.

Une analyse sur la compréhension des mécanismes réactifs suite à des agressions d'origine mécanique ou thermique a conduit aux constats suivants (Figure 4) :

- parmi les modes de transition sous agression mécanique, seule la transition choc-détonation (TCD), qui constitue le mode nominal de fonctionnement des explosifs, est suffisamment bien comprise (théorie, expérimentations, modèles numériques et analytiques) ;

- parmi les autres modes de transition sous agression mécanique, la compréhension de la réponse aux impacts basses vitesses semble primordiale (détermination du seuil Non Réaction/Réaction dans un premier temps), car

représentative de nombreuses agressions opérationnelles non traitées actuellement (chocs modérés, chutes de faible hauteur, poinçonnement, impacts divers, chutes d'outillages …) [DEL07] ;

- parmi les modes de transition sous agression thermique (vieillissement, Slow Cook-Off ou rampe de température lente, Fast Cook-Off ou rampe de température rapide), la réaction au « Fast Cook-Off » est correctement approchée (lieu et instant de démarrage de la réaction), mais la détermination des cinétiques de décomposition thermique pose encore des problèmes ;

- après initiation thermique, la prédiction de la violence finale de la réaction est encore plus complexe, car elle fait intervenir la surface offerte à la flamme, et donc le comportement rhéologique et l'endommagement chimico-thermo-mécanique du matériau énergétique (décohésion grains-matrice, fissuration des grains, cisaillement de la matrice…), qui est, au moment de la réaction, parfois très différent de l'état initial.

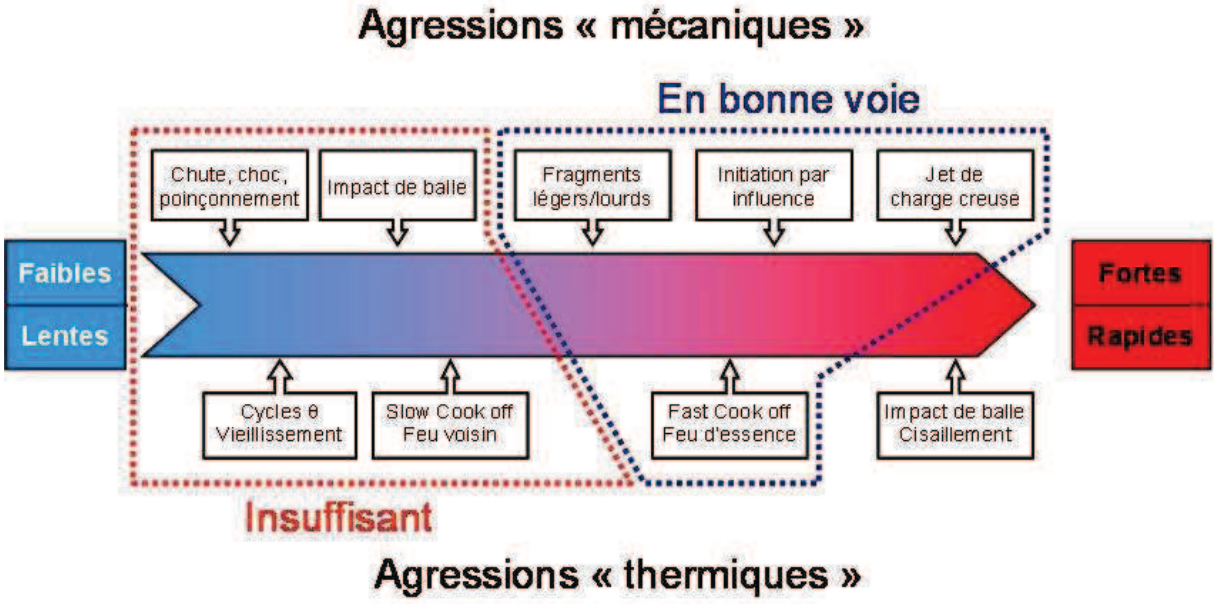


Figure 4 – M*écanismes thermo-mécaniques menant à l'initiation des explosifs*
Etat de l'art sur en fonction de la vitesse ou de l'intensité des sollicitations

Il est à noter que la distinction entre les notions de « thermique » et de « mécanique » au niveau de la sollicitation ne se justifie plus au niveau des mécanismes réactifs car tous les phénomènes de transition sont thermiquement activés (seule change la nature des points chauds activés). En effet, les phénomènes mécaniques décrits sont séquentiels et font intervenir en premier lieu

une déformation non réactive, puis un allumage de la structure par points chauds (compétition entre la localisation de l'énergie dissipée et les pertes par conduction à petite échelle), puis une évolution vers un régime plus ou moins violent de détonation, de déflagration ou de combustion, en fonction de la microstructure du matériau considéré [HEN06].

L'enjeu réel est de savoir modéliser la localisation des dissipations d'énergies qui servent de point de départ à la réaction [FIE92, FIE92]. Ajoutons que, contrairement aux phénomènes de transition choc-détonation, pour lesquels une modélisation scalaire suffit en général, les phénomènes plus lents nécessitent des lois de comportement tensorielles, ce qui complique singulièrement l'approche.

Enfin, d'autres lacunes sont apparues par rapport à des agressions peu étudiées : électricité statique, ondes électromagnétiques et foudre, impacts multiples, agressions combinées thermomécaniques (e.g. réaction d'une munition après un échauffement dans un stockage, dont les fragments vont impacter d'autre munitions aussi à température élevée), etc. Ces sollicitations sortent du présent travail.

Pour répondre aux besoins grandissants de sécurité et de vulnérabilité, divers types d'essais, normalisés ou non, ont été développés pour étudier la réaction pyrotechnique des matériaux énergétiques sous sollicitations dynamiques de basse intensité. On recense ainsi le « Steven test » (annexe) [VAN02], le « drop weight test » (tour de chute) (annexe) ou le punch test [HEN98].

I.4 Caractéristiques mécaniques d'un propergol composite à liant inerte

Les propriétés mécaniques des propergols solides composites sont, de façon générale, similaires à celles des élastomères chargés, avec certaines spécificités issues du taux de charges élevé, du comportement mécanique des charges (fissuration et/ou plasticité) et des interfaces (décohésion). Après un rappel sur le comportement de chacune des deux phases constitutives (le liant et les charges), nous décrivons celui du composite en distinguant les propriétés visco-hyperélastiques et l'endommagement.

I.4.1 Le comportement du propergol et de ses constituants

I.4.1.1 La matrice

La matrice polymérique présente un comportement visco-hyperélastique et quasi-incompressible à la température ambiante [FRA96], qui est supérieure à celle dite de transition vitreuse ($T_g \approx -70°C$).

Elle suit le comportement classique des élastomères dont les propriétés sont liées au degré de mobilité des chaînes moléculaires le composant. A une température inférieure à la T_g, les mouvements inter- et intra-moléculaires sont figés, conférant au matériau un comportement quasi-fragile ou élasto-viscoplastique, avec un module d'élasticité élevé (quelques GPa). Néanmoins, il reste souvent une certaine mobilité de petits segments moléculaires au-dessous de la transition vitreuse ; il faut descendre au-dessous d'une température, appelée transition secondaire, pour « tout » figer. Il est important de noter qu'il peut exister plusieurs températures de transitions secondaires. Au dessus de la T_g, les premiers mouvements inter- et intra-moléculaires sont rendus possibles, et le module de cisaillement est de l'ordre de quelques MPa.

Ces différentes possibilités de mouvement des molécules se traduisent entre autres par une évolution du module d'élasticité d'un élastomère en fonction de la température. On peut alors distinguer des domaines de température où le matériau a des comportements très différents (Figure 5) :

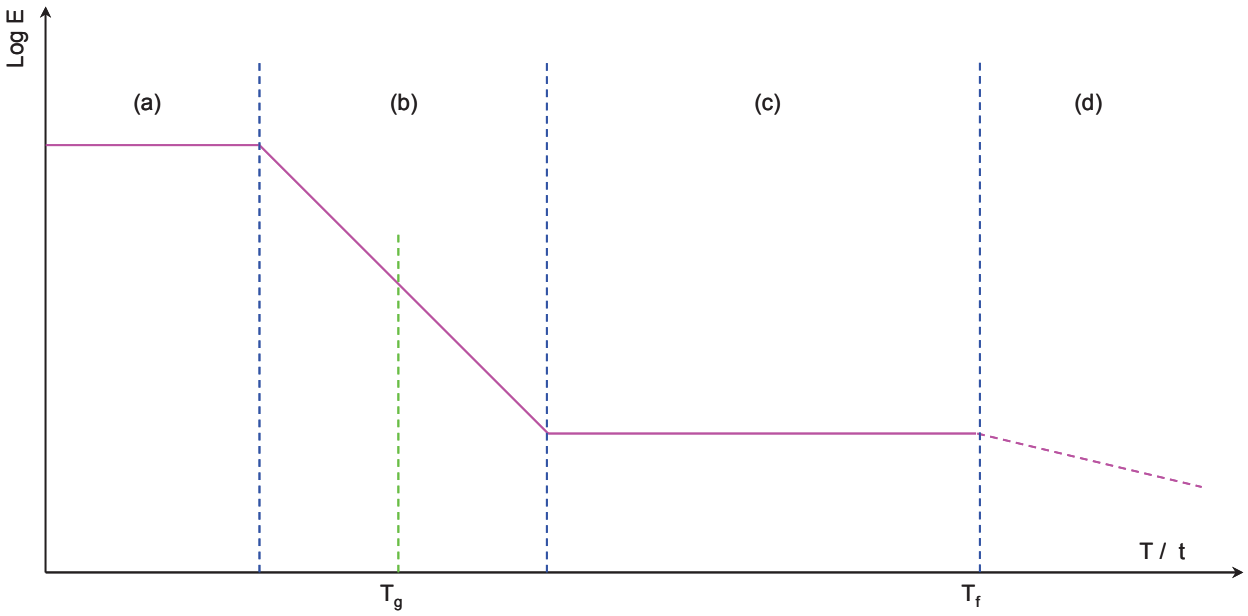


Figure 5 – *Evolution du module d'élasticité d'un élastomère en fonction de la température*

(a) Comportement vitreux où le matériau a un comportement quasi-fragile ou élasto-visco-plastique avec un module d'élasticité élevé

(b) Comportement visco-hyperélastique

(c) Comportement caoutchoutique

(d) Ecoulement du matériau au-delà de T_f

On remarque également que plus la sollicitation est lente (temps d'application long), plus les chaînes ont le temps de se mouvoir. Ainsi, le comportement à des températures élevées est similaire à celui aux temps longs ou aux faibles vitesses de déformation, et réciproquement. Le principe d'équivalence de William-Landel-Ferry [FER80] permet, par exemple, de décrire cette équivalence temps/température lorsqu'elle peut s'appliquer. Il est important de noter ici que la pression possède un rôle similaire à celui des hautes vitesses et des basses températures en restreignant le volume disponible des chaines moléculaires pour se mouvoir.

On peut obtenir trois types de réponse (à température fixée) (Figure 6).

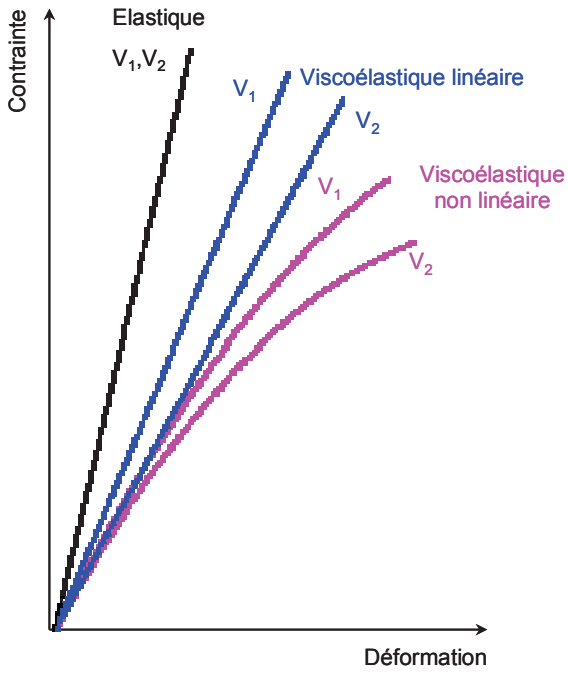


Figure 6 – *Comportement uniaxial en contrainte-déformation de matériaux élastiques et viscoélastiques*

Pour deux valeurs de la vitesse de sollicitation V (V_2<V_1)

Le comportement viscoélastique peut aussi être mis en évidence au cours d'un essai uniaxial où l'on impose un créneau de contrainte (**Figure 7**). On met alors en évidence :

- le fluage : suite à l'échelon de contrainte, la déformation augmente en fonction du temps.

- la recouvrance : diminution de la déformation résiduelle au cours du temps après retour à contrainte nulle.

L'essai consistant cette fois-ci à imposer un créneau de déformation permet de mettre en évidence la relaxation qui est un comportement dual du fluage en contrainte, i.e., la contrainte, après avoir augmentée brutalement (élasticité), décroît jusqu'à une valeur asymptotique éventuellement non nulle, que l'on qualifie parfois de contrainte caoutchoutique.

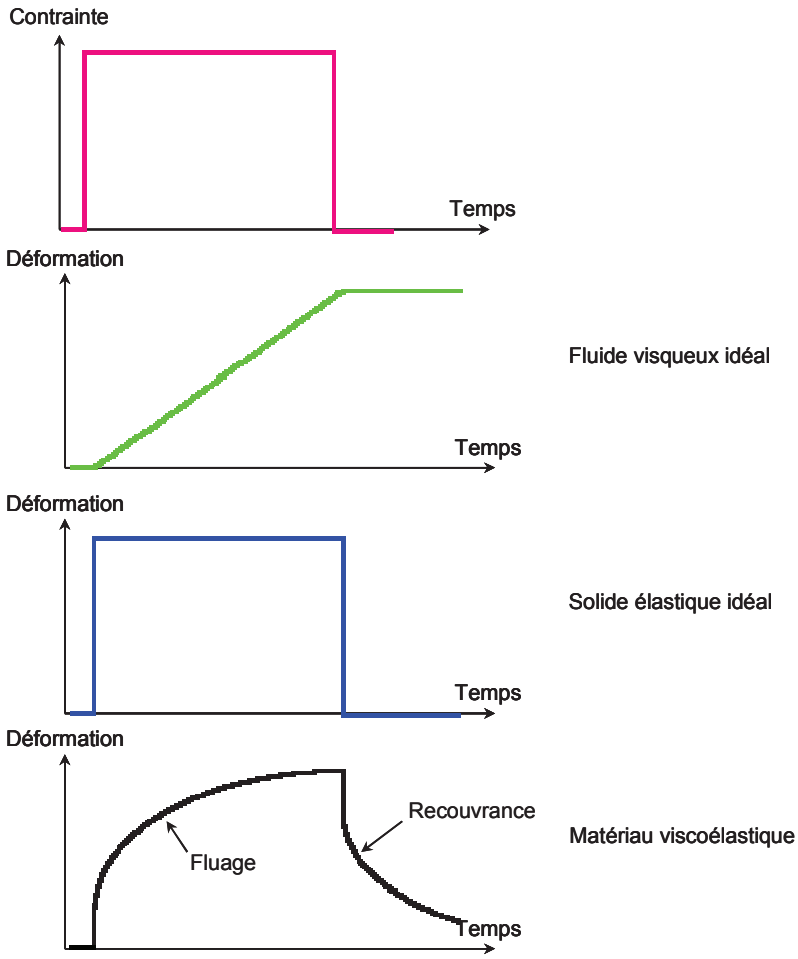


Figure 7 – *Réponse uniaxiale des matériaux viscoélastiques à un créneau de contrainte*

Enfin, si l'on soumet un matériau viscoélastique a un chargement de traction cyclique, on constate la présence d'une boucle d'hystérésis : les courbes de charge et de décharge ne coïncident pas, qui est due à la dissipation visqueuse.

I.4.1.2 Les particules

A température ambiante, les charges sont des particules beaucoup plus rigides que la matrice (ordre de grandeur 10 GPa). Ce contraste de rigidité s'estompe lorsque la vitesse de déformation ou la pression augmentent, ou lorsque la température diminue.

Leurs propriétés mécaniques sont difficiles à mesurer et, de fait, les valeurs trouvées dans la littérature sont très variées [NEV04, LEI00, WIN99].

I.4.1.3 Le composite

Le comportement décrit pour la matrice s'applique qualitativement au composite mais l'ajout des charges modifie les propriétés viscoélastiques du matériau. En effet, si le module d'élasticité caoutchoutique augmente par rapport à celui du polymère seul, c'est essentiellement du fait de la présence des charges, qui empêchent un certain nombre de mouvements moléculaires et également parce que les charges elles-mêmes supportent une partie de la contrainte macroscopique appliquée au matériau. Cependant, la température de transition vitreuse reste qualitativement inchangée et le spectre de relaxation est en général élargi.

A déformation modérée, jusqu'à environ 10%, le matériau a un comportement visco-élastique linéaire et l'équivalence temps/température est observée [LAC04]. Par contre, à grande vitesse de déformation (choc), il est difficile de prévoir les caractéristiques du matériau et l'équivalence temps/température peut être remise en cause, sans compter l'apparition de non-linéarités, comme la plasticité, dues à un éventuel franchissement de la transition vitreuse du fait de la vitesse de déformation, ou de la pression, ou de l'endommagement.

Aux déformations élevées, le matériau s'endommage et le comportement devient non-linéaire. Selon la vitesse, la température et la pression, ces non linéarités peuvent être dues, entre autres, à la fragmentation des grains, à leur déformation irréversible (plasticité cristalline), ou à la décohésion entre le liant et les charges. Cette non-linéarité apparaît à des niveaux de déformation d'autant plus faibles que la vitesse de déformation est élevée (Figure 8).

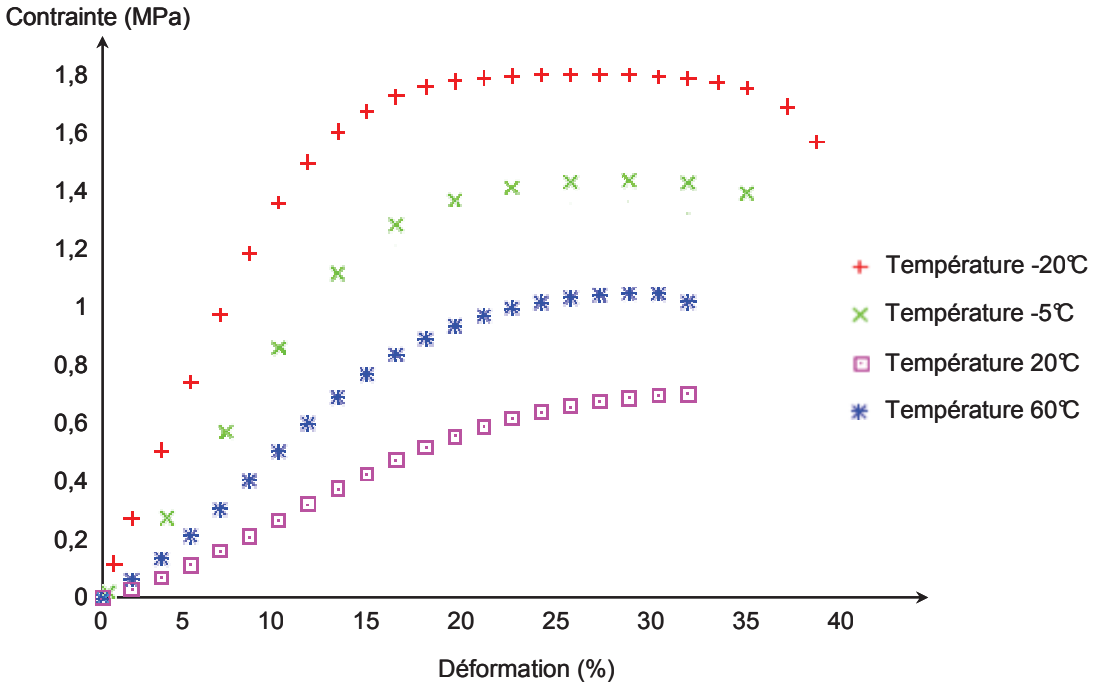


Figure 8 – *Essai de traction uniaxiale à différentes températures sur un propergol [LAC05]*

Ce matériau présente donc un comportement visco-hyperélastique non linéaire endommageable.

I.4.1.4 Mise en évidence de l'endommagement

La présence de porosités accroît la sensibilité des matériaux énergétiques [BEL92]. De fait, sous l'effet d'un choc suffisamment fort, la fermeture des porosités conduit à des élévations de température très localisées [KHA85, MAI87, FRE85]. Si la température atteinte est suffisante, une réaction s'amorce, il s'agit de l'allumage. Cette combustion à très petite échelle peut alors conduire à une onde de choc réactive. Par ailleurs, la présence de vides (fissures ou pores), dans lesquelles la flamme peut s'introduire, peut augmenter considérablement la vitesse de combustion [DAV89].

L'évolution du dommage dans une éprouvette soumise à une traction lente dans la chambre d'un Microscope Electronique à Balayage (MEB) montre que lorsque la déformation croît, des décohésions entre les grains et la matrice apparaissent [CHA91]. La mesure simultanée de l'évolution de la contrainte et du volume permet de distinguer trois étapes dans le phénomène d'endommagement par décohésion

(Figure 9) : une étape (a) où le matériau est quasi-incompressible (comportement de la matrice), pendant laquelle la fraction volumique de vide reste quasi-nulle ; puis une étape (b) où l'on observe l'apparition et le début de croissance de cavités (décohésion progressive des particules de la matrice), entrainant une réponse non-linéaire ; enfin une étape (c) de croissance des cavités, pendant laquelle l'évolution du volume est approximativement linéaire par rapport à la déformation, et pendant laquelle la contrainte n'évolue presque plus. L'influence des paramètres comme la température, la vitesse de déformation ou la pression sur la variation de volume a été mesurée [TRA95].

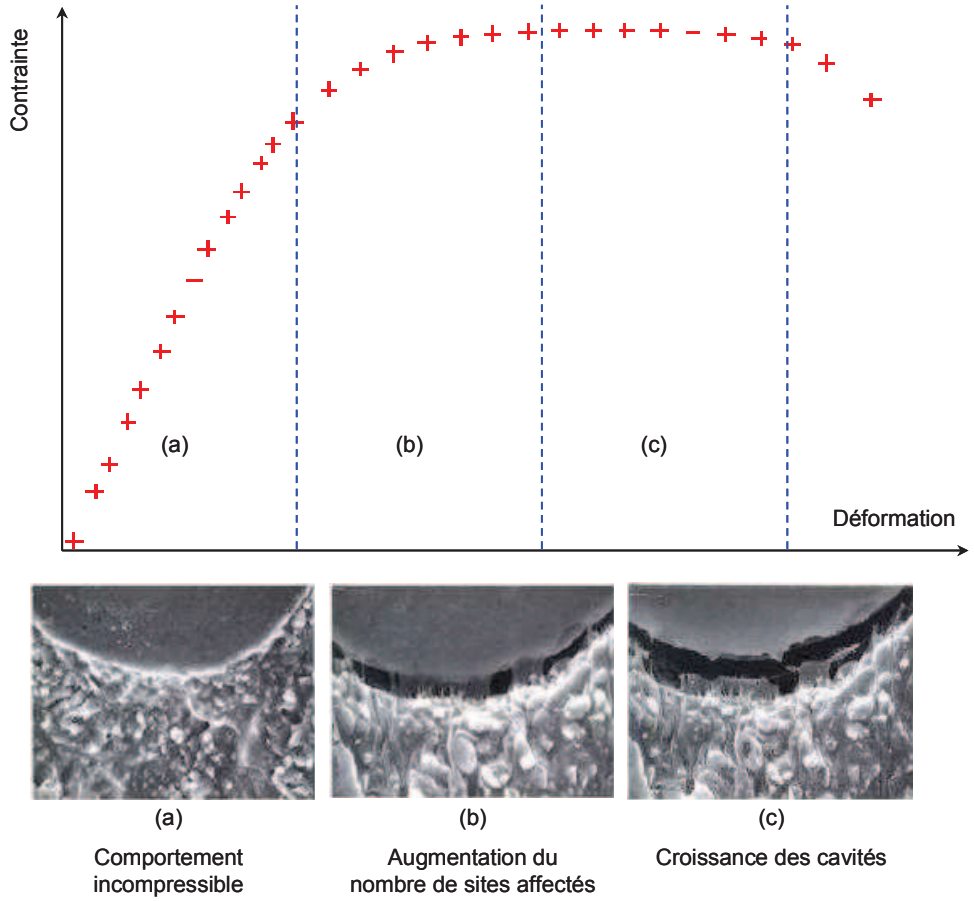


Figure 9 – *Endommagement d'un échantillon soumis à une traction simple*
Décohésion interfaciale matrice/particule et croissance des cavités [CHA91]

I.4.1.5 Point de vue dynamique et endommagement

La littérature portant sur la réponse dynamique du propergol est limitée. On trouve tout de même quelques travaux sur l'endommagement subi par le matériau lors de sollicitations complexes, permettant d'observer qu'à vitesse de déformation élevée

ou à très basse température, le mécanisme de décohésion fait place à des ruptures de grains [STA86, TRU96, RAP97] ou à de la plasticité cristalline (à haute pression).

La rupture du polymère constituant la matrice du composite est également observée. En effet, lorsque les conditions expérimentales deviennent plus sévères, le polymère adopte progressivement un comportement vitreux et la contrainte augmente. Comme dans l'état caoutchoutique, la déformation à rupture dépend alors de la vitesse de déformation. On note aussi que les contraintes et déformations à rupture augmentent avec la pression hydrostatique.

I.4.2 Les modèles de comportement des propergols à liant inerte

Deux familles de modélisations sont développées dans la littérature : les modèles phénoménologiques abordent le comportement de façon macroscopique, tandis que les modèles microstructuraux décrivent de façon plus ou moins fine les phénomènes physiques qui se produisent localement au sein de la microstructure. Ces derniers sont plus riches et plus satisfaisants du point de vue de la démarche ; leur mise en oeuvre nécessite cependant des développements théoriques plus complexes. C'est pourquoi les modèles phénoménologiques sont retenus pour leur efficacité en tentant progressivement d'intégrer des données microstructurales, par homogénéisation le plus souvent, afin d'améliorer leur capacité à prédire la réponse à des chargements plus càmplexes.

I.4.2.1 Les modèles phénoménologiques

> Les modèles visco-élastiques et hyper-élastiques

Le matériau étant macroscopiquement isotrope (du moins à l'état initial), il peut être décrit par deux modules d'élasticité dépendant du temps : le module de compressibilité noté *K(t)* et le module de cisaillement noté *G(t)*. On peut approcher la dépendance temporelle ces modules par des séries de Prony qui s'écrivent par exemple pour *K(t)* sous la forme [FER80] :

$$K(t) = K_{\infty} + \sum_{i=1}^{n} K_i . e^{\left(-\frac{t}{\tau_i}\right)} \qquad (1)$$

où les paramètres τ_i représentent des temps caractéristiques du matériau, associés aux modules *Ki* et *Gi*.

De plus, comme le liant des matériaux énergétiques composites est un polymère dans un état caoutchoutique, il présente des capacités en déformation importantes qui nécessite l'emploi de modèles hyper-élastiques comme celui de Mooney-Rivlin généralisé par exemple [BER05, RIC07, ARR93].

Ces modèles décrivent la partie visco-hyper-élastique du comportement de manière satisfaisante pour un chargement uni-axial, et permettent d'estimer l'état des contraintes dans le matériau. Cependant, pour les matériaux étudiés, ces critères sont rapidement mis en défaut. Ils ne peuvent décrire que les sollicitations monotones, ou ne rendent pas compte de la rupture des matériaux en relaxation.

Par ailleurs, il existe plusieurs modèles faisant intervenir différents types de critères de rupture pour lesquels l'évolution de la déformation et de la contrainte à rupture du matériau est décrite en fonction de la vitesse de déformation [BEU56, BEU57, BEU64, TRA95, FAR68, DUB81].
Néanmoins, ils ne tiennent pas complètement compte des hétérogénéités de la microstructure du matériau induisant des champs de contraintes triaxiaux. Par conséquent, ils ne conviennent pas à un des objectifs des travaux de thèse portant sur la caractérisation multi-échelle des phénomènes d'endommagement. En effet, un critère de rupture est très différent d'un modèle d'endommagement.

Dans ce cadre, les industriels (travaux d'ingénierie) considèrent en général l'endommagement comme inacceptable et se contentent souvent d'une modélisation élastique post-traitée par un critère de rupture. Pourtant, dans des situations accidentelles, il est important de savoir prédire l'endommagement du matériau et ses conséquences sur le comportement, ce qui nécessite une modélisation plus évoluée.

> Les modèles d'endommagement en petites déformations

Le premier phénomène pris en compte dans le comportement mécanique des matériaux composites est la décohésion entre le liant et les inclusions [FAR64,

FAR68]. La variation de volume, mesurée à l'aide du dilatomètre Farris, est associée à la formation de cavités ellipsoïdales autour des particules. Par la suite, on introduit des paramètres microstructuraux, tels le rayon et la rigidité des particules puis généralisé à des sollicitations tridimensionnelles, en intégrant l'effet de la pression [VRA93, FAR73]. Ces paramètres ont été déterminés pour un propergol soumis à des essais de traction simple, de traction sous pression et de relaxation, à différentes vitesses de déformation [MAR80]. Par la suite, ces travaux ont servi de point de départ au développement du modèle CMEX [QUI03, QUI01] pour lequel le niveau d'endommagement est modélisé par la loi de Miner [MIN45]. Ce modèle, utilisé pour un essai de rupture dynamique multiaxial (essai Brésilien), a permis de prédire la localisation de la zone endommagée ainsi que le comportement macroscopique du matériau durant l'essai. Cependant, il n'est défini que sur un domaine temporel limité pour lequel la matrice est caoutchoutique ; ceci ne satisfaisant pas notre besoin car la matrice est visqueuse.
D'autres modèles viscoélastiques endommageable ont alors été définis pour les matrices polymères dans un état vitreux [COR01, GUR77, STE97].

> Les modèles d'endommagement en transformations finies

Les matériaux énergétiques composites ayant la capacité de se déformer considérablement, le formalisme des transformations finies a été utilisé. C'est le cas du modèle Ozüpzck-Beker [OZU92, OZU97, OZU97, CAN01], qui a été modifié [JUN00] sur la base de la formulation en grandes transformations de la viscoélasticité compressible [SIM98]. Le point fort de ce modèle réside dans l'introduction d'une cinétique d'évolution de la fraction volumique de vides cv(t) dans la matrice.

Les modules de cisaillement et de compressibilité sont alors modifiés en conséquence :

$$G[c_v(t)] = g[\max_{\tau\in[0,t]} c_v(t)]G \qquad (2)$$

$$K[c_v(t)] = [1 - c_v(t)].\frac{K_v}{1 + \omega_1.K_v.c_v(t)} \qquad (3)$$

où G_v et K_v les modules du propergol à l'état vitreux non endommagé et ω_1 un paramètre. $g(c_v)$, fonction de dommage identifiée sur des essais, comporte un seuil de décohésion en déformation indépendant de la température et de la vitesse de déformation.

Le modèle reproduit de manière satisfaisante le comportement du propergol étudié en sollicitation uniaxiale monotone ou cyclique. L'effet Mullins [MUL47, MUL69] (Figure 10), qui traduit la modification du comportement d'un élastomère chargé (perte de rigidité et apparition d'une déformation rémanente), après l'application d'une première extension, est pris en compte par l'introduction de fonctions tabulées (dans Équation 4 et Équation 5). Par contre, la fraction volumique de vide est sous-estimée.

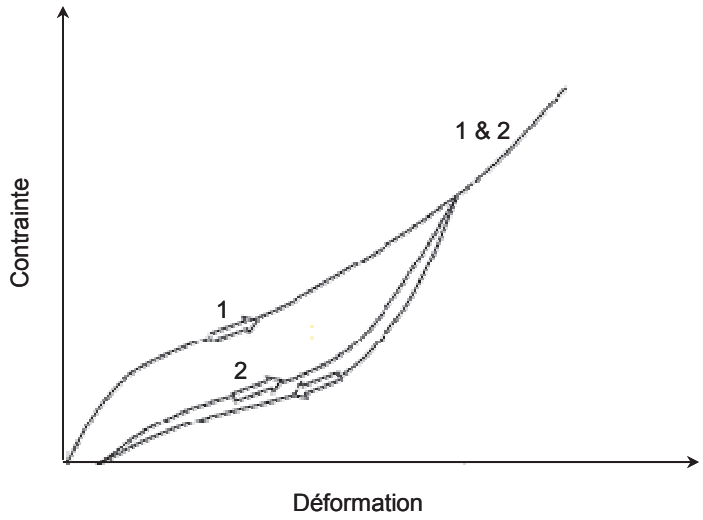


Figure 10 – *Représentation de l'effet Mullins d'un élastomère*

Un autre modèle élasto-viscoplastique, écrit dans le cadre de la thermodynamique des milieux continus, recourt à l'utilisation de variables internes [TRU96]. Il permet de restituer un comportement adoucissant tant élastique que plastique, sans pour autant définir d'endommagement explicite.

Tous ces modèles phénoménologiques, décrivant un endommagement par germination, croissance et coalescence des cavités sont adaptés aux matériaux énergétiques lorsqu'ils sont soumis à des sollicitations quasi-statiques. Lorsque la vitesse de déformation augmente, les mécanismes de déformation et d'endommagement deviennent différents : la matrice se rigidifie et les particules se

fissurent sans pour autant se déchausser de la matrice. Seuls des modèles de fissuration et de fragmentation deviennent alors pertinents.

I.4.2.2 Les modèles de fissuration et de fragmentation

A vitesse de déformation élevée, les propergols se fragmentent car le liant se rigidifie (comportement vitreux).

Le modèle de multi-fissuration et de fragmentation le plus employé dans le domaine des matériaux énergétiques est le modèle BFRACT (Brittle Fracture), datant des années 1980-1990 [SEA85, CUR87, GUE95, RAP97]. Il a été modifié plus récemment pour prendre en compte l'extension des fissures à basse vitesse de déformation [SEA98, OLS98]. Dans ce modèle, l'endommagement est décrit par un mécanisme de croissance et de coalescence de microfissures qui amènent à la multi-fissuration de l'échantillon. La germination des microfissures n'étant pas prédite, une distribution initiale de microfissures est imposée, le matériau sain étant représenté par un modèle de Mie-Grüneisen pour la partie sphérique de son comportement mécanique :

$$p = K.\left[\frac{\rho(t)}{\rho(t=0)} - 1\right] + \rho(t).\Gamma.\mathrm{E} \qquad (6)$$

où ρ la masse volumique du milieu, K le module de compressibilité, Γ le paramètre de Grüneisen et E l'énergie interne [STE96]. La partie déviatorique est décrite par un modèle élasto-viscoplastique de type série de Prony.

Dans ce cadre, la coalescence commence au-delà d'une taille critique de porosité. Elle réduit le nombre de fissures, tout en conservant une surface totale de l'ensemble des fissures constante. Ceci permet alors d'avoir une estimation :

- du nombre de fragments $N_f = \beta.N(t)$;
- de leur taille $R_f = \gamma.R$;
- de leur volume $V_f = \alpha.\pi.R_f^3$.

où α, β et γ sont des constantes d'ajustage empirique et *N(t)* est le nombre de fissures à un instant *t*.

Lorsque le volume relatif de ces fragments atteint un seuil, le modèle prédit la rupture de l'échantillon.

Un modèle élasto-viscoplastique endommageable multiplan a également été proposé [RAP97] pour prédire la fragmentation d'une éprouvette soumise à un impact par balles. Il utilise 12 plans de fissuration qui permettent de restituer l'isotropie initiale globale du matériau. Les modules de cisaillement et de compressibilité s'écrivent :

$$G(t) = G(t=0).(1 - \max_i d_i) \qquad (7)$$

$$K(t) = G.\frac{2.(1+\nu)}{3.(1-2\nu)} \qquad (8)$$

$$\dot{d}_i = \frac{\dot{\gamma}_i}{\gamma_r} \qquad (9)$$

où γ_i est le glissement sur le plan i, γ_r le glissement à rupture et d_i l'endommagement sur le plan i.

Ce modèle prédit correctement la localisation et le ralentissement du projectile durant la pénétration ainsi que la forme des cônes de fragmentation d'entrée et de sortie.

D'autres modèles portant sur d'autres matériaux comme le béton ont ensuite été adaptés aux propergols solides, en tenant compte de la désactivation possible de l'endommagement et de la restitution du module en cas de fermeture des fissures [DRA96, CAM03].

I.4.2.3 Les modèles issus d'une démarche micromécanique : homogénéisation et endommagement

La microstructure peut soit être définie aléatoirement par des algorithmes morphologiques répondant à des critères d'agencement des inclusions au sein de la matrice [TOR01, KNO01, BEL96, BAR04], soit à partir d'images obtenues par microtomographie aux rayons X, en reconstruisant le volume puis en le maillant [FAN04, BAR06].

De plus, les simulations nécessitent la définition de conditions aux limites. Deux types de conditions peuvent être utilisés :

- les conditions dites « homogènes », définies en contrainte ou en déplacement.
- les conditions dites « périodiques », qui ne sont pas toujours faciles à mettre en œuvre.

On notera que les deux conditions ne sont équivalentes que si la taille du Volume Elémentaire Représentatif (VER) est grande devant la taille caractéristique des hétérogénéités (condition dite de séparation des échelles).

Pour prédire la réponse macroscopique d'une structure réelle connaissant le comportement des constituants du matériau et sa microstructure, on peut procéder par transition d'échelle, ou homogénéisation.

Les techniques d'homogénéisation permettent de donner une approximation du comportement d'un matériau composite à partir du comportement de chaque constituant et dans les cas les plus simplistes à partir uniquement des fractions volumiques de chacune des phases.

De nombreuses méthodes de type auto-cohérent ont été abordées [CLE01, TAN05, SCH86]. Néanmoins, elles ont trois inconvénients majeurs :

- elles ne fournissent que des renseignements par phase (représentation très pauvre de la microstructure) ;
- elles sont rarement valables au-delà de 40% de taux de charge ;
- elles sont très difficiles à mettre en œuvre dans un régime non-linéaire.

En conséquence, l'approche retenue au CEA Gramat en collaboration avec le Laboratoire de Mécanique et de Physique des Matériaux de l'Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique de Poitiers repose sur l'approche de Christoffersen [CHR83]. Il s'agit d'une méthode d'homogénéisation numérique, utilisable en régime non linéaire, visant à tenir compte aussi fidèlement que possible de la microstructure réelle des propergols solides. A cet effet, cette dernière est représentée par un assemblage de polyèdres, séparés par de fines couches de matrice, d'épaisseur constante. Cette description, quoique simplifiée, permet de tenir compte d'une distribution de taille des grains avec des taux de charges plus ou

moins élevés. Ces derniers sont décrits par la position de leurs centroïdes ainsi que par l'orientation de leurs faces, tandis que les couches de liant sont décrites par leur épaisseur (Figure 11). Diverses hypothèses cinématiques sont émises :

- le déplacement du centre de masse des grains est piloté par la déformation macroscopique du matériau ;
- la déformation des grains est homogène et équivalente dans tous les grains ;
- chaque couche de liant se déforme de manière homogène ;
- les perturbations aux bords et aux coins des grains sont négligées.

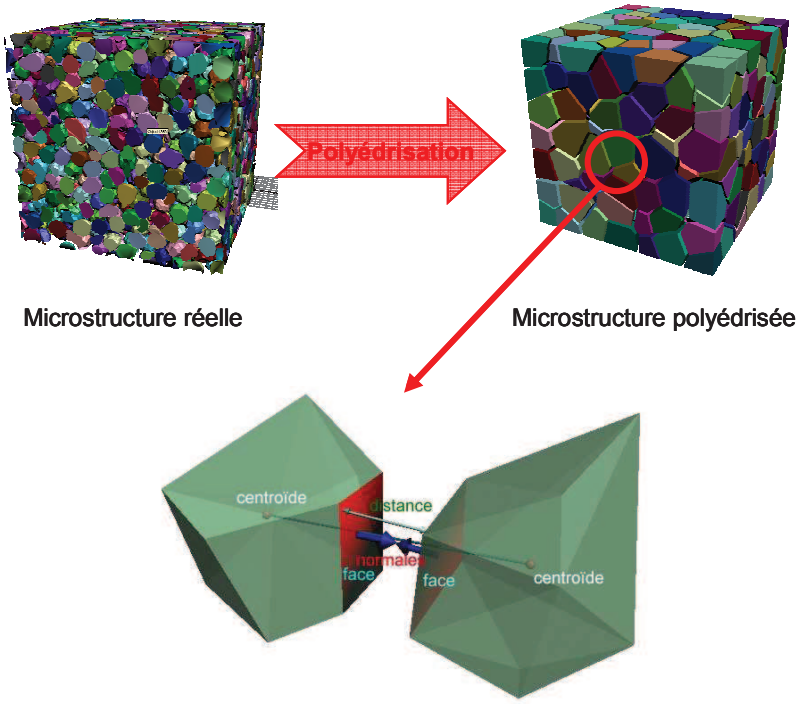


Figure 11 – *Schématisation des hypothèses géométriques de la méthode de Christoffersen*

Cette méthode d'homogénéisation, initialement conçue pour décrire le comportement élastique de composites en petites transformations, a été étendue au comportement visco-élastique par Nadot, la matrice étant décrite par un modèle de Zener [MAR99, NAD03]. L'endommagement, correspondant à une décohésion grain/matrice, a ensuite été pris en compte par l'introduction de sauts de déplacement à l'interface matrice/polyèdres. Ce travail a enfin été transposé dans le cadre des transformations finies [GUI05, GUI06] et évalué dans un cadre visco-hyper-élastique [TOU07a, TOU07b]. Un critère d'évolution de l'endommagement a enfin été ajouté à cet ensemble sous l'hypothèse des petites perturbations en élasticité [DAR08].

Néanmoins certaines limites sont apparues en ce qui concerne les non linéarités caractéristiques des élastomères chargés (géométrique, physique, temporelle, endommagement et plasticité). De plus il faut à nouveau étendre cette évolution aux transformations finies en tenant compte du caractère visco-élastique de la matrice et d'autres modes d'endommagement et de nucléation. En effet, le problème de la décohésion dans les composites à matrice visco-élastique reste peu abordé.
Dans ces modèles, le plus gros défaut réside dans le manque de données comportementales et structurales du matériau considéré.

En s'appuyant sur les méthodes d'homogénéisation pour la modélisation du comportement mécanique des propergols, et en s'inspirant des résultats d'homogénéisation d'un composite élastique triphasé (matrice/particules/trous) par la méthode de Mori-Tanaka, une loi phénoménologique d'endommagement a été proposée [RAV95]. L'évolution de l'endommagement a alors été prise en compte par un critère de Weibull (principe du maillon le plus faible pour la rupture fragile), identifié sur des résultats d'essais uniaxiaux et biaxiaux.

Le comportement non-linéaire de l'interface entre la matrice et les particules est étudié pour rendre compte de l'adoucissement du matériau [TAN04, TAN05]. Néanmoins, ce modèle ne permet pas de rendre compte de l'influence de la vitesse de déformation sur le comportement.

I.5 Méthodologie d'étude

Dans le cadre général de cette thèse, nous ne considérons que les agressions de type mécaniques, et plus particulièrement les impacts à basse vitesse sur la butalite, en nous intéressant plus précisément à l'analyse des phénomènes précédant l'initiation (allumage).

Plusieurs questions se posent alors :

- quel(s) est(sont) le(s) processus micro-mécanique(s) de déformation et d'endommagement ?
- si plusieurs mécanismes sont en jeu, comment s'organisent-ils ? Sont-ils en compétition ?

- comment influe(nt)-il(s) sur la vulnérabilité et la sensibilité du matériau énergétique ?

De fait, l'état de l'art montre que le manque de données expérimentales sur le comportement du matériau considéré est un réel frein à la compréhension et à la modélisation des phénomènes d'endommagement qui mènent à la réaction pyrotechnique violente. Aussi, pour répondre à ces questions, il faut nécessairement étudier le comportement de chacun des constituants du composites (grains, liant, interfaces grains/liant) et leurs évolutions microstructurales lors de sollicitations dynamique modérées.
Dans notre étude, nous travaillons sur la caractérisation du liant et des phénomènes d'endommagement dans les cristaux de propergol, leur évolution et leur(s) origine(s) physiques(s), lié(s) à l'environnement du matériau énergétique considéré.

Afin de discriminer l'origine et le type de l'endommagement généré, suivant l'intensité et le type de sollicitations, les actions menées sont :

- la caractérisation du comportement du liant afin d'obtenir des coefficients matériaux relatifs à la loi de comportement choisie, pour modéliser au mieux sa réponse sous chargement, en prenant en compte les vitesses de déformations locales : pour une vitesse de déformation moyenne ($\dot{\bar{\varepsilon}} = \sqrt{\frac{2}{3}.\dot{\varepsilon}_{ij}.\dot{\varepsilon}_{ij}}$) de l'ordre de 350 s^{-1} sur une pastille de PBHT homogène, on peut obtenir une vitesse de déformation moyenne locale de l'ordre de 5.10^3 s^{-1} au sein du liant du composite (Figure 12) ;

- la caractérisation du comportement sous sollicitations modérées du matériau composite par des mesures de champs de déplacements et de déformations ;

- l'étude des effets du chargement généré la tour de chute, en tenant compte et en contrôlant chaque étape de la sollicitation (passage des ondes puis écrasement) ;

- la caractérisation morphologiquement de l'endommagement du matériau sous chargement dynamique et dans différentes configurations expérimentales.

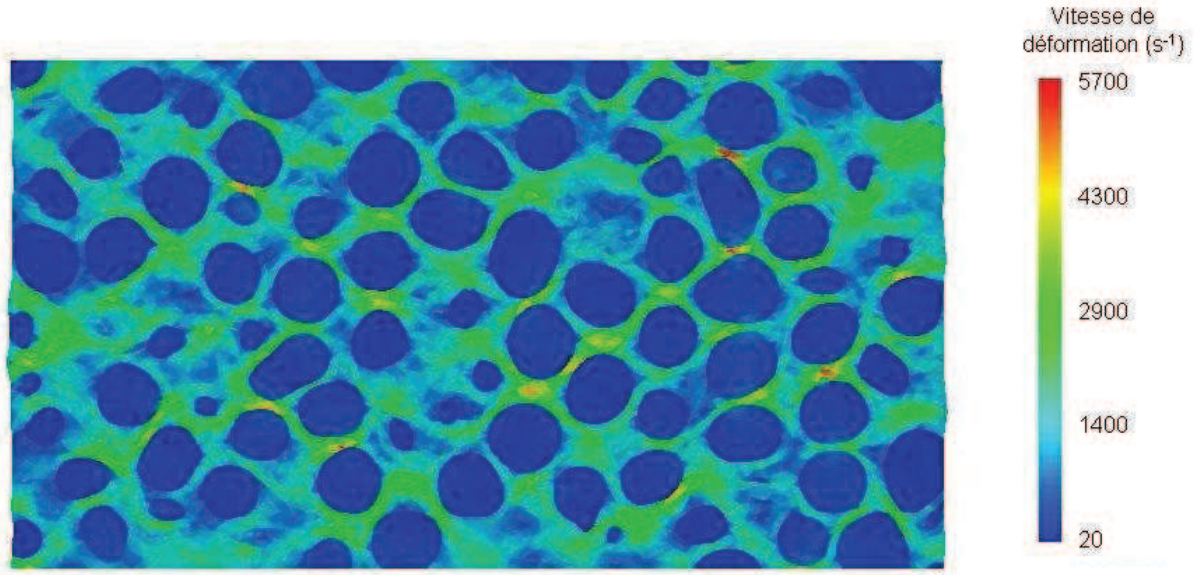


Figure 12 – *Champ de vitesses de déformation moyenne au temps t = 100 µs, à l'échelle mésoscopique*

Dans un d'une pastille de composite inerte (diamètre 10 mm, épaisseur 3 mm) soumise à un essai d'écrasement à vitesse initiale de 1,6 m.s^{-1}, obtenu par un calcul avec le logiciel ABAQUS/EXPLICIT [FAN09]

Pour répondre à ces objectifs, nous avons choisi d'utiliser les moyens d'essais suivants :

- le viscoanalyseur (ou Analyseur Mécanique Dynamique, rhéomètre ou encore DMA en anglais), faisant partie de la famille des appareils de DMTA (en anglais Dynamic Mechanical Thermal Analysis). Cet instrument est dédié à l'étude et à la caractérisation des propriétés viscoélastiques des matériaux en fonction de la fréquence de sollicitation (Annexe G) ;

- les barres d'Hopkinson (essai de compression dynamique) permettent de caractériser les propriétés dynamiques et la sensibilité à des vitesses de déformation relativement élevées d'un échantillon de matériau en traction/compression uniaxiale, en cisaillement ou en torsion, sous différentes conditions expérimentales (lubrification, température, confinement, etc.) (Annexe B) ;

- la tour de chute (ou mouton de choc) permet usuellement de mesurer la sensibilité au choc d'un matériau énergétique, soumis à l'impact et à l'écrasement d'une masse tombant en chute libre à une hauteur variable. Celle-ci a été instrumentée et modifiée pour l'occasion (Annexe L).

Et pour analyser les résultats obtenus à l'aide de ces dispositifs expérimentaux, nous avons utilisé les moyens d'expertises suivants :

- le microtomographe X qui permet d'observer la microstructure d'un échantillon de matériau, sur le principe de la radiographie aux rayons X. Dans notre cas, nous analyserons les différences de microstructure, en volume, induites par le chargement, entre une pastille saine (n'ayant subi aucun chargement), et une pastille ayant subi un chargement à la tour de chute (Annexe H) ;

- la vidéo numérique rapide qui permet d'enregistrer l'évolution de la déformée de la pastille de butalite au cours de son écrasement dans la tour de chute, ainsi que d'accéder aux champs de déplacements par corrélation d'images (Annexe K) ;

- un logiciel de corrélation d'image est un moyen non intrusif, permettant d'obtenir des données cinématiques ponctuelles ou globales (champs de déplacements, de déformations, de vitesses, …) en surface de l'éprouvette de matériau, à partir des données obtenues à l'aide de la caméra (Annexe E) ;

- le calorimètre de combustion isopéribole, qui permet de réaliser une mesure très précise du pouvoir calorifique et de la surpression engendrée dans une enceinte, d'une substance chimique (Annexe C).

I.6 Conclusion partielle

Nous avons présenté le cadre dans lequel s'inscrit cette thèse et la nécessité de réaliser des essais caractéristiques du matériau étudié, afin de compléter le panel de lois de comportement existantes, en données matériau. En effet, un grand nombre de lois de comportement existantes, soumises à des hypothèses de définition fortes, décrivent les matériaux composites. Néanmoins, pour aller plus loin dans la modélisation, il faut prendre en compte la microstructure du matériau par le comportement de chaque phase constitutive et des phénomènes d'endommagement générés. Pour accéder à ces différents éléments, nous choisissons un matériau « école » dont la microstructure simplifiée va nous permettre, à l'aide de plusieurs essais de caractérisation et de validation, de mieux appréhender le comportement de la matrice PBHT sous divers sollicitations dynamiques et les phénomènes d'endommagement générés dans le composite, pour différents scenarii de chargement.

Chapitre II

EXPERIMENTATIONS

Ce chapitre est consacré à la présentation des essais mis en œuvre pour répondre à la problématique de la thèse. Pour chaque type d'essai, la configuration expérimentale retenue sera décrite. Puis les configurations expérimentales seront exposées avant de donner, décrire et commenter les résultats obtenus.

L'un des objectifs de ce travail est d'obtenir les paramètres matériaux nécessaires à la modélisation du comportement visco-hyper-élastique du PBHT. Celle-ci permettra de prendre en compte les cas de chargement que le liant peut subir au sein du matériau composite, localement, avec des vitesses de déformation élevées (typiquement de l'ordre de 10^4 s^{-1} pour un essai à la tour de chute) et des déformations souvent supérieur à 100%. Pour obtenir ces informations, nous avons choisi de réaliser plusieurs types d'essais complémentaires sur le PBHT permettant d'explorer une gamme de vitesses de sollicitation assez large :

- les essais de traction et de compression simples : essais de base portant sur la sensibilité du matériau à la vitesse de déformation ;
- les essais DMA : essai permettant de couvrir un large spectre de vitesse de déformation (et de température), pour de petites déformations, qui nous donnerons accès au comportement dans le domaine visco-élastique (linéaire), sous différentes configurations : traction et cisaillement (Annexe G) ;
- les essais aux barres d'Hopkinson : essai homogène et contrôlé, à grande vitesse de déformation et en grandes déformations, qui nous permettra d'avoir des données sur le comportement visco-hyper-élastique dans la gamme de vitesses de chargement explorée à la tour de chute. Cet essai doit servir, entre autre, à valider la loi de comportement identifiée par les essais de type DMA et traction/compression simple ;
- les essais à la tour de chute : essais normatifs permettant habituellement de caractériser la réactivité d'un matériau énergétique sous impact modéré. Celle-ci a été, dans le cadre de la thèse, modifiée/adaptée et instrumentée afin de tester le PBHT dans de bonnes conditions. Ces modifications nous permettent aussi de mesurer les champs de déplacements principalement sur la face inférieure de la pastille testée. Ces mesures complémentaires nous permettent de valider le calcul éléments finis et le dispositif expérimental pour tester le composite.

Le second objectif de ce travail a été de réaliser les mêmes essais sur le matériau composite inerte et, dans le futur, sur la butalite. Pour des raisons pratiques seuls les essais les plus proches en termes de vitesse de la sollicitation réelle ont été effectués, i.e., barres d'Hopkinson et tour de chute. Les essais dans la tour de chute permettent en particulier d'identifier les types d'endommagement générés dans le composite suivant le mode et la vitesse de sollicitation par observations ante- et post-mortem de l'échantillon au microtomographe (Chapitre IV).

II.1 Essais de traction simple sur PBHT

Ces essais sont réalisés en collaboration avec O. Arnould, V. Huon, L. Sabatier et B. Wattrisse, au Laboratoire de Mécanique et de Génie Civil (LMGC) de l'Université des Sciences de Montpellier (UM2) grâce à leur machine DMA BOSE ELF3230 utilisée dans un mode de traction simple (Annexe G).

II.1.1 Configuration expérimentale retenue et essais réalisés

Les essais sont réalisés sur des éprouvettes de traction en PBHT pur, dites en « os de chien », de type 1B (normes NF EN ISO 527 [KRA99], Figure 13).

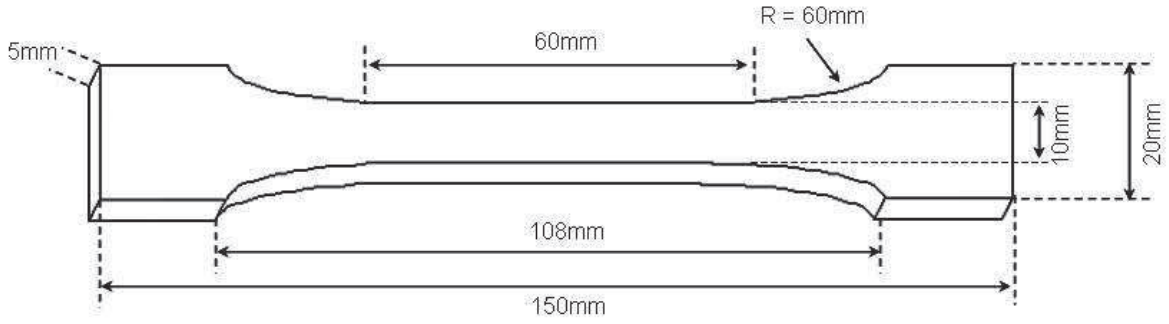


Figure 13 – *Géométrie de l'éprouvette de traction utilisée*

L'éprouvette est maintenue entre le mors fixe et mobile de la DMA pour être soumise à un essai de traction uniforme (Figure 14).



Figure 14 – *Configuration expérimentale en traction/DMA*

Pour ces essais, la force est mesurée avec une cellule de 22 N montée entre le mors fixe et le bâti (Figure 14), et les essais sont réalisés à déplacement imposé avec mesure de celui-ci par un capteur de déplacement de type LVDT d'étendue de mesure ± 6,5 mm.

Pour augmenter la richesse de ces mesures et mesurer la déformation réelle au sein du fût de l'éprouvette (effet de la géométrie de l'éprouvette et mesure du déplacement machine entaché par la déformation de celle-ci), nous associons à la DMA une caméra vidéo numérique rapide (de marque PHANTOM). Elle permet de suivre l'évolution de la surface de l'éprouvette préalablement mouchetée (tâches noires obtenues à l'aide du « nuage de fumée » d'une bombe de peinture, Figure 15). Ce mouchetis permet d'obtenir un motif aléatoire en surface de l'éprouvette, nécessaire au traitement par corrélation d'images (annexe).



Figure 15 – *Eprouvette mouchetée vue par la caméra*

Les images enregistrées au cours des essais sont traitées par le logiciel VIC-2D (Annexe) afin d'en extraire les données locales de champ surfacique de déplacements et de déformations de l'éprouvette de traction au cours de l'essai (Figure 16). Il est important de noter que les distorsions du champ dues aux défauts optiques de l'objectif de la caméra ont été évaluées suivant et qu'elles sont négligeables dans notre cas [LAT08].

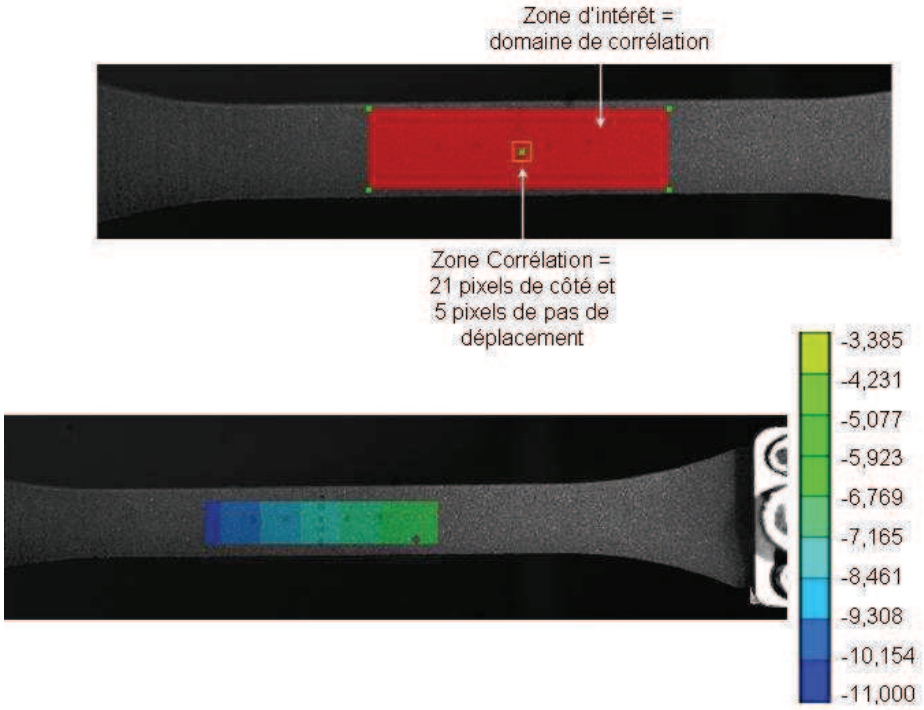


Figure 16 – *Mesure du déplacement (en pixels) selon l'axe de traction en fin de mise en charge*

Traitement d'image sous VIC-2D (Annexe E)

Nous effectuons alors plusieurs essais de traction monotone, avec une charge suivie d'une décharge, à amplitude de déplacement maximal fixe (12 mm, étendue maximale possible sur cette machine d'essai), pour différentes vitesses de

déplacement de la traverse (i.e., théoriquement 0,01 $mm.s^{-1}$, 0,1 $mm.s^{-1}$, 1 $mm.s^{-1}$, 10 $mm.s^{-1}$ et 100 $mm.s^{-1}$).

Cet essai avait été calibré au préalable à l'aide d'un essai à 1 $mm.s^{-1}$ sur machine de traction électromécanique (MTS 1/ME avec une cellule de force de 500 N) permettant d'aller jusqu'à la rupture de l'éprouvette en traction. L'échantillon avait alors été prélevé dans un bloc différent de PBHT (dont l'histoire est mal connue).

II.1.2 Résultats

La comparaison des déplacements u mesurés par le LVDT de la machine d'essai avec la déformation longitudinale de Lagrange incrémentale ε, mesurée en moyenne dans le fût de l'éprouvette par corrélation d'images, montre que l'on peut simplement déterminer celle-ci suivant l'équation classique en petites perturbations (i.e., déformation ne dépassant pas les 15%) (Figure 17) :

$$\varepsilon = \frac{u}{L_{eq}} \qquad (10)$$

où L_{eq} est une longueur équivalente comprise entre la longueur du fût et la longueur totale L de l'éprouvette entre les mors de la machine. Un calcul approchée de cette longueur équivalente, en supposant que toute section droite de l'éprouvette n'est sollicitée que par une contrainte de traction uniforme en élasticité linéaire, permet de montrer que :

$$L_{eq} = \int_0^L \frac{S_0}{S(x)}.dx \qquad (11)$$

avec S_0 la section du fût de l'éprouvette et $S(x)$ l'équation donnant l'évolution de la section droite en fonction de la position x suivant l'axe de l'éprouvette. Une application numérique sur la géométrie réelle de l'éprouvette (Figure 13) permet d'obtenir $L_{eq} \approx 98$ mm pour $L = 108$ mm. Dans la pratique une valeur légèrement supérieure entre 100 et 104 mm est obtenue. Ceci peut s'expliquer par le champ de contraintes réels dans l'éprouvette (e.g., concentrations de contraintes) qui entraine dans déformations de tension axiale locales plus élevées et donc une longueur équivalente plus grande (i.e., pour un même u la déformation moyenne dans le fût de l'éprouvette est en réalité légèrement plus faible).

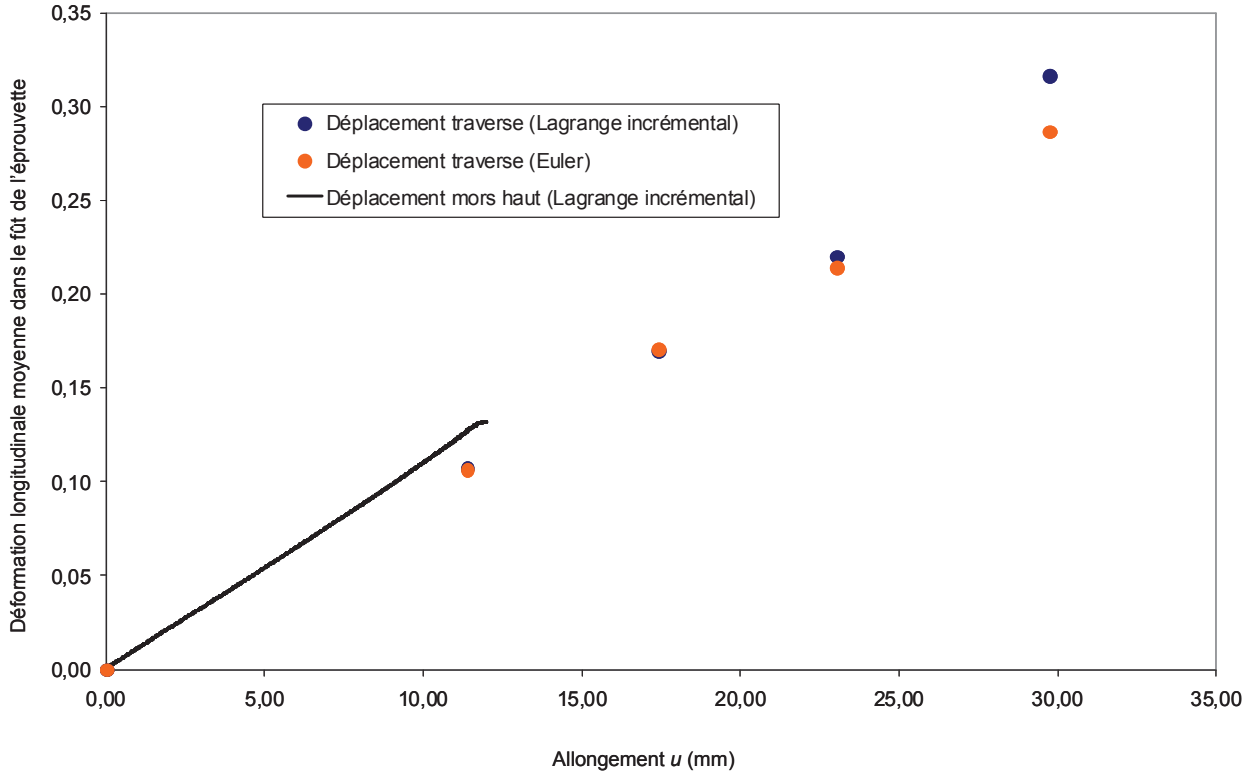


Figure 17 – *Comparaison allongement/déformation moyenne dans le fût de l'éprouvette*

Il est à noter que la rigidité de la machine (de l'ordre de 1880 $N.mm^{-1}$ avec une cellule de capacité 22 N) n'est pas prise en compte pour corriger u dans le cas présent car celle de l'éprouvette est beaucoup plus faible (de l'ordre de quelques $N.mm^{-1}$).

Nous obtenons ainsi des courbes de traction simple en contrainte-déformation nominales (ou conventionnelles), pour des vitesses de déformation variables (Figure 18).

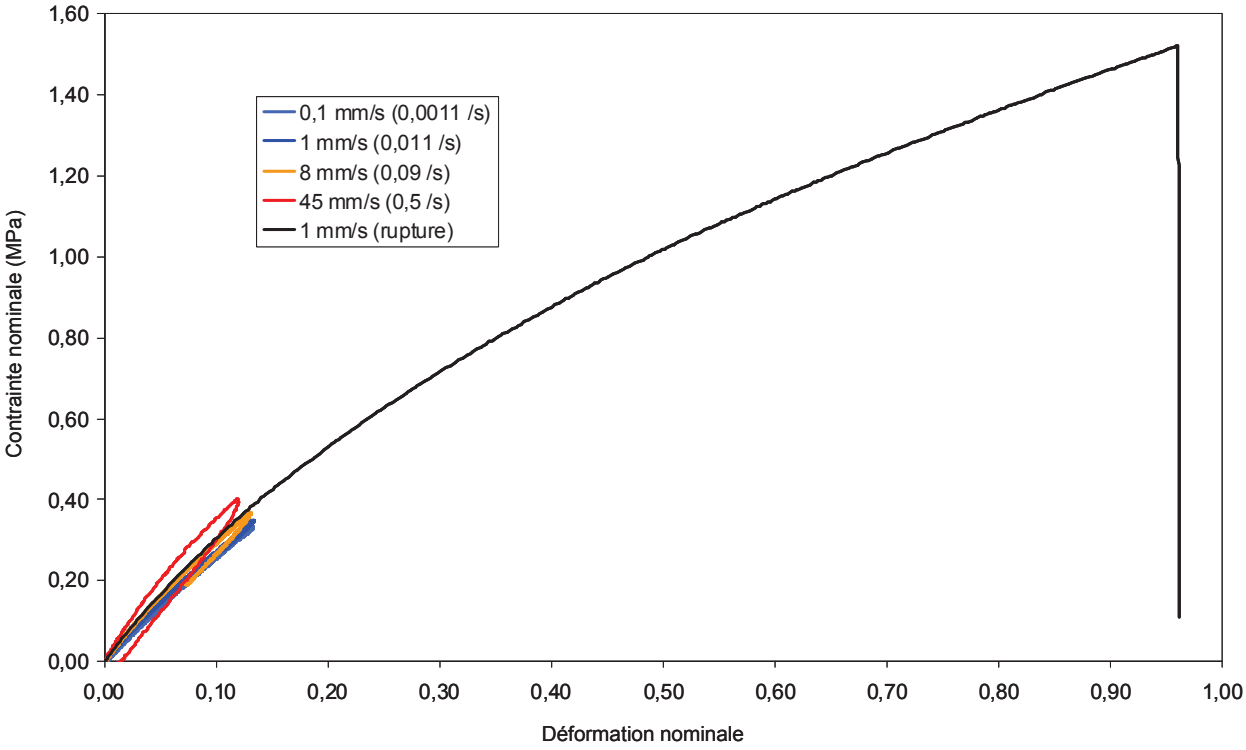


Figure 18 – *Courbes de traction simple en contrainte nominale-déformation nominale*

Vitesses variables et à amplitude fixe (éprouvette de type 1B en PBHT)

On note tout d'abord que pour les plus hautes vitesses de chargement, à savoir 10 $mm.s^{-1}$ et 100 $mm.s^{-1}$, les vitesses réellement atteintes sont inférieures, soit 8 $mm.s^{-1}$ et 45 $mm.s^{-1}$.

On observe aussi que pour les vitesses de chargement les plus faibles, les courbes sont très proches, mais que le matériau se rigidifie lorsque la vitesse augmente. Cela se traduit par l'augmentation du module d'Young apparent (pente à l'origine de chaque courbe). Par ailleurs, pour les basses vitesses de déformation, charge et décharge sont confondus, tandis qu'une boucle d'hystérésis apparaît aux vitesses plus élevées. Ces observations sont en accord avec la littérature et classiques pour le comportement visco-hyperélastique de ce type de polymères. Les mesures de champs par corrélations d'images permettent également de mesurer la déformation transverse et d'estimer ainsi un coefficient de Poison moyen entre 0,45 et 0,5.

Enfin, sur ces figures a aussi été reporté la courbe de traction jusqu'à rupture menée auparavant. On constate un désaccord entre cet essai et les essais à vitesse

variable. On suppose que ceci est dû à l'origine différente (et mal connue) du PBHT de l'éprouvette. On relève néanmoins un comportement hyper-élastique similaire et une limite à rupture de l'ordre de 1,5 MPa pour une déformation maximale de 67%.

II.2 Essais de compression simple

II.2.1 Configuration expérimentale retenue et essais réalisés

Les essais sont réalisés sur des éprouvettes cylindriques, de diamètre 10 mm et de hauteur 10 mm. L'éprouvette est disposée dans la DMA équipée cette fois d'une cellule de 450N (raideur de la machine d'environ 5400 $N.mm^{-1}$) et de plateaux de compression. L'un des plateaux est muni d'une courte aiguille centrale permettant de maintenir le cylindre de PBHT en position. Les plateaux sont lubrifiés à l'aide d'un spray au Teflon (essais uni-axiaux). Les essais sont à nouveau réalisés à déplacement imposé jusqu'à 4 mm d'écrasement avec des vitesses variables (i.e., théoriquement 0,1 $mm.s^{-1}$, 1 $mm.s^{-1}$, 10 $mm.s^{-1}$ et 100 $mm.s^{-1}$).

La machine de DMA employée étant identique à celle utilisée pour les essais de traction, tous les éléments de la chaîne d'acquisition et de dépouillement des données sont similaires (Annexe G).

II.2.2 Résultats

Nous obtenons les courbes de compression simple en contrainte-déformation, pour des vitesses de chargement variables (Figure 19).

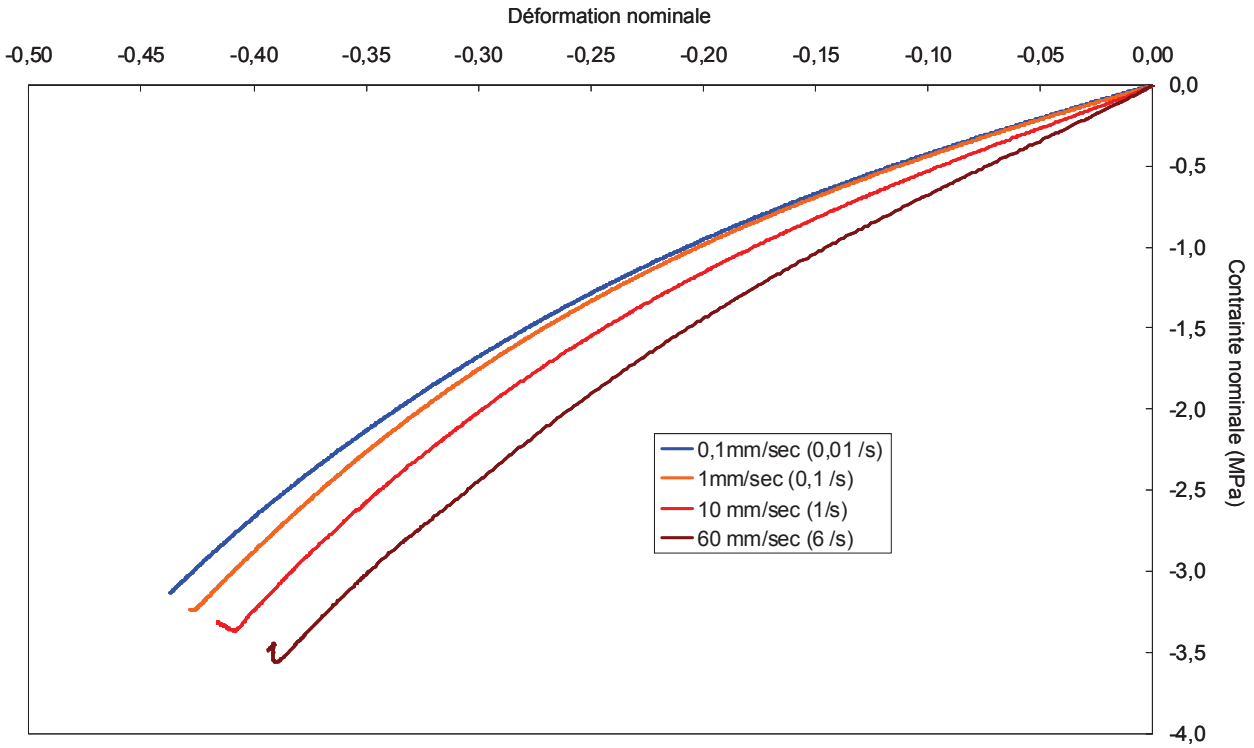


Figure 19 – *Courbes de compression simple en contrainte nominale-déformation nominale*

Vitesses variables et amplitude fixe (pion en PBHT)

Comme pour la traction, on observe que pour la vitesse de compression théorique la plus élevée (100 $mm.s^{-1}$), la vitesse de chargement réellement atteinte est très inférieure (60 $mm.s^{-1}$). Néanmoins, contrairement aux essais de compression précédents, la machine a plus de facilité pour atteindre la consigne en compression, plutôt qu'en traction.

Ces courbes sont très similaires à celle des essais en traction mentionnées plus haut avec un effet relativement marqué de la viscosité (le module d'Young apparent à l'origine évolue avec la vitesse de déformation). On remarque que l'allure générale des courbes est non linéaire avec un raidissement final alors que l'on avait un adoucissement en traction, soulignant le caractère hyper-élastique du PBHT en plus de la non-linéarité géométrique due aux grandes déformations. Il est à noter qu'il n'y a pas rupture de l'échantillon pour la déformation maximale imposée.

Les courbes de traction (charge/décharge) et de compression simples en contrainte nominale-déformation nominale pour des vitesses de déformation initiale $\dot{\varepsilon}_0$

similaires sont regroupées sur le même graphe (Figure 20). On remarque alors une bonne continuité apparente des données en traction et en compression même si les pentes à l'origine des courbes de compression sont en moyenne 25 % plus importante que celle en traction (Tableau 1). Ceci peut-être dû à un frottement résiduel lors de la compression (i.e., léger confinement) et à la différence de volume de matière testé. Ces courbes nous permettrons par la suite d'identifier le comportement hyper-élastique et de tester le comportement visco-élastique du PBHT identifié par DMA.

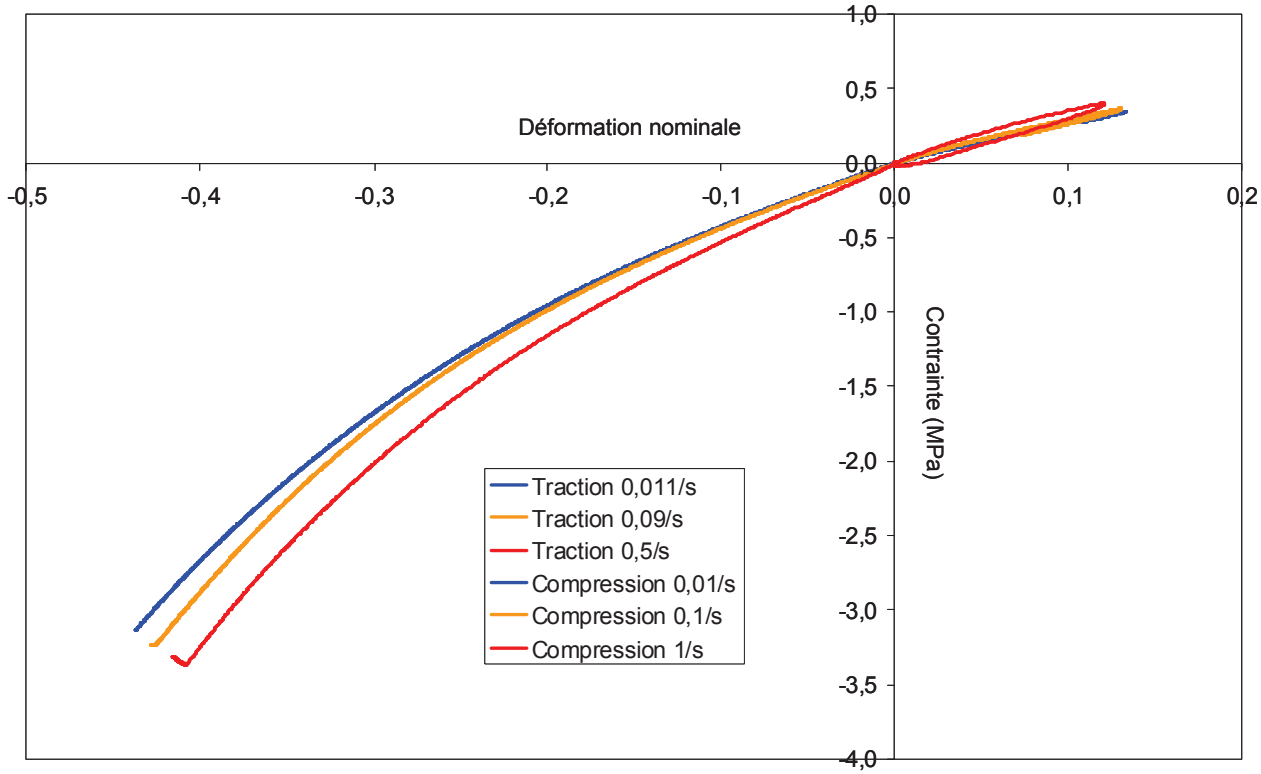


Figure 20 – *Intégration des courbes de compression et de traction simple en contrainte nominale-déformation nominale*

Vitesses variables et amplitude fixe (PBHT)

$\dot{\varepsilon}_0$ (s^{-1})	Traction	Compression	Différence (%)
0,01	2,94	4,17	29,5
0,1	3,42	4,28	20,1
1	4,23	5,29	20

Tableau 1 – *Tableau récapitulatif des modules d'élasticité à l'origine (en MPa), en traction et en compression en fonction de la vitesse de déformation théorique initiale*

II.3 Essais DMA en traction

II.3.1 Configuration expérimentale retenue et essais réalisés

Les essais sont réalisés dans les mêmes conditions que pour les essais de traction, avec le même type d'éprouvette et à température ambiante uniquement. Dans ce cas, les éprouvettes sont chargées sinusoïdalement en déplacement avec une amplitude fixe et une fréquence variable entre 0,1 Hz et 40 Hz. Afin de tester le comportement viscoélastique le long de la courbe hyper-élastique, les éprouvettes sont pré-chargées par une élongation statique variable allant de 0,65 mm (0,6%) à 30 mm (28,9%) en déplaçant la traverse de la machine (Figure 14). Ce déplacement est mesuré par un comparateur micrométrique en parallèle à la mesure du champ de déformation en surface de l'éprouvette par corrélation d'images.

On réalise en premier lieu un balayage en amplitude de déplacement à 10 Hz, pour un allongement statique fixé à 6,24 mm, afin d'identifier le domaine visco-élastique linéaire (Figure 21) sur l'éprouvette utilisé au cours des essais de traction (avec la cellule de force de 22 N). Les variations observées sur la figure 10 des modules de conservation et de perte sont très faibles même pour de grandes amplitudes de déplacement. Le domaine viscoélastique linéaire semble important. Néanmoins, nous nous limiterons en amplitude afin d'avoir un signal en force juste suffisant pour obtenir une mesure correcte de celle-ci avec la cellule de 450 N. Ainsi, une amplitude de 1 mm, ou environ 1% de déformation, est retenue. L'amplitude de déformation étant grande, l'allure sinusoïdale des courbes temporelles en force est vérifiée afin de conforter ce choix.

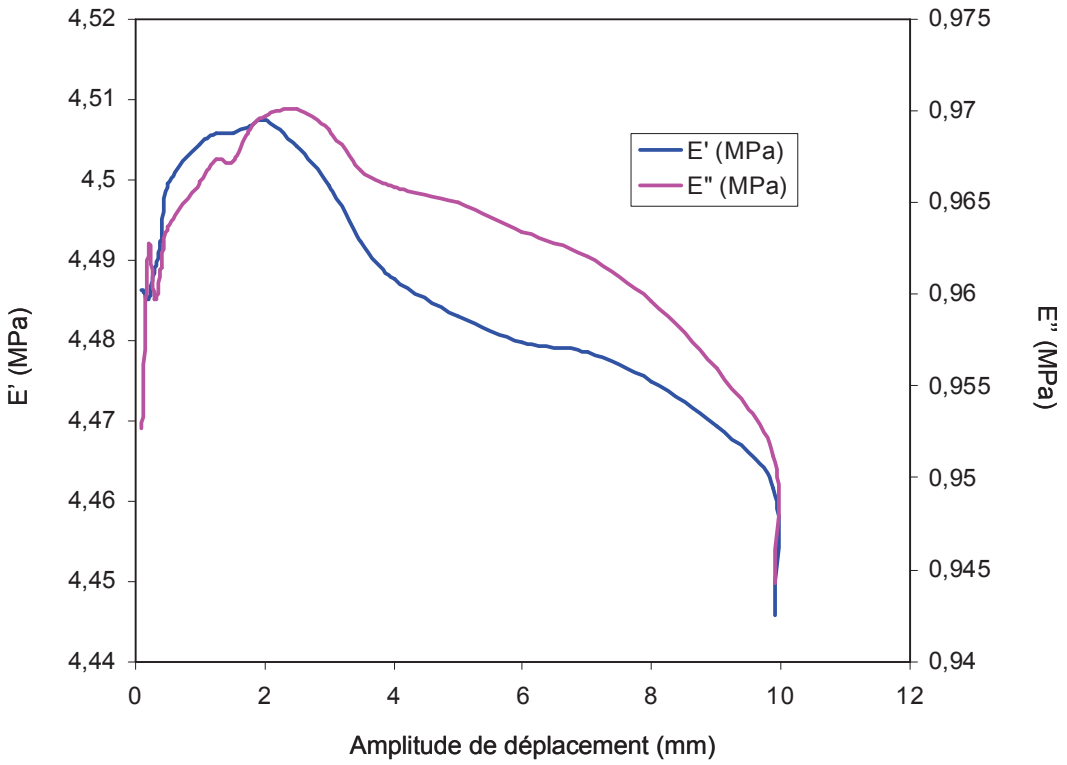


Figure 21 – *Evolution des modules visco-élastiques (E', E'')*
En fonction de l'amplitude en déplacement à 10 Hz

Enfin, afin de se préserver l'effet de vieillissement ou de fatigue du matériau au cours des différents essais en DMA, on utilise une éprouvette par déplacement moyen imposé. Afin de vérifier que les différentes éprouvettes ont bien un comportement similaire, elles sont toutes testées une première fois pour un allongement moyen de l'ordre de 0,65 mm afin de vérifier la bonne concordance des évolutions des modules de conservation et de perte avec la fréquence (Figure 22).

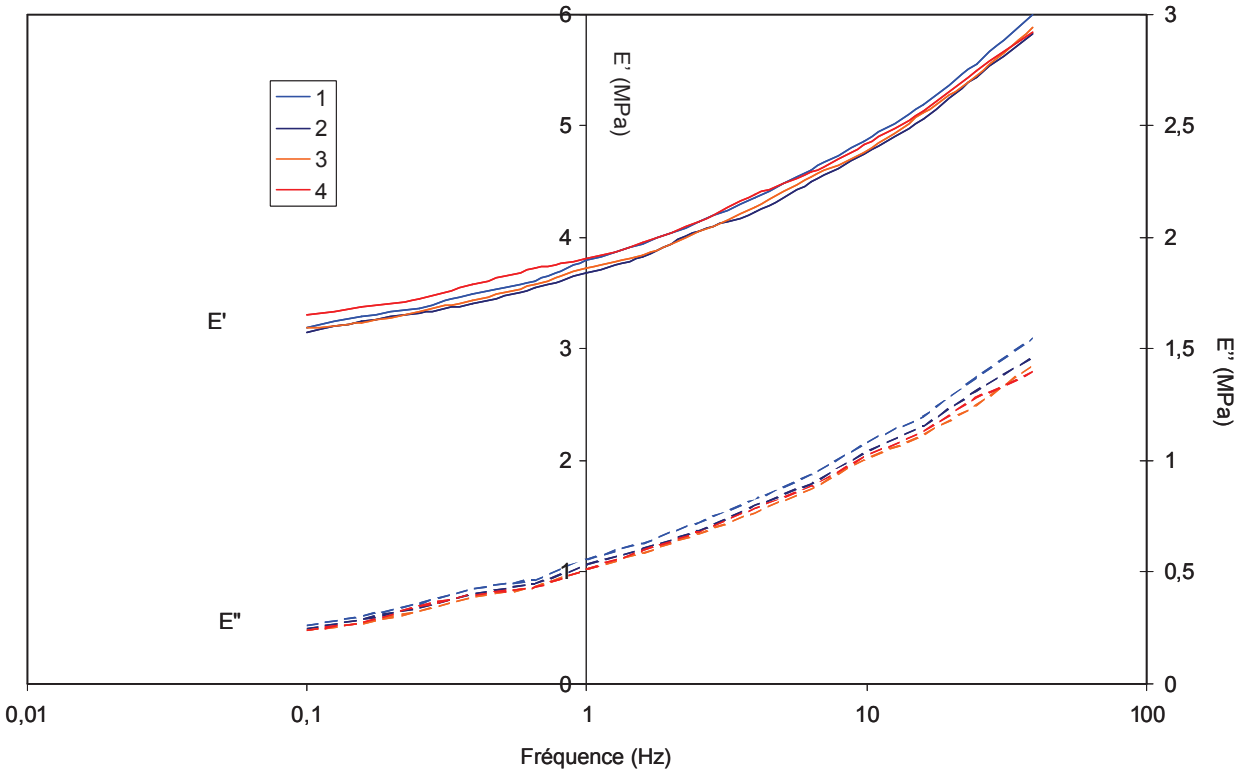


Figure 22 – *Evolution des modules de conservation E' et de perte E''*

En fonction de la fréquence de sollicitation pour chaque éprouvette testée et pour un allongement moyen de 0,65 mm environ (E' en trait plein et E'' en trait pointillé)

Il semblerait qu'un léger effet Mullins (à confirmer) est constaté et qu'il se stabilise rapidement en quelques cycles. Les mesures des paramètres visco-élastiques ne se font alors qu'après un pré-cyclage.

II.3.2 Résultats

Nous obtenons l'évolution des paramètres visco-élastiques du matériau (*E'*, *E''* et $tan\,\delta$), en fonction de la fréquence de sollicitation et de la déformation statique appliquée en traction (Figure 23 et Figure 24).

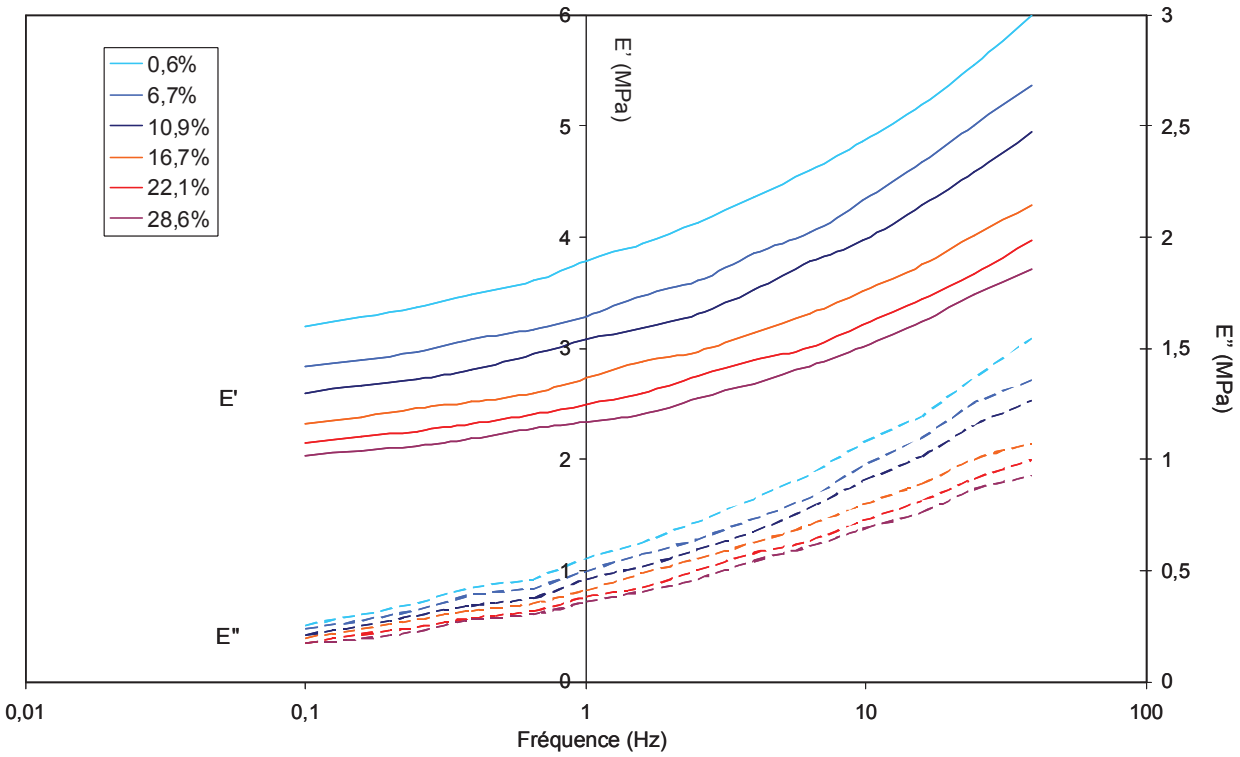


Figure 23 – *Evolution des modules de conservation E' et de perte E''*

En fonction de la fréquence de sollicitation et de la déformation statique imposée (E' en trait plein et E'' en trait pointillé)

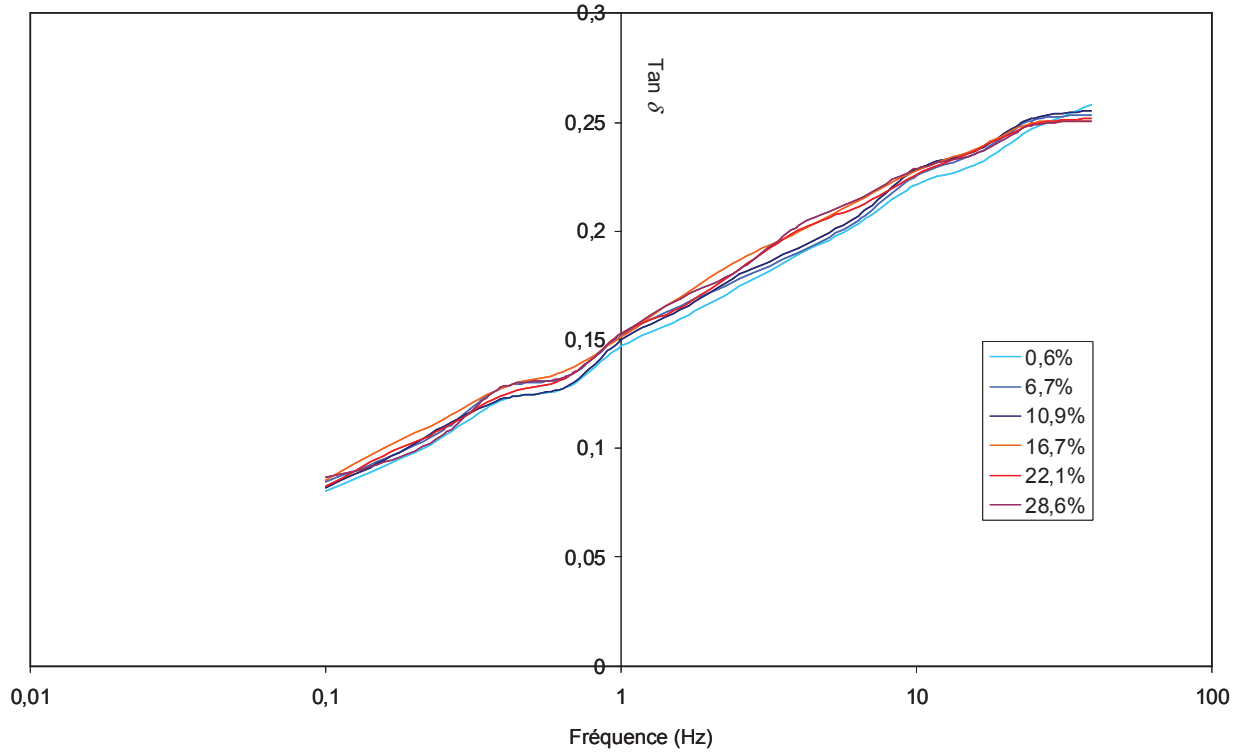


Figure 24 – *Evolution de l'angle de perte tan δ en fonction de la fréquence de sollicitation et de la déformation statique imposée*

Ces figures montrent que le comportement visco-élastique n'est pas affecté par la déformation moyenne imposée. En effet, la tangente de l'angle de perte (tan δ. est identique, pour toute la plage de fréquence, quelle que soit la déformation moyenne imposée. Ainsi, le décalage des courbes de *E'* et *E''* avec la déformation n'est dû qu'au comportement hyper-élastique en traction qui conduit à un adoucissement du matériau.

En conclusion, nous pouvons a priori appliquer le même comportement visqueux (dans le domaine linéaire) pour toute déformation hyper-élastique moyenne (statique). Afin de compléter la gamme de fréquence balayée et pouvoir extrapoler le comportement visqueux aux grandes vitesses de déformations rencontrées au sein du composite, des essais complémentaires en DMTA ont été effectués.

II.4 Essais de DMTA en cisaillement

Ils ont été réalisés en collaboration avec H. Trumel, au Centre du Ripault du Commissariat à l'Energie Atomique et aux Energies Alternatives (CEA[2] Le Ripault), en utilisant leur machine DMTA. Leur objectif est d'identifier l'intégralité du spectre de relaxation en cisaillement en visco-élasticité linéaire.

II.4.1 Configuration expérimentale retenue et essais réalisés

La machine utilisée (METRAVIB VA2000) est similaire à celle utilisée précédemment pour les essais de traction mais avec une capacité de charge et d'amplitude de déplacement plus faible et une enceinte thermique permettant de faire des essais en température. Un système de mors spécifique a été défini pour permettre le chargement en cisaillement sur l'échantillon. Le dimensionnement de ces mors, et de la géométrie de l'échantillon, a été réalisé au préalable de sorte que si le matériau au sein de l'échantillon franchit la transition vitreuse, il ne devienne pas plus rigide que la machine [TRU08]. Un échantillon parallélépipédique de section 9×6 mm^2 et d'épaisseur 3 mm, est collé (colle cyanoacrylate) à chacun des mors de manière à être cisaillé (Figure 25).

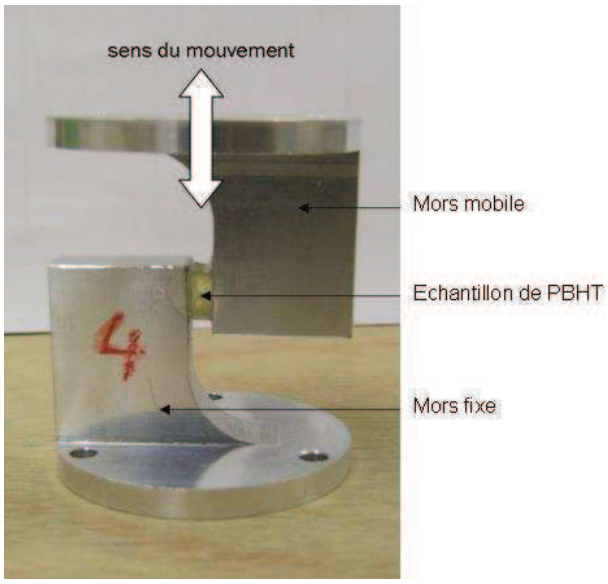


Figure 25 – *Système {mors, échantillon} permettant de solliciter l'échantillon en cisaillement*

Comme pour les essais de DMA en traction, le domaine de viscosité linéaire a été vérifié en faisant varier l'amplitude de déplacement imposé entre 1 et 20 µm, pour une fréquence donnée de 10 Hz. Après une première série d'essais, les paramètres expérimentaux suivants ont été retenus : le déplacement imposé est de 3 µm (soit une déformation en cisaillement de 1‰) pour des fréquences allant de 1 à 50 Hz et des températures allant de -120℃ à 80℃. La rampe de montée et de descente en température est de 5℃.min $^{-1}$ avec un temps de maintien en température avant mesure de 10 min afin d'assurer l'homogénéité thermique de l'éprouvette.

II.4.2 Résultats

Les données brutes obtenues correspondent aux mesures des raideurs réelles et imaginaires qu'il faut corriger en tenant compte de la raideur de la machine, essentiellement dans le domaine vitreux. Ces deux grandeurs correspondent respectivement au module de cisaillement de conservation *G'* et de perte *G"*. L'analyse de ces résultats permet de construire une courbe maîtresse pour le module de conservation en cisaillement (Figure 28) et une pour le module de perte en cisaillement.

La construction d'une courbe maîtresse est réalisée à l'aide du principe de décalage en fréquence, en utilisant le principe dit « d'équivalence temps/température ».

Lorsque qu'il s'applique, ce principe revient à dire que le matériau se comporte de façon équivalente pour une sollicitation à une fréquence très élevée (temps court) et une température donnée où pour une fréquence plus basse (temps long) et une température inférieure. On définit l'équivalence par :

$$\omega_r = \omega.a(T) \qquad (12)$$

où ω_r la fréquence équivalente ou réduite, ω la fréquence réellement appliquée et *a(T)* le facteur de décalage ou de glissement (Figure 26). De fait, dans un diagramme semi-logarithmique, cela revient à translater les données selon l'axe des fréquences. Le dépouillement de ces données n'a fait intervenir aucun facteur vertical de glissement. Pour ce faire, il faut définir une température de référence qui a été choisie à 20℃, correspondant aux conditions am biantes habituelles.

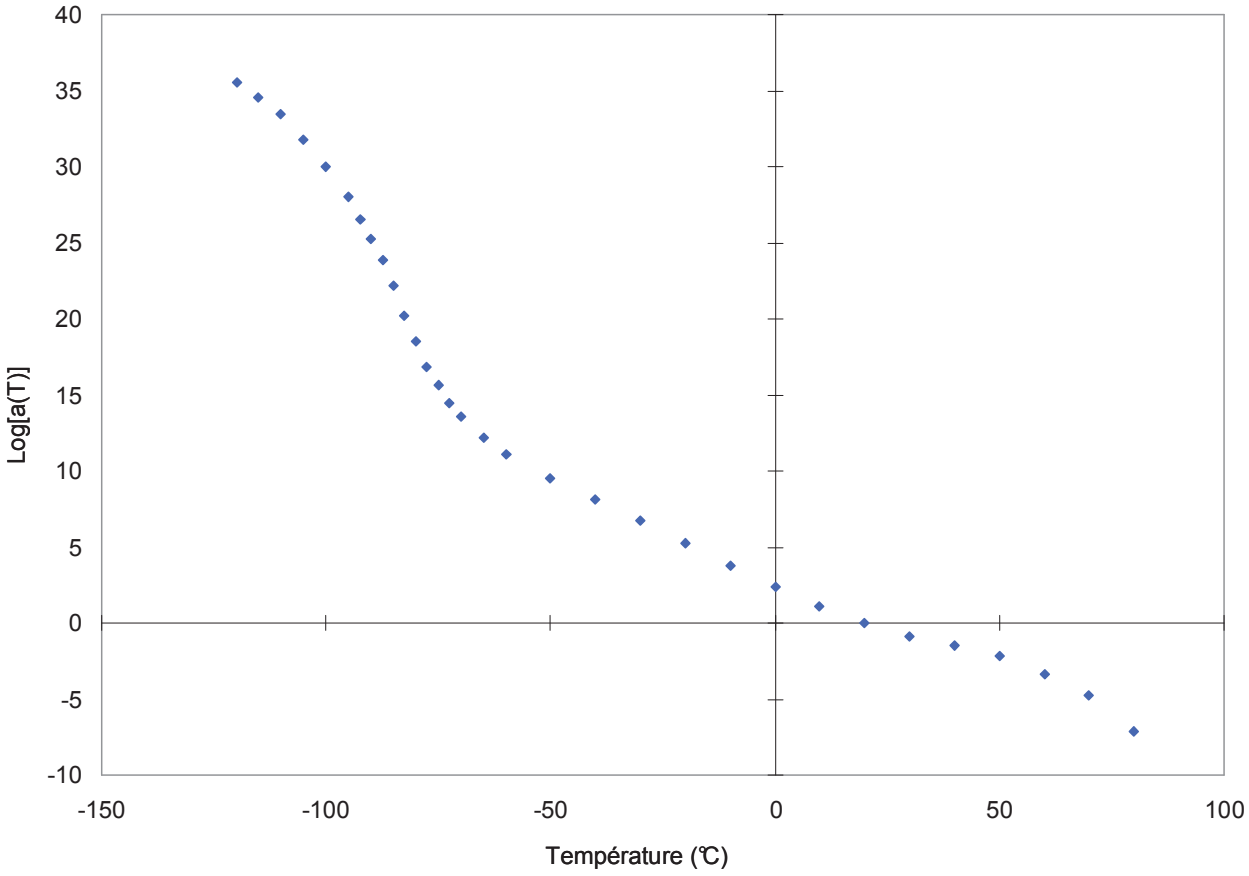


Figure 26 – *Evolution du facteur de décalage en fonction de la température*
Température de référence de 20℃

Pour observer les différents domaines relatifs aux divers comportements du PBHT, nous traçons l'évolution de tan δ. en fonction de la température, pour une fréquence d'excitation de 1 Hz (Figure 27). On peut distinguer 5 zones :

- En-dessous de -90℃ : domaine vitreux ;
- Entre -90℃ et -40℃ : domaine de la transition v itreuse ;
- Entre -40℃ et +30℃ : domaine a priori de la tra nsition vitreuse secondaire ;
- Entre +30℃ et +50℃ : domaine caoutchoutique ;
- Au-delà de +50℃ : domaine de l'écoulement.

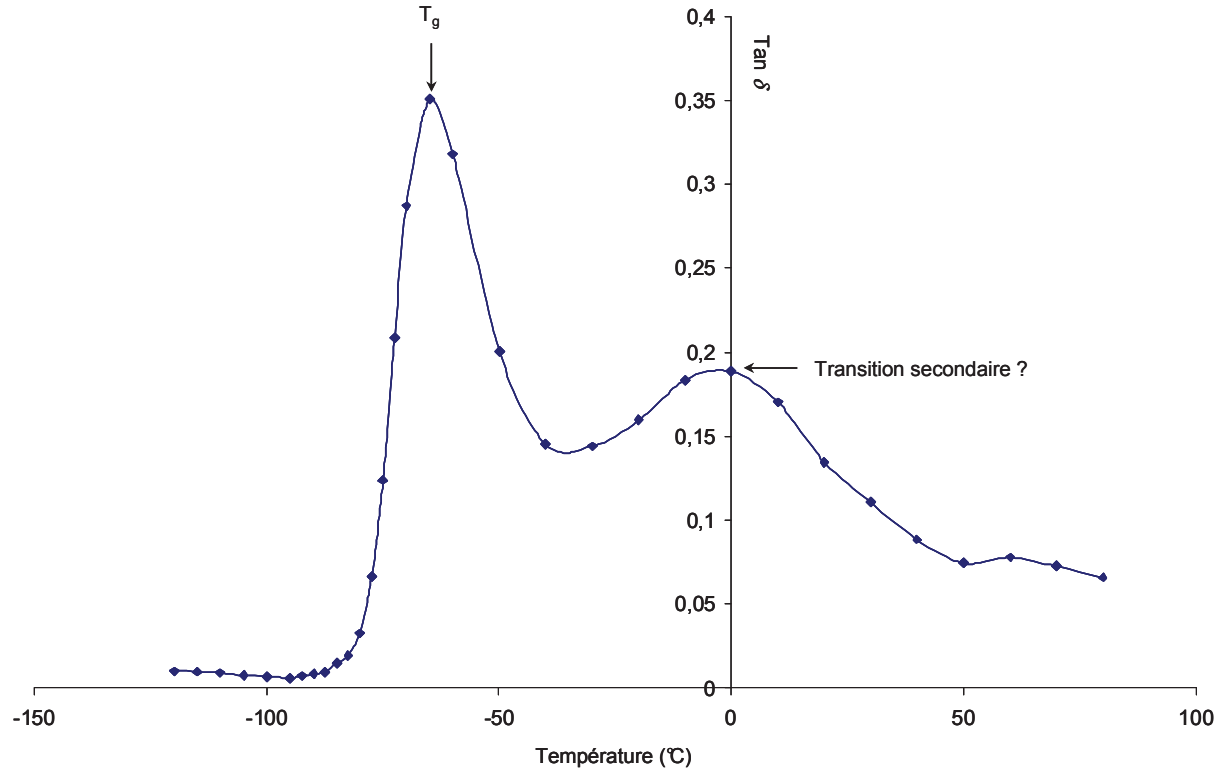


Figure 27 – *Evolution de tan δ. en fonction de la température*
Fréquence d'excitation de 1 Hz

La référence a été choisie à 20℃, qui correspond a ux conditions ambiantes habituelles.

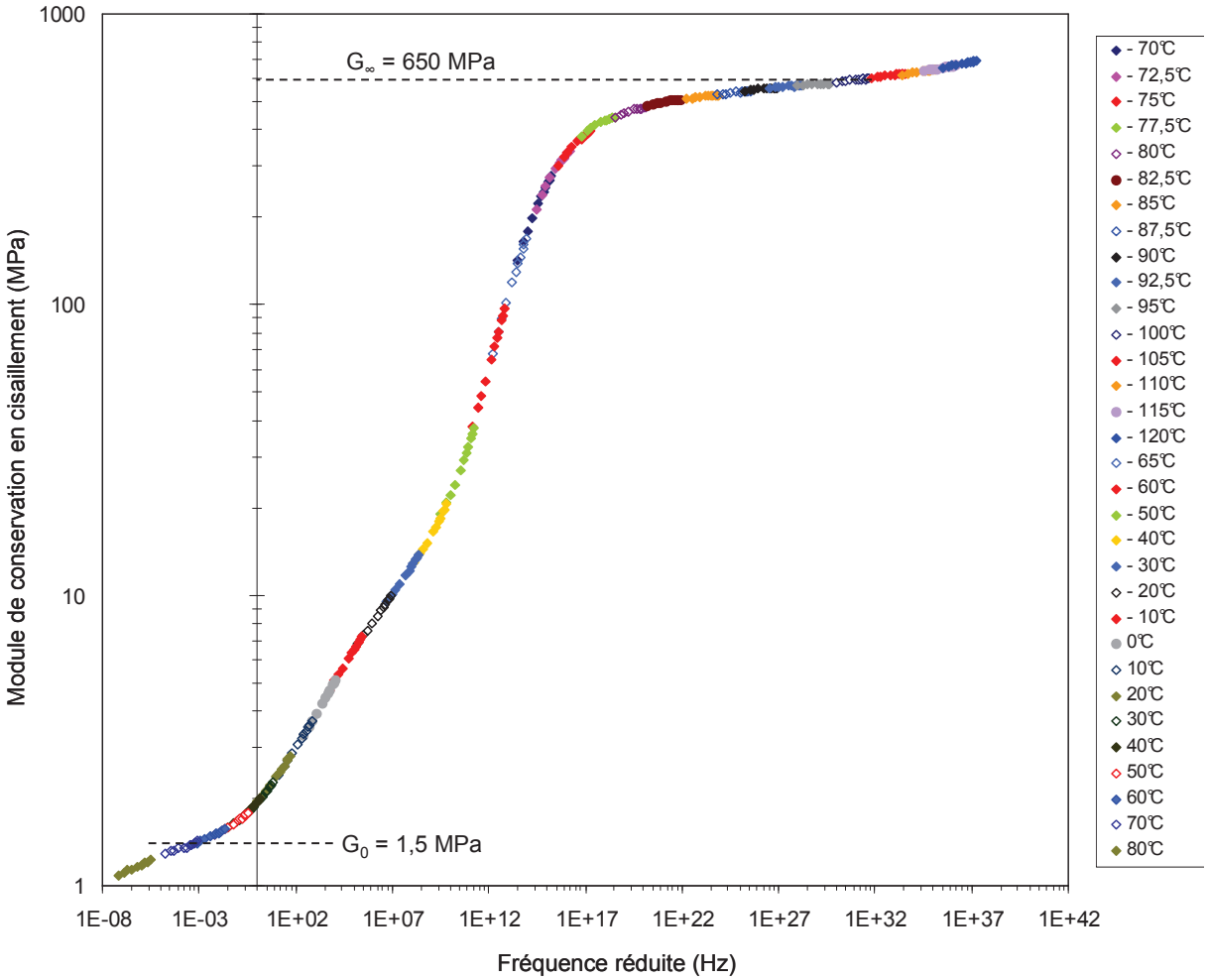


Figure 28 – *Courbe maitresse du module de conservation en cisaillement*
G_∞ = 650 MPa
G_0 = 1,5 MPa

On constate que cette courbe (Figure 28) peut se diviser en 6 domaines distincts :

- Dans la gamme de fréquences réduites située autour de 10^{15} Hz, la pente de la courbe et donc la viscosité du matériau sont maximales : c'est le domaine de la transition vitreuse, dont la température (mesurée à 1 Hz) est proche de -60℃ ;

- Entre 10^{18} Hz et 10^{30} Hz, on se trouve sur un plateau : c'est le domaine vitreux dans lequel la viscosité est négligeable. On observe une dépendance linéaire du module de conservation en cisaillement en fonction de la fréquence réduite ou de la dépendance du module de cisaillement vitreux à la température (les hautes fréquences correspondent aux basses températures) ;

- Au-delà de 10^{30} Hz, on note une certaine tendance du module à augmenter. Il s'agit-là d'un artefact, causé par la proximité de la rigidité de l'échantillon de celle de la machine (les mesures ne sont pas fiables) ;

- Entre 10^2 Hz et 10^8 Hz, la courbe maîtresse forme une « bosse ». Il s'agit, a priori, d'une transition vitreuse secondaire, dont la température est située aux alentours de 0°C (Figure 27). Son effet sur la viscosité est relativement faible. Ce phénomène est souvent attribué aux « chaînes pendantes », c'est-à-dire à la fraction de chaînes polymériques dont l'une des extrémités ne fait pas partie du réseau de réticulation [SAL81]. On peut aussi se demander si ce phénomène n'est pas dû à la présence d'eau absorbée en surface de l'échantillon.

- Autour de 10^{-3} Hz, on note un petit intervalle de fréquences réduites, situé, dans lequel le module ne varie pas : c'est le plateau caoutchoutique. Enfin, dans le domaine des fréquences les plus basses, la raideur réelle chute notablement. C'est le domaine de l'écoulement, comportement caractéristiques des polymères non réticulés ou à chaînes courtes. Il est ici dû à la sous-réticulation du PBHT.

Ces résultats montrent que la mesure du module visco-élastique de cisaillement est possible dans toute la gamme de fréquences et de température. Ceci nous permet d'avoir le comportement visco-élastique linéaire du PBHT à température ambiante jusqu'à des fréquences de sollicitation très élevées comme celles qui peuvent être rencontrées localement au sein du composite même pour un choc à vitesse faible. Ces essais permettent aussi de connaitre la fréquence de sollicitation qu'il faut atteindre pour entrer dans le domaine de la transition vitreuse à température ambiante, soit environ 10^7 Hz (Figure 28), ce qui semble bien supérieur au domaine de sollicitation qui nous concerne.

Le matériau étant isotrope et le coefficient de Poisson sensiblement constant avec la fréquence, il est aussi possible de comparer les résultats obtenus ici avec ceux de traction, en fonction de la vitesse de déformation. En effet, il faut comparer ces données en vitesse de cisaillement et non en fréquence, car pour une fréquence donnée, l'amplitude déformation en traction est de l'ordre de 1% alors qu'en cisaillement, elle est de 1‰. Ainsi, nous pouvons calculer le module d'élasticité longitudinal de conservation et de perte à partir des essais en cisaillement (Figure 29).

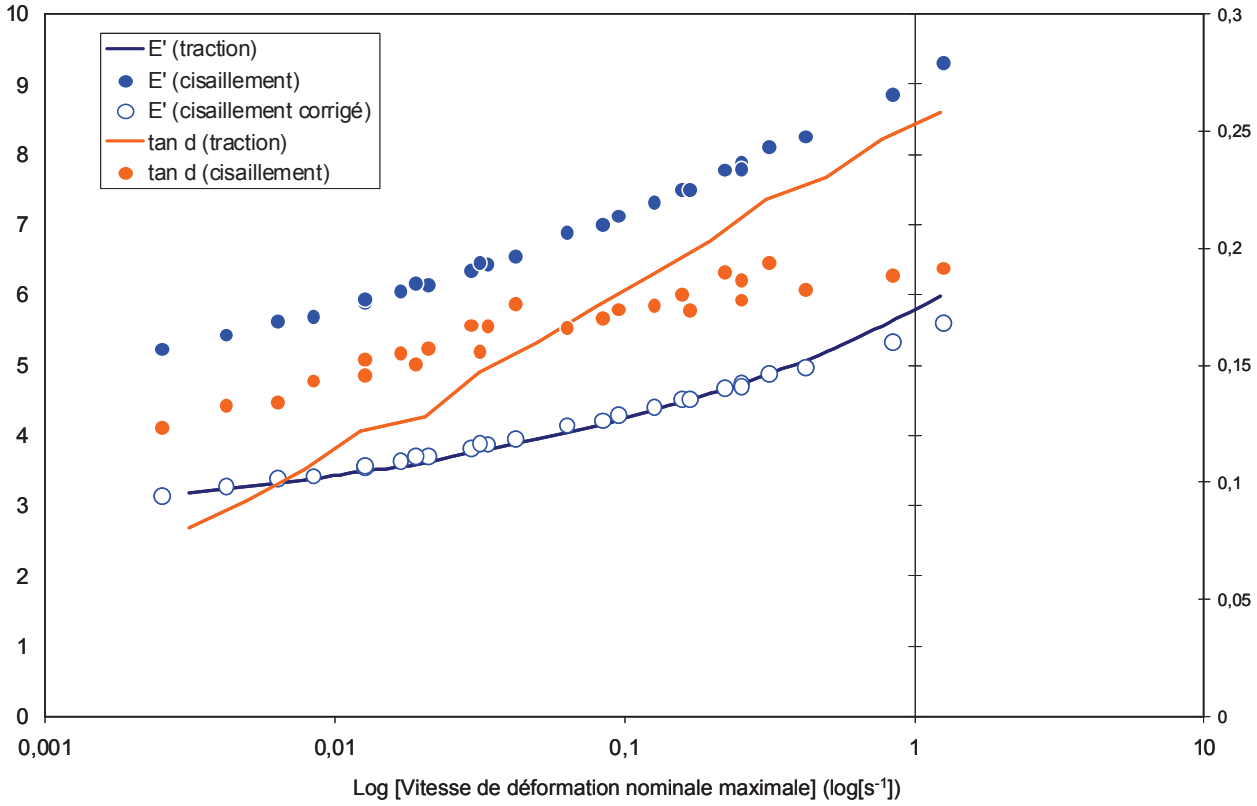


Figure 29 – *Superposition du module E' et de tan δ en fonction de la fréquence et de la vitesse de déformation maximale sur un cycle*

Température de référence de 20°C, obtenus par les e ssais de DMA en cisaillement et en traction

A 1Hz et 20°C, les essais de cisaillement donnent *E'* = 5,7 MPa, *E"* = 0,82 MPa et *tan δ* = 0,14 pour *E'* = 3,8 MPa, *E"* = 0,6 MPa et *tan δ* = 0,15 en traction. On constate donc que l'essai de cisaillement donne un comportement un peu plus raide que la traction. De plus, l'évolution de tan δ avec la vitesse de déformation est plus faible pour le cisaillement que pour la traction, ce qui signifierait que le matériau testé en cisaillement est moins visqueux que celui en traction. L'origine réelle de ces différences n'est pas clairement identifiée, un doute est émis sur l'effet de la colle dans les essais de cisaillement car celle-ci forme un ménisque qui pourrait rigidifier l'éprouvette (**Figure 25**). De plus, Les amplitudes de déformation imposées sont différentes d'un facteur 10. Pour remédier à cette différence et avoir une meilleure correspondance avec l'essai en traction, nous appliquons à l'essai de cisaillement, un facteur correctif de l'ordre de 1,66, sur toute la gamme de fréquence.

II.5 Essais aux barres d'Hopkinson

Ces essais ont été réalisés en collaboration avec S. Pattofatto, au Laboratoire de Mécanique et Technologie (LMT) de l'Ecole Nationale Supérieure de Cachan (ENS Cachan).

II.5.1 La configuration expérimentale retenue

Les matériaux étudiés ici sont à la fois le PBHT et le composite inerte. Ces matériaux ont une impédance acoustique faible. Il faut donc utiliser des barres adaptées à cette propriété, de manière à avoir un bon rapport signal sur bruit. Les essais ont donc été effectués sur une piste de compression, configuration « Split Hopkinson Pressure Bar », avec des barres en nylon de diamètre 40 mm et de longueur 3 m (si nous avions utilisé des barres en acier, le signal transmis aurait été très faible et l'incertitude de mesure importante). Le projectile nylon employé a le même diamètre que les barres mais une longueur de 1 m (**Figure 30**), pour que la durée de l'onde de compression soit suffisante pour solliciter l'échantillon suffisamment longtemps et pour retarder les retours d'ondes par rapport à la durée de l'essai.

Les barres sont instrumentées avec une paire de jauges de déformation, positionnées respectivement au milieu des barres d'entrée et de sortie, ainsi qu'une caméra vidéo numérique rapide de type PHOTRON RS3000 pour observer la cinématique de déformation de l'éprouvette (**Figure 30**) (Annexe K).

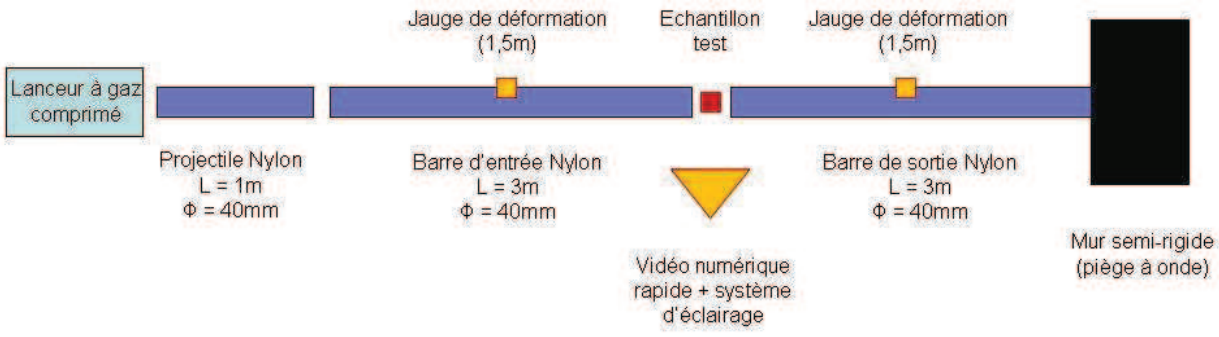


Figure 30 – *Schéma de la configuration expérimentale utilisée*

Les interfaces barres/échantillon sont lubrifiées avec un spray siliconé, afin d'obtenir des états de contraintes et de déformations homogènes.

II.5.2 Essais réalisés

Avant de réaliser la campagne expérimentale proprement dite, quatre essais préliminaires ont été réalisés, afin de valider le choix de la configuration (Annexe I) et le niveau de déformation maximal atteint. Nous concluons de ces pré-essais qu'il faut abaisser l'impédance relative de l'échantillon par rapport à celle des barres, en diminuant le diamètre des échantillons testés. En effet, pour les dimensions des éprouvettes de PBHT utilisés, la vitesse de déformation varie trop au cours de l'essai et, le comportement étant rigidifiant, l'impédance de l'échantillon augmente rapidement pour atteindre celle des barres et la vitesse de déformation devient nulle. Ceci a également été vérifié pour le matériau composite.

Nous réalisons alors deux campagnes d'essais, l'une portant sur le liant PBHT seul (Tableau 2), et l'autre portant sur le matériau composite inerte (Tableau 3) inerte.

Essais	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Diamètre de l'échantillon (mm) (*)	20	20	15	15	10	10	20	20	15	15	10	10
Vitesse d'impact ($m.s^{-1}$)	3,6	4,14	3,86	4,46	3,25	4,79	13,86	14,06	13,98	14,4	14,06	13,78

(*) L'épaisseur de tous les échantillons est de 5 mm

Tableau 2 – *Tableau récapitulatif des essais réalisés sur le PBHT*

Essais	1	2	3	4	5	6
Diamètre (mm)	20	20	15	15	10	10
Hauteur (mm)	5	5	5	5	3	3
Vitesse d'impact ($m.s^{-1}$)	4,11	3,56	4,18	4,3	5,55	4,19

Tableau 3 – *Tableau récapitulatif des essais réalisés sur le composite inerte*

II.5.3 Résultats

Les résultats bruts obtenus correspondent aux signaux enregistrés par les jauges de déformations disposées sur les barres d'entrée et de sortie. Le traitement et l'exploitation de ces signaux sont réalisés à l'aide du logiciel « DAVID ». En effet à

partir des mesures réalisées au niveau des barres par les jauges de déformation, il faut faire une opération de « transport » de ces signaux vers l'échantillon, pour accéder aux contraintes sur chaque face de l'échantillon en tenant compte du caractère visco-élastique des barres en nylon.

L'évolution de la contrainte nominale et de la déformation nominale de l'échantillon au cours de l'essai peuvent alors être déduite (Annexe B) :

- $\sigma_{\text{échantillon}}^{\text{nominale}} = \frac{F_{\text{sortie}}}{S_{\text{échantillon}}^{\text{initiale}}}$, sachant qu'à l'équilibre $F_{sortie} = F_{entrée}$ *(13)*

- $\varepsilon_{\text{échantillon}}^{\text{nominale}} = \int \dot{\varepsilon}.dt$, où $\dot{\varepsilon} = \frac{V_{sortie} - V_{entrée}}{e_{\text{échantillon}}^{\text{nominale}}}$ et $V_{entrée} = C_0.(\varepsilon_{entrée} - \varepsilon_{réfléchie})$ *(14)*

où *e* l'épaisseur de l'échantillon, S la section de la barre, C_0 la vitesse du son dans la barre d'entrée, *F* l'effort aux interfaces barre/échantillon, *V* la vitesse de la barre, ε la déformation longitudinale de compression, $\dot{\varepsilon}$ la vitesse de déformation et σ la contrainte longitudinale en compression.

Les résultats de dépouillement sont portés sur les figures suivantes (Figure 31 à Figure 35).

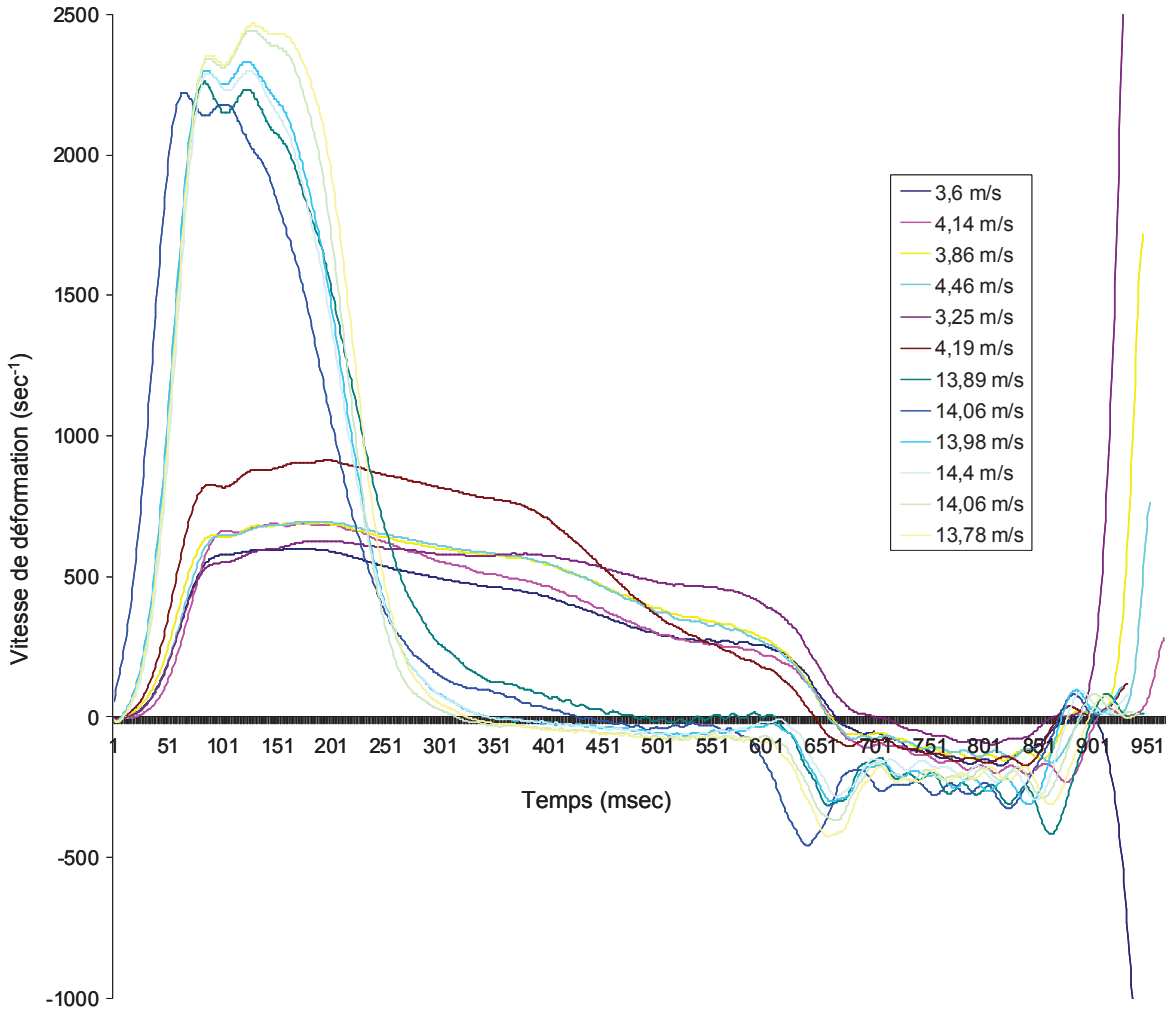


Figure 31 – *Vitesse de déformation en fonction du temps, pour différentes vitesses de l'impacteur (essais réalisés sur PBHT)*

Nous voyons apparaître deux faisceaux de courbes correspondant aux deux gammes de vitesses de déformation (≈600 s^{-1} et ≈2300 s^{-1}) explorées dans ces essais (essais 1 à 6 et essais 7 à 12). Ces courbes révèlent également un plateau, indiquant que le champ des gradients de vitesses dans l'échantillon est raisonnablement uniforme, et donc que l'échantillon est en équilibre (Figure 31).

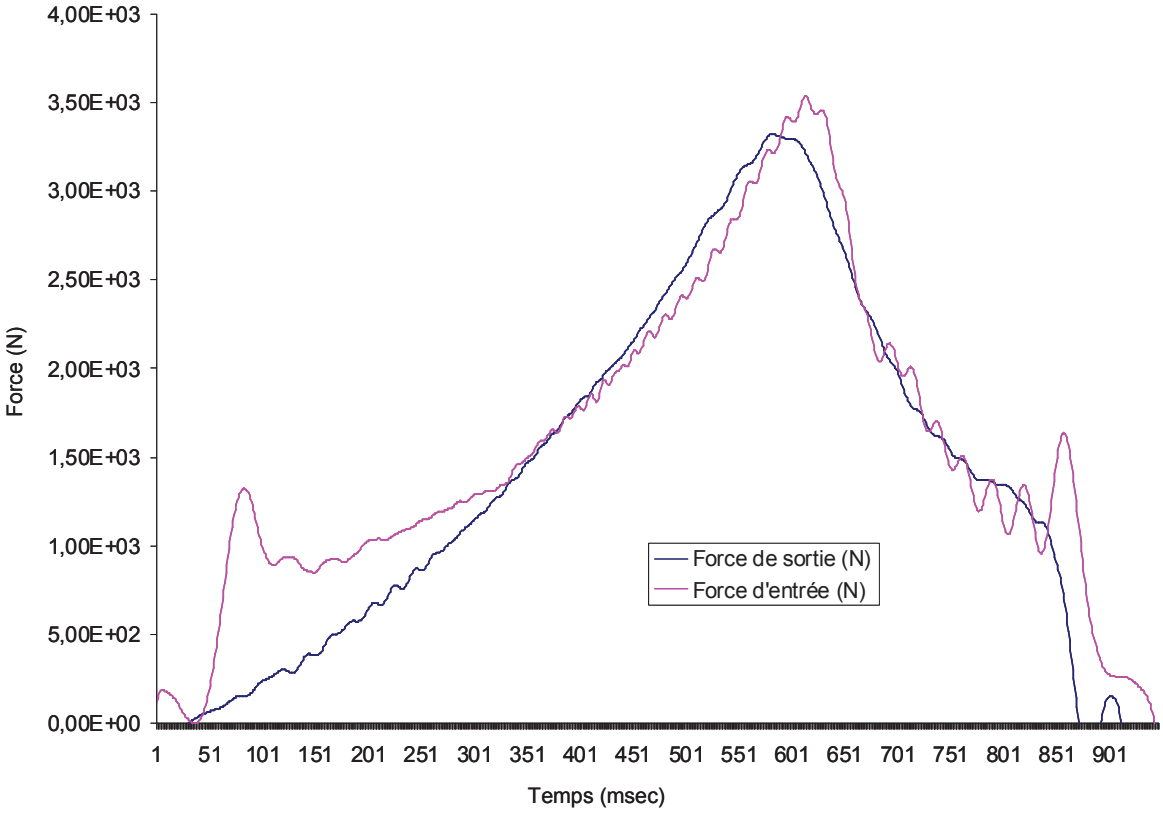


Figure 32 – *Superposition des signaux de force sur les faces d'entrée et de sortie de l'échantillon*

Pour l'essai 3 (Tableau 2)

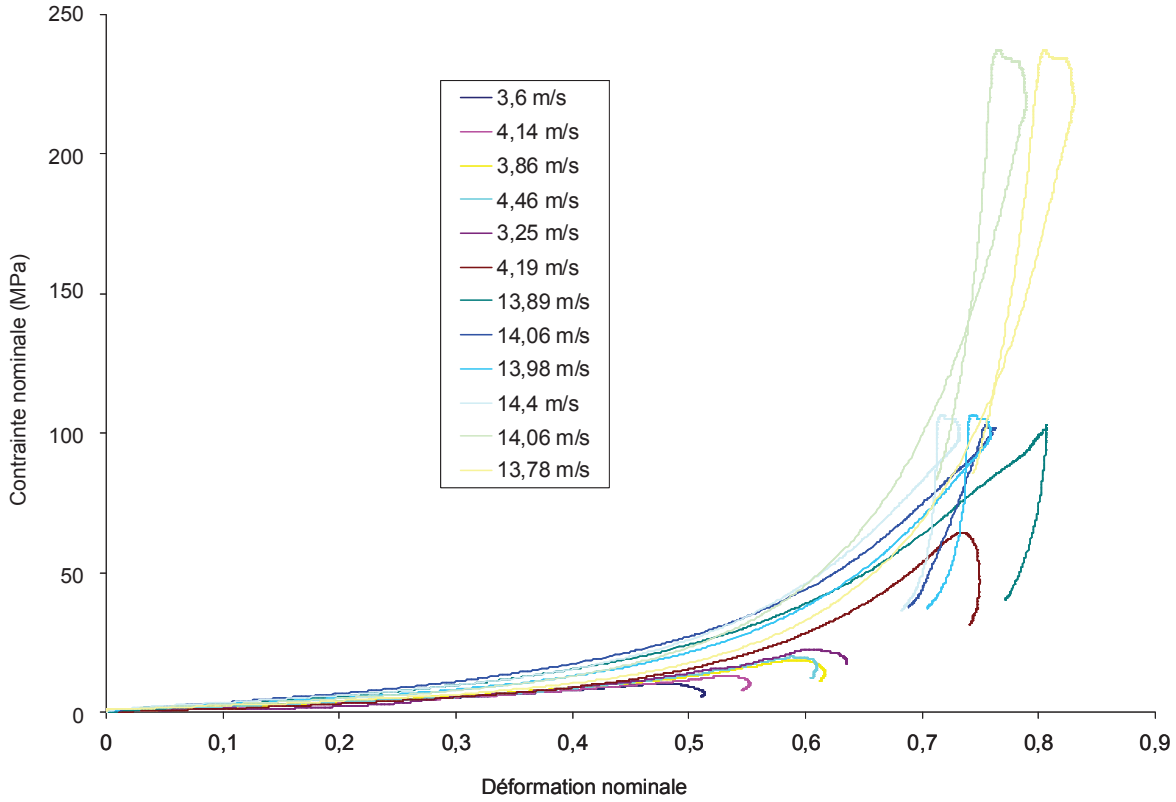


Figure 33 – *Courbes de contrainte nominale-déformation nominale pour différentes vitesses de l'impacteur*

Sur des échantillons de PBHT

Selon la vitesse de déformation atteinte, la déformation maximale atteinte évolue entre 50% et 100%, et la contrainte maximale atteinte varie entre 0,1 MPa et 2,4 MPa. On remarque également que pour le faisceau de courbes « basse vitesse » (essais 1 à 6, à ≈600 s^{-1}) les courbes de compression sont quasiment confondues, alors que pour le faisceau de courbes « haute vitesse » (essais 7 à 12, à ≈2300 s^{-1}) la dispersion augmente : la sensibilité à la vitesse de déformation augmente et/ou on déforme plus, donc les chaînes de polymère se rapprochent et le matériau s'écoule moins bien.

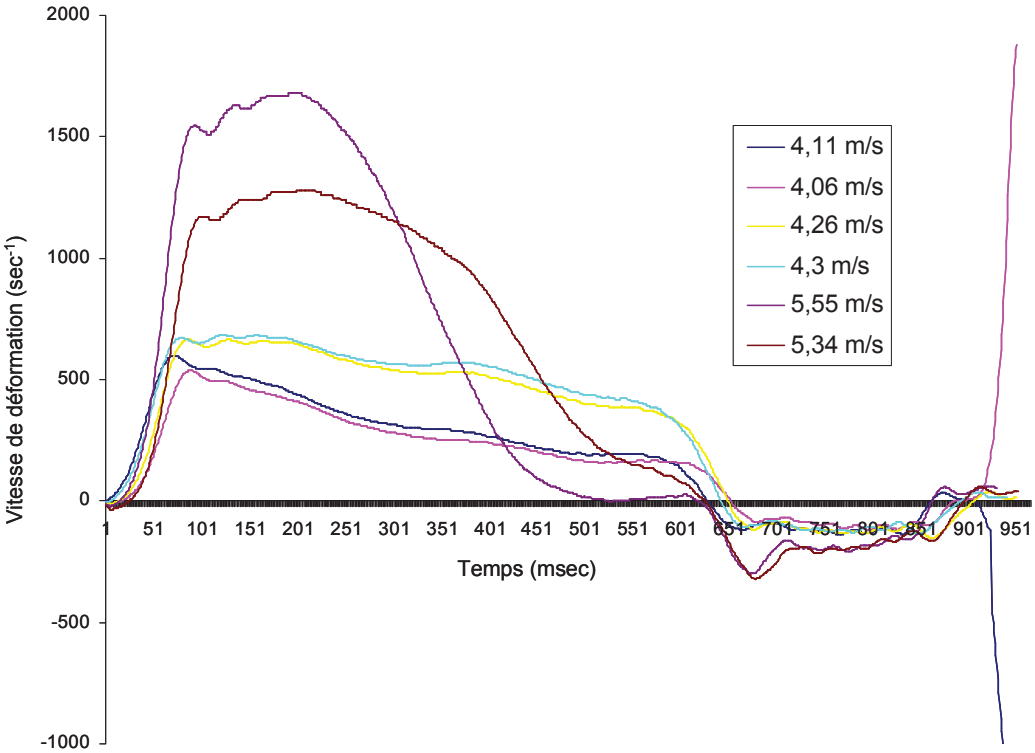


Figure 34 – *Vitesse de déformation en fonction du temps, pour différentes vitesses de l'impacteur*

Essais réalisés sur composite inerte

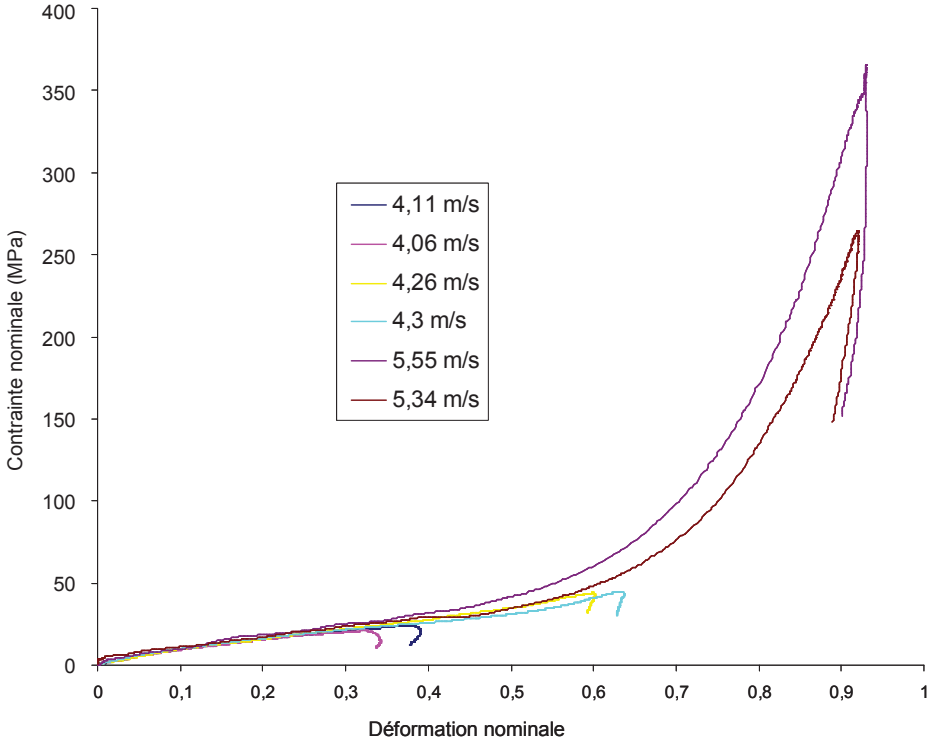


Figure 35 – *Courbes de contrainte nominale-déformation nominale, pour différentes vitesses de l'impacteur*

Sur des échantillons de composite inerte

Les tendances obtenues sur le composite inerte sont très similaires. En effet, les vitesses de déformations atteintes, ainsi que la durée du plateau d'équilibre sont très similaires, pour des vitesses d'impact sensiblement égales.

Comme on peut s'y attendre, les niveaux de contraintes sont très différents entre le PBHT et le composite inerte, à déformation nominale donnée. De fait, lorsque le composite est sollicité à une vitesse de déformation donnée, la contrainte atteinte est 2 à 3 fois supérieure à celle du matériau homogène. Ceci s'explique principalement par la présence des charges qui rigidifient le matériau composite. De plus Les vitesses de déformations atteintes localement dans le liant sont très supérieures à la vitesse de déformation macroscopique appliquée à l'échantillon (**Figure 12**). Le liant ayant un comportement visqueux, il est sensible à la vitesse de déformation et se rigidifie avec elle. Le comportement global apparent est, de fait, plus rigide.
Par contre les niveaux de déformation maximale atteints sur le composite inerte sont varient d'environ 30% à 90% alors qu'elles varient de 50% à 80% sur le PBHT pur. De plus, les pastilles de composite, pour les impacts les plus intenses étaient fortement endommagées macroscopiquement après l'essai, tandis que les pastilles de PBHT récupèrent globalement leur forme initiale. Ceci peut expliquer la différence sur les déformations maximales, donc dépend de l'énergie de l'impact, de la raideur globale du matériau, mais aussi de son endommagement.

Essayons de recouper les données en comparant un essai aux barres d'Hopkinson avec un essai de compression simple (Figure 36).

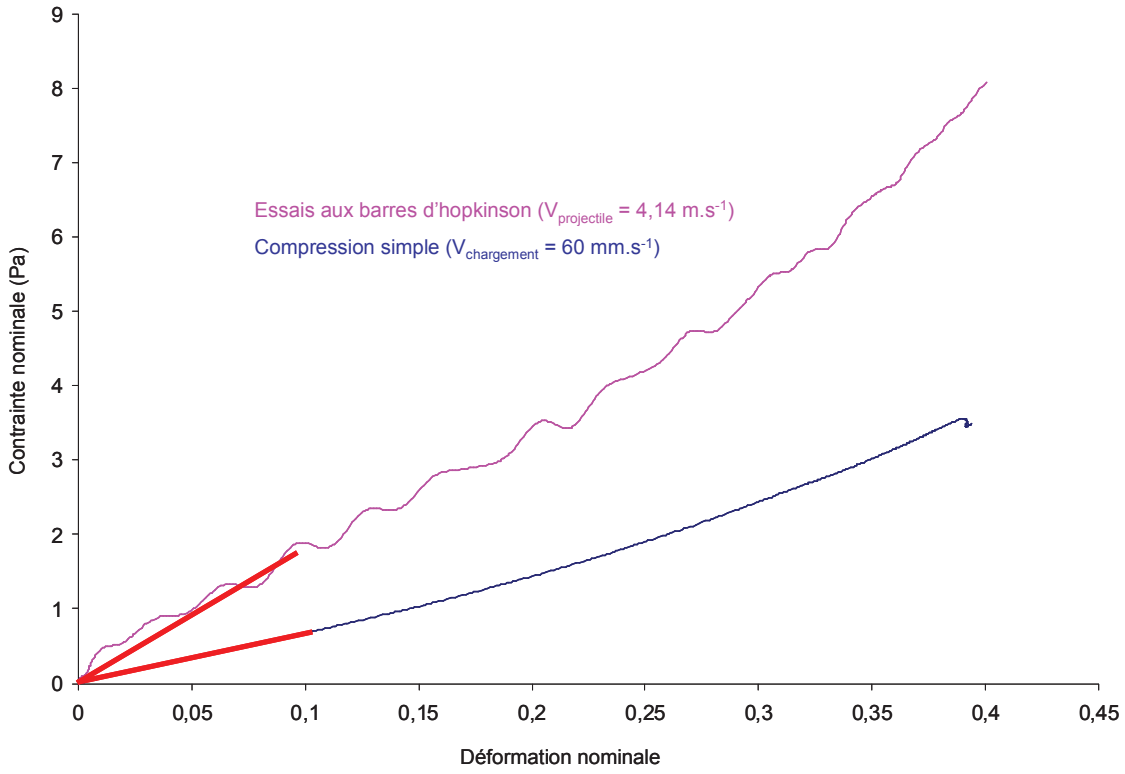


Figure 36 – *Comparaison d'un essai aux barres d'Hopkinson et d'un essai de compression simple*

Hopkinson : vitesse de l'impacteur de 4,14 m.s^{-1}, Compression : vitesse de chargement de 60 mm.s^{-1}

On constate que l'allure générale des courbes est similaire : le comportement hyper-élastique est comparable, avec un raidissement final du matériau. De plus, on remarque qu'il y a un rapport 3 entre les modules initiaux de l'essai de compression (6,7 MPa) et de l'essai Hopkinson (16,5 MPa). Le matériau ayant un comportement visqueux, il est sensible à la vitesse de déformation. Aussi, les décalages observés sont essentiellement dus aux vitesses de déformation très différentes entre ces deux essais pour lesquelles il y a un facteur 100 (6 s^{-1} pour l'essai de compression et 600 s^{-1} pour l'essai aux barres d'Hopkinson).

De la même manière, on peut comparer l'essai aux barres d'Hopkinson et l'essai de DMA en cisaillement.

Pour se faire, il faut trouver quelle fréquence (à 20°C) correspond à la vitesse de déformation délivrée par les barres d'Hopkinson (à savoir environ 1000 s^{-1}), avec la relation suivante :

$$\dot{\varepsilon} \approx \varepsilon_0.\omega \text{ où } \omega = 2.\pi.f \qquad (15)$$

II.6 Essais à la tour de chute

Classiquement, les essais réalisés avec ce dispositif, comme ceux réalisés au « Cavendish Laboratory » (UK), ou au « Naval Surface Warfare Center » (USA), sont plus ou moins normalisés et cherchent à initier l'explosif en se focalisant sur les phénomènes post-réactionnels du matériau, sans se préoccuper des phénomènes précurseurs. En effet, la tour de chute est souvent utilisée comme « boîte noire » pour réaliser des tests de classification comparative des matériaux énergétiques entre eux, selon divers scénarii (Annexe L). A contrario, dans le cadre de ce travail, nous cherchons à caractériser le comportement mécanique multi-échelles du matériau étudié, et à analyser l'évolution de la microstructure du matériau énergétique soumis à ce type de sollicitation [MAT08] en utilisant une version modifiée de la tour de chute. Ce moyen va donc servir à la fois de moyen de validation des lois de comportement et de caractérisation de l'endommagement dynamique du composite.

La configuration nominale de la tour de chute du CEA2 Gramat n'étant pas adaptée à nos besoins, et il a donc été nécessaire de la modifier, comme nous avons pu le voir dans d'autres cas [MOH, SWA, WAL92, AGR98, BAL02, BAL03, CZE04, BAL04, WAL99, CZE, COF95].

Nous nous fixons ici plusieurs objectifs principaux :

- modéliser le comportement du matériau sous impact de faible intensité, en amont des phénomènes réactionnels d'initiation (mesure de l'écrasement de la pastille, de l'évolution des déformées radiale et transversale, du déplacement des grains, … en fonction du temps) ;

- mettre au point un moyen d'essai des impacts basses vitesses avec une sollicitation bien maîtrisée ;

- observer les phénomènes d'endommagement induits et leurs évolutions, en fonction de la sollicitation appliquée et des conditions expérimentales prédéfinies.

II.6.1 Adaptation de la tour de chute à nos besoins

Pour répondre à ces objectifs, nous choisissons de suivre les essais par caméra vidéo numérique rapide (Annexe L). Pour ce faire, nous adaptons et modifions les différents éléments constitutifs de la tour de chute. Néanmoins, ces modifications doivent répondre à certaines contraintes de sécurité et d'adaptabilité :

- la tour doit être modulable et reconfigurable pour répondre aux besoins d'étude, tout en restant un moyen normatif ;

- les essais sont limités à une quantité de matière active maximale de 40 mm^3 ;

- la masse tombante et l'impacteur ne sont pas modifiables.

Le matériau constitutif des éléments de la tour de chute doit être transparent pour permettre les observations en temps réels d'un essai. Cette modification présente un deuxième intérêt : adapter l'impédance acoustique des éléments de la tour de chute à celle des échantillons étudiés (butalite ou PBHT). Ainsi, les ondes réfléchies générées aux interfaces pastille/étampes/enclume après l'impact de la masse tombante sur le système, sont fortement atténuées et l'échantillon peut atteindre l'équilibre rapidement. Par conséquent, il faut choisir un matériau ayant une impédance plus proche du PBHT ($1,92.10^6$ $kg.m^{-2}.s^{-1}$) que l'acier ($46,79.10^6$ $kg.m^{-2}.s^{-1}$) et qui ait ne tenue mécanique suffisante pour résister aux essais. Pour ce faire, nous choisissons le PMMA ($3,22.10^6$ $kg.m^{-2}.s^{-1}$) (Figure 37 et Figure 38).

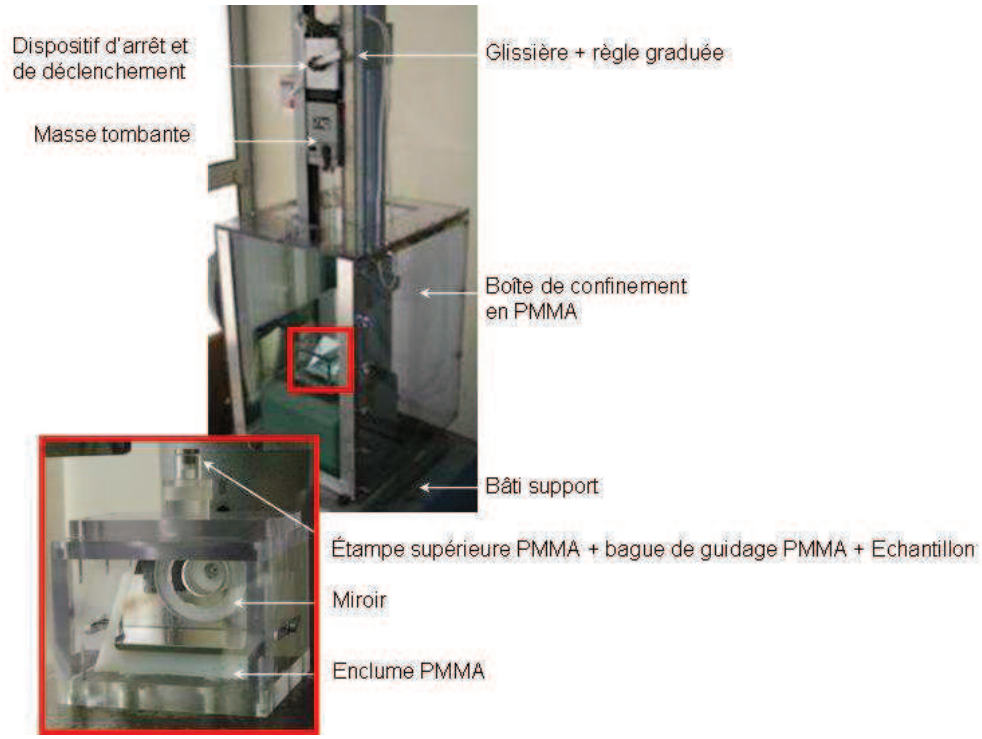


Figure 37 – *La tour de chute après modification*

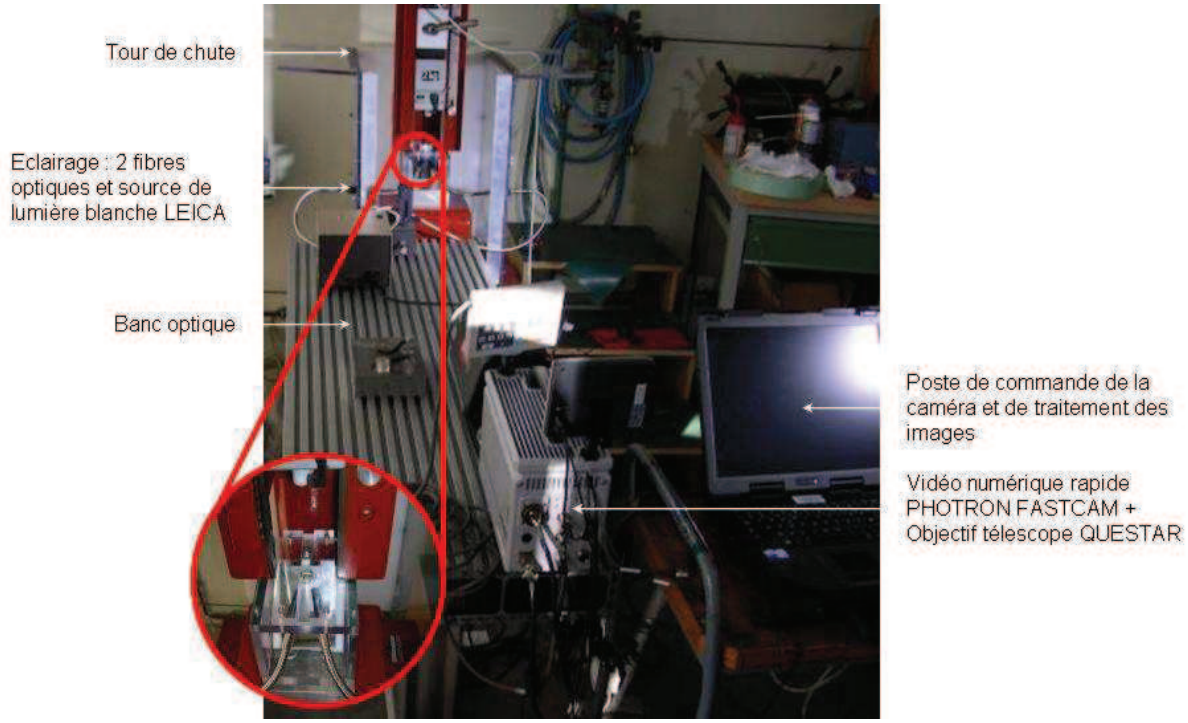


Figure 38– *Dispositif expérimental complet*

Nous modifions également l'enclume inférieure de façon à mettre en place un miroir permettant de visualiser la face inférieure de l'échantillon et de suivre l'évolution de sa déformée au cours de l'essai (Figure 39).

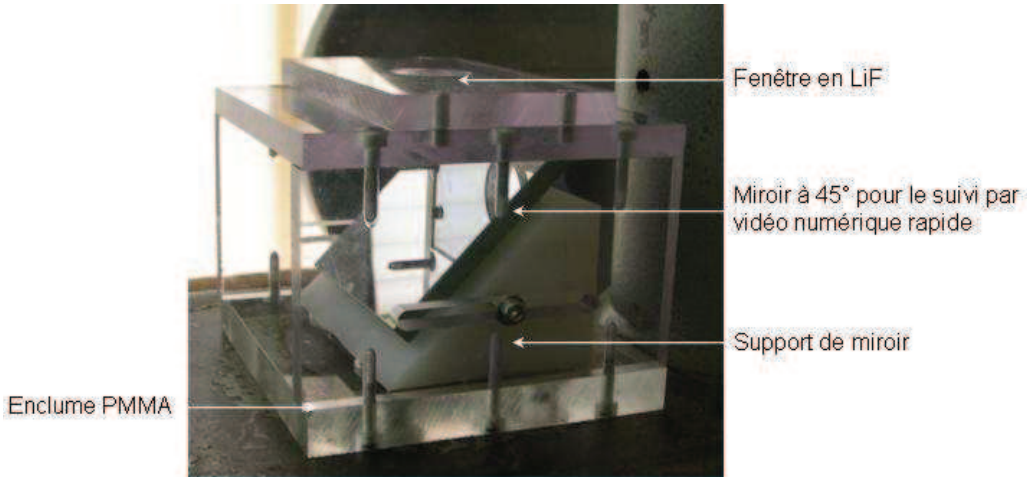


Figure 39 – *L'enclume inférieure modifiée*

Les résultats de calculs de dimensionnement préliminaires permettent de faire une hypothèse sur le chargement de la pastille, qui se décompose en deux étapes : tout d'abord un chargement dynamique résultant du passage du train d'ondes incidentes dû à l'impact de la masse tombante, puis un chargement par compression simple, à déplacement imposé comme nous le montrerons par la suite, par la masse tombante.

Pour découpler expérimentalement ces deux phénomènes, afin de mieux appréhender leur influence sur l'évolution de l'endommagement au sein de la pastille de butalite, un épaulement est ajouté à l'étampe supérieure (Figure 40). Selon le positionnement de cet épaulement, il est possible de contrôler la déformation maximale appliquée au matériau en compression uniaxiale.

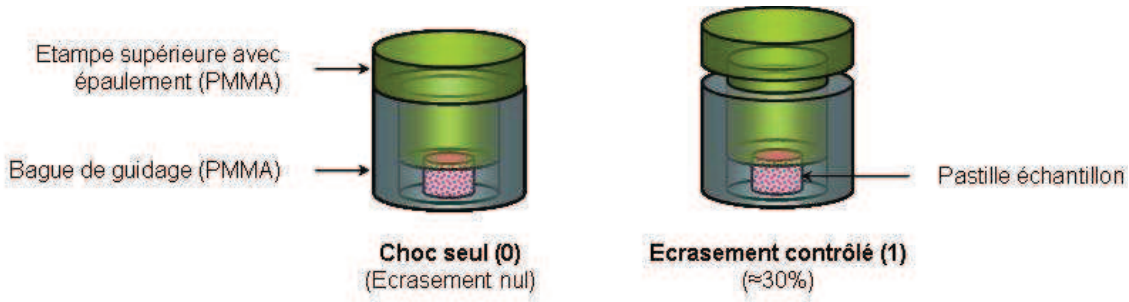


Figure 40 – *Les différents modes de chargement employés*

II.6.2 Les essais réalisés

Le système « tour de chute » est complexe et peut être décrit par de nombreux paramètres (diamètre de l'échantillon, hauteur de la chute de la masse tombante, masse, mode de sollicitation, lubrification, gestion de jeux et des frottements, …). Il aurait été illusoire de réaliser toutes les expériences, en faisant varier chacun des paramètres indépendamment. C'est pourquoi nous avons opté pour un choix plus restreint de paramètres et pour une gamme de sollicitations plus réduite, de manière à avoir des configurations expérimentale, certes moins nombreuses mais répétables, que l'on puisse interpréter et modéliser facilement et délivrant toutes des résultats exploitables. Nous avons alors réalisé deux campagnes d'essais, l'une portant sur le liant PBHT seul (
Tableau 4 et Figure 41), et l'autre portant sur le matériau composite inerte (Tableau 5).

Pour les essais sur PBHT, la masse tombante choisie est de 2 kg ; la pastille de matériau étudié a une épaisseur de 3 mm et un diamètre de 5 mm. Le mode de chargement retenu est le 1 (Figure 41). De plus, la pastille est préalablement mouchetée (tâches noires sur fond blanc) sur sa face inférieure pour obtenir un motif aléatoire car l'état de surface naturel de l'échantillon est trop uniforme pour pouvoir appliquer les méthodes de corrélation d'images directement. Enfin, la pastille est lubrifiée au niveau des surfaces de frottement par un spray téflon.

Essais	1	2	3
Hauteur de chute H(cm)	20	30	40
Vitesse d'impact théorique V ($m.s^{-1}$)	1,98	2,43	2,80

Tableau 4 – *Tableau récapitulatif des essais réalisés sur le PBHT. La vitesse d'impact théorique correspond à une chute libre de la masse* ($V = \sqrt{2.g.H}$)



Figure 41 – *Exemple de pastille de PBHT mouchetée utilisée pour nos essais*

Pour les essais sur le composite inerte, la masse tombante choisie est aussi de 2 kg, la pastille de matériau étudié a une épaisseur de 3 mm et est lubrifiée au niveau des surfaces de frottement. Son diamètre est variable suivant l'état de confinement souhaité. Chaque pastille est microtomographiée avant essai, de manière à disposer d'un état microstructural de référence, et après essais afin de quantifier l'endommagement.

Essais	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Diamètre (mm)	10	10	10	10	10	10	5	5	5	5	5	5
Hauteur de chute (cm)	20	30	40	20°	30	40	20	30	40	20	30	40
Mode de chargement (*)	0	0	0	1	1	1	0	0	0	1	1	1

(*) voir **Figure 40**

Tableau 5 – *Tableau récapitulatif des essais réalisés sur le composite inerte*

II.6.3 Résultats pour le PBHT

Les films réalisés durant les essais sur les pastilles de PBHT nous ont permis d'enregistrer l'évolution temporelle de la déformée de la surface inférieure de la pastille au cours du chargement (Figure 42 et Figure 43) ainsi que, pour un essai, la déformation transversale de la pastille simultanément.

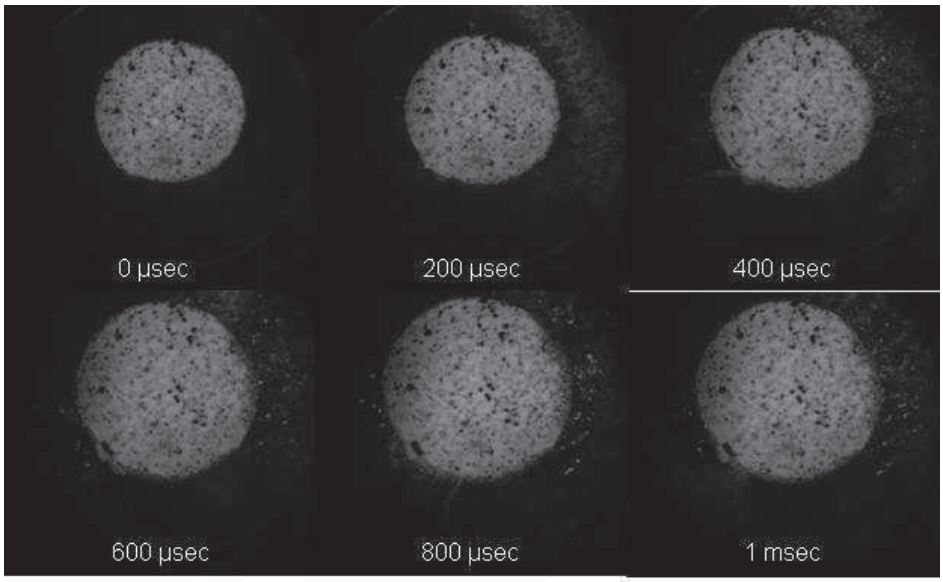


Figure 42 – *Evolution temporelle de la déformée de la surface inférieure d'une pastille de PBHT*

Caméra : cadence 5000 images.s^{-1}, obturation 4.10^{4} s^{-1}. Pastille : diamètre 5 mm, épaisseur 3 mm. Essai : écrasement à la tour de chute (masse 2 kg, hauteur 30 cm)

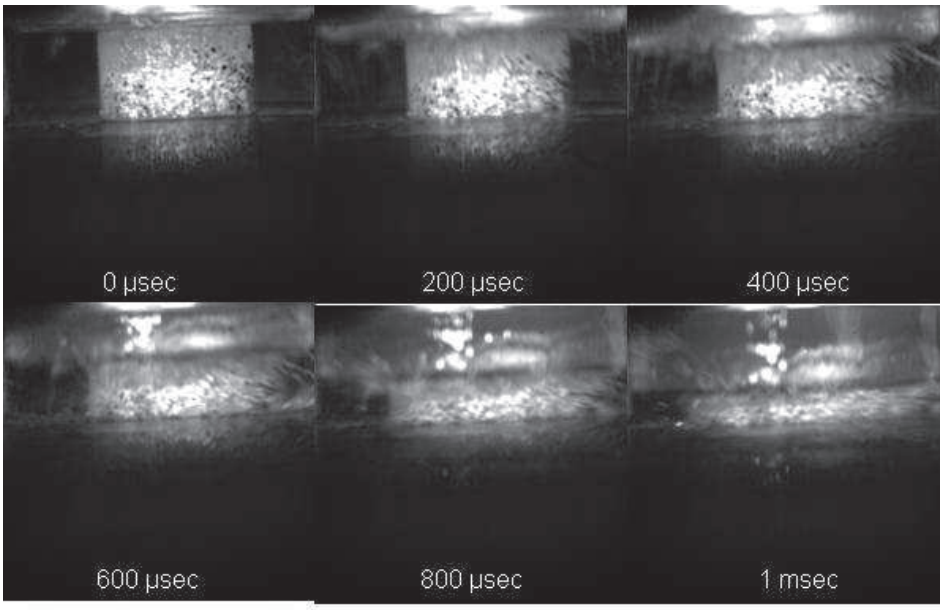


Figure 43 – *Evolution temporelle de la déformée transversale d'une pastille de PBHT*

Caméra : cadence 5000 images.s^{-1}, obturation 4.10^{4} s^{-1}. Pastille : diamètre 5 mm, épaisseur 3 mm. Essai : écrasement à la tour de chute (masse 2 kg, hauteur 30 cm)

On vérifie sur un essai pour lequel on mesure la variation temporelle d'épaisseur et de diamètre (30 cm) que le matériau a toujours un comportement quasi-incompressible (Figure 44).

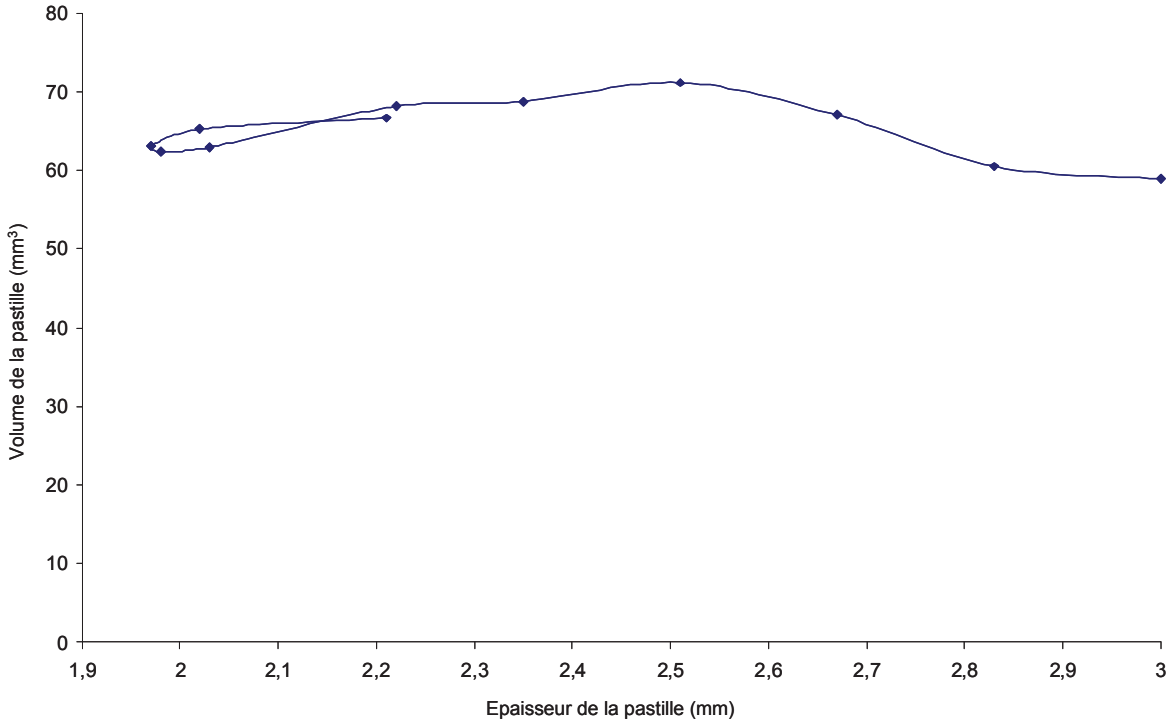


Figure 44 – *Evolution du volume de la pastille en fonction de son épaisseur*

Pastille : diamètre 5 mm, épaisseur 3 mm. Essai : écrasement à la tour de chute (masse 2 kg, hauteur 30 cm)

Il est donc possible de déterminer la vitesse d'écrasement de la pastille à partir de la variation temporelle du diamètre vue en face arrière car alors :

$$\dot{D} = \frac{2.h}{D}.\dot{h} \qquad (16)$$

où D le diamètre de la pastille et h sa hauteur. Ceci va nous permettre de nous affranchir de l'enregistrement transversal par caméra qui pose quelques difficultés pratiques. On mesure alors la vitesse initiale d'écrasement pour les 3 hauteurs de chute (Tableau 6).

Hauteurs de chute H (cm)	Vitesses théoriques ($m.s^{-1}$) $V_{théorique} = \sqrt{2.g.H}$	$\dot{D}$ Pente à l'origine des courbes D = f(t)	Vitesses réelles ($m.s^{-1}$) $V_{réelle} = \dot{h} \approx 2.h_0.\frac{\dot{D}}{D_0}$
20	1,98	1,1	1,32
30	2,43	1,6	1,92
40	2,8	2,1	2,52

Tableau 6 – *Correspondance entre vitesse « théorique » (chute libre) et vitesse réelle (frottement) pour chaque hauteur de chute de la masse tombante, tirée des courbes d'évolutions temporelles du diamètre d'une pastille de PBHT de diamètre 5 mm, considérée comme incompressible*

On constate que la vitesse initiale ne peut pas être estimée par un modèle de chute libre ou même un modèle de dynamique simple avec frottement visqueux ou sec. Il sera donc nécessaire d'instrumenter la tour pour mesurer la vitesse d'impact lorsque l'on ne peut pas l'estimer à partir de la mesure de $\dot{D}$ (matériau compressible comme le composite).

Les images de la face inférieure sont ensuite traitées par le logiciel de corrélation VIC-2D de manière à obtenir les champs de déplacement et de déformations correspondant au déplacement imposé au cours de l'écrasement de la pastille (Figure 45 et Figure 46).

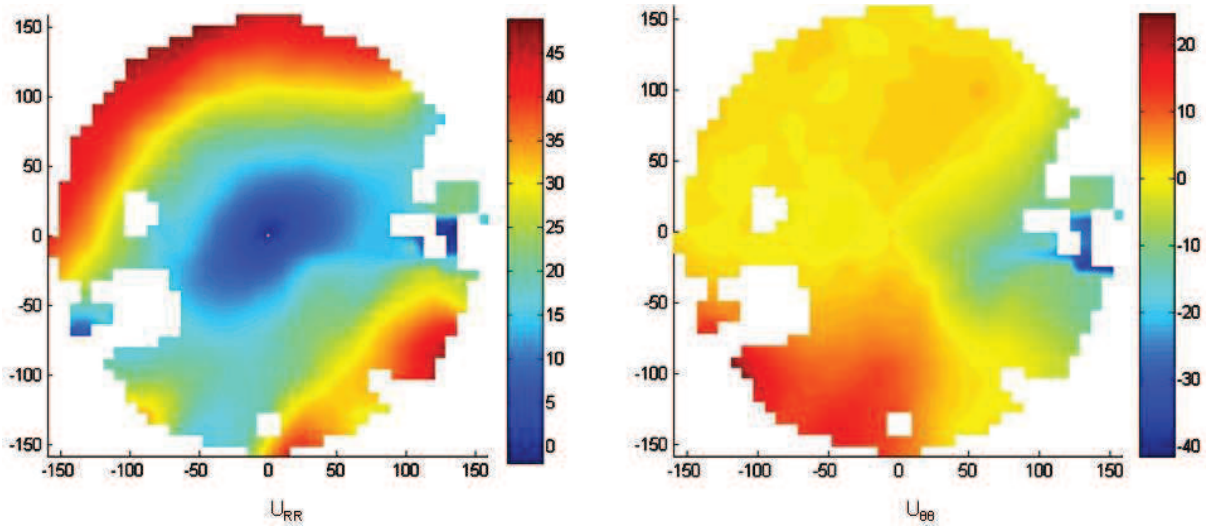


Figure 45 – *Champs de déplacement radial U_{RR} et angulaire $U_{\theta\theta}$ (en pixel)*
Corrélation d'image (VIC-2D) au temps t = 1 ms

En retirant le mouvement de corps rigide, on observe que nous sommes proches du cas axisymétrique. En effet, $U_{\theta\theta}$ est faible devant U_{RR}, et U_{RR} croit globalement proportionnellement avec le rayon. Néanmoins, les écarts observés avec un cas purement axisymétrique sont probablement dus aux inévitables défauts de fabrication/assemblage du moyen expérimental utilisé, la qualité de réalisation des pastilles et à une perte de lubrifiant au moment de l'impact, entraînant un frottement hétérogène sur toute la surface de la pastille.

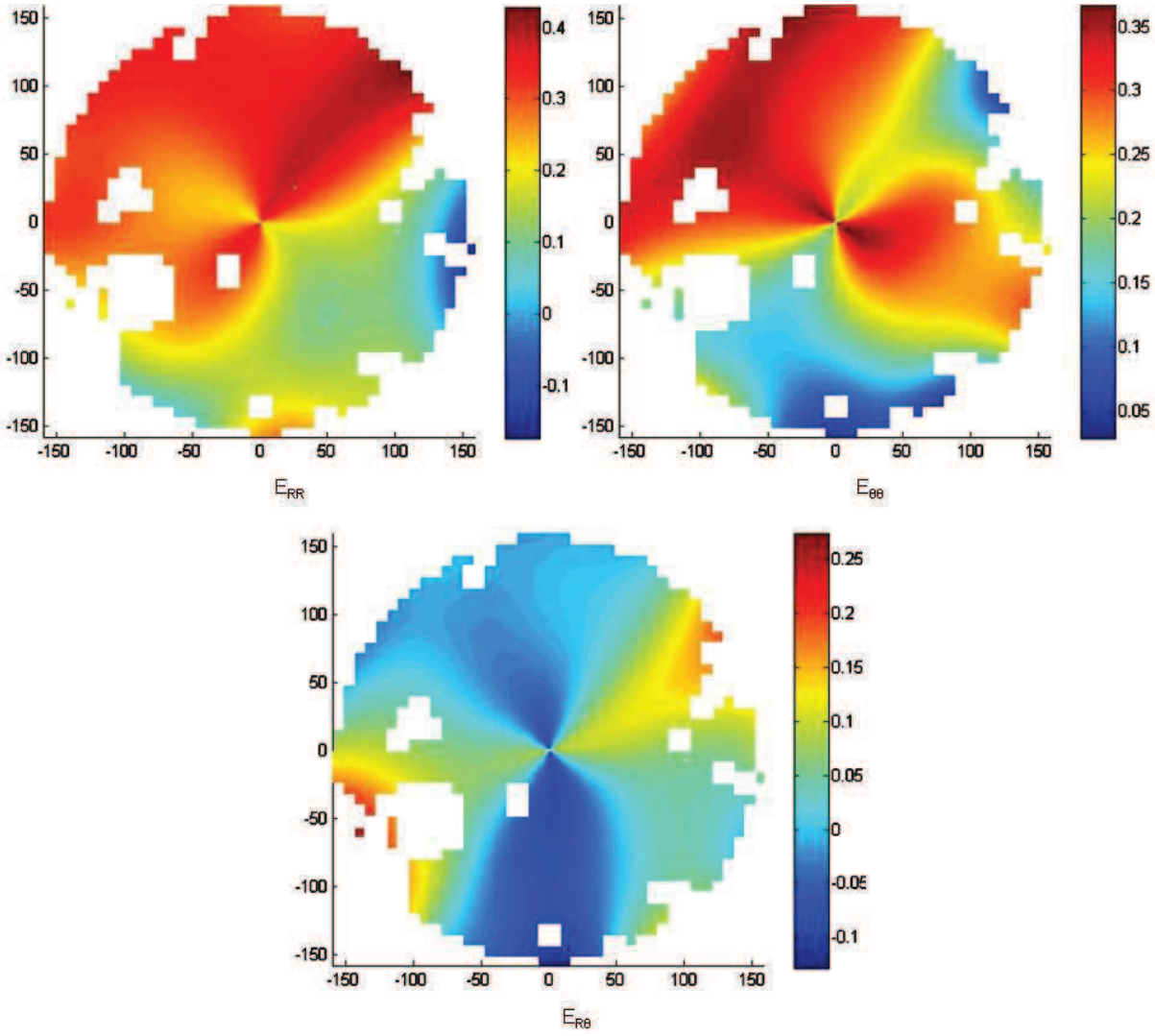


Figure 46 – *Champs de déformation radiale E_{RR}, angulaire $E_{\theta\theta}$ et de cisaillement $E_{R\theta}$ (en %)*

Corrélation d'image (VIC-2D) au temps t = 1 ms

Nous remarquons que les champs de déformation radiale et tangentielle sont assez hétérogènes, mais en moyenne proche de ce que l'on attendait. En effet, E_{RR} (valeur

moyenne = 24,3 %) et $E_{\theta\theta}$ (valeur moyenne = 24 %) sont égaux, alors que $E_{R\theta}$ est quasiment nul. De plus, en comparant grossièrement le diamètre extérieur de la pastille, on trouve une déformation moyenne radiale $\frac{D-D_0}{D_0}$ de 21,6% pour $E_{RR} \sim E_{\theta\theta} = 24\%$. Le caractère hétérogène a les mêmes origines que celles des champs de déplacement U_{RR} et $U_{\theta\theta}$.

II.7 Conclusion partielle

Nous avons réalisé différents essais de caractérisation du PBHT, en faisant varier la vitesse de déformation (de 10^{-2} s^{-1} à 10^{3} s^{-1}) , le niveau de déformation imposée (de 1‰ à 40%) et le type de chargement (traction simple, compression simple, DMA en traction, DMA en cisaillement, essai dynamique, essai quasi-statique), en mettant en œuvre différents moyens expérimentaux. A partir de ces essais nous allons tout d'abord identifier le comportement du PBHT en visco-élasticité linéaire (petites perturbations), en hyperélasticité (sans viscosité) et en couplant ces deux propriétés (visco-hyper-élasticité). Ces observations expérimentales serviront donc de référence aux simulations numériques et à l'optimisation du calcul (conditions aux limites, maillage, etc.).

Par ailleurs, l'adaptation de la tour de chute a permis de réaliser des mesures complémentaires sur les essais d'impact de faible intensité et de comprendre le mode de fonctionnement de ce moyen, en ce qui concerne la cinétique de chargement appliquée à un échantillon. Il faut d'ailleurs continuer sur cette voix pour encore améliorer ce moyen et le transformer en moyen d'étude.

En ce qui concerne les essais réalisés sur le matériau composite, les observations faites portent essentiellement sur la caractérisation de la microstructure du matériau et plus particulièrement les phénomènes d'endommagement générés au sein du matériau soumis à l'impact de faible intensité d'une masse tombant en chute libre, sous différentes configurations expérimentales. Cela se traduit par la comparaison des images microtomographiques pré- et post-essai des pastilles étudiées.

Ces observations expérimentales serviront de base à la caractérisation de l'endommagement dynamique du composite.

Chapitre III

IDENTIFICATION & VALIDATION DES PARAMETRES DU MODELE VISCO-HYPER-ELASTIQUE DU PBHT PAR SIMULATION NUMERIQUE

Dans ce chapitre, il s'agit de se doter de moyens de simuler la déformation à grande vitesse du liant du matériau composite choisi. Pour ce faire, on cherche à identifier et modéliser de façon réaliste le comportement visco-hyper-élastique du PBHT afin de réaliser des simulations numériques d'impacts sur composite et de l'utiliser comme l'un des constituants du composite, dans de futures simulations en champs complets. Nous parlerons donc ici de la loi de comportement retenue pour le PBHT ainsi que de l'identification et de la validation des paramètres du modèle. Ce travail est réalisé à l'aide du logiciel ABAQUS/EXPLICIT. Aussi, dans un premier temps, nous présentons la loi de comportement choisie pour le PBHT. Ensuite, nous identifions les paramètres du modèle à partir d'un essai de DMA en cisaillement et d'un essai de compression simple. Enfin, afin de valider ces paramètres, nous comparons des résultats issus de simulations numériques avec des résultats expérimentaux correspondants (conditions limites et de chargement similaires).

III.1 La loi de comportement choisie : un modèle visco-hyper-élastique

Le liant PBHT a un comportement visco-hyper-élastique [AZO08]. Il faut donc pouvoir rendre compte de ces deux propriétés pour modéliser ce matériau. Nous choisissons de décrire la partie visqueuse (linéaire et petites transformations) par une série de Prony, tandis que pour le comportement hyper-élastique (grandes transformations) nous choisissons la loi de Mooney-Rivlin.
Aussi, dans cette partie, nous présentons ces modèles et leur couplage décrit dans le formalisme d'ABAQUS.

III.1.1 La partie visco-élastique : la série de Prony

Pour caractériser les états de contrainte et de déformation d'un matériau ayant un comportement visco-élastique linéaire, soumis à un chargement quelconque à un instant donné, il faut tenir compte de son histoire. Cette dernière est définie par le chargement appliqué, la déformation imposée, la vitesse de chargement ou de déformation, le temps d'application de ce chargement ou de cette déformation [CHE00]. Dans ce cadre, nous choisissons de décrire le comportement visco-élastique par une série de Prony.

Dans le formalisme de la série de Prony, nous considérons $G(t)$, le module de cisaillement sous la forme :

$$\begin{cases} G(t) = G_0.g(t) \\ g(t) = \dfrac{G(t)}{G_0} = 1 - \sum_{i=1}^{N} g_i.(1 - e^{-\frac{t}{\tau_i}}) \end{cases} \quad (17)$$

où g_i et τ_i sont des paramètres matériaux représentant respectivement le module de cisaillement normé et le temps de relaxation correspondant.

Les modules vitreux et caoutchoutiques G_0 et G_∞ respectivement sont alors définis comme étant les limites suivantes [BER05]:

$$G_0 = G(t = 0) \quad (18)$$

$$G_\infty = \lim G(t \to \infty) = \sum_{i=1}^{N} g_i \quad (19)$$

où G_∞ représente le module de cisaillement au temps long, et G_0 le module instantané.

Si on sollicite un échantillon en cisaillement sinusoïdal de fréquence ω, on peut calculer, dans le cas linéaire, les modules de conservation (ou réel) $G'(\omega)$ et de perte (ou imaginaire) $G''(\omega)$ d'un matériau visco-élastique sollicité à une fréquence ω :

$$G'(\omega) = G_0.\left[\left(1 - \sum_{i=1}^{N} g_i\right) + \sum_{i=1}^{N} \frac{g_i.\tau_i.\omega^2}{1 + \tau_i^2.\omega^2}\right] \quad (20)$$

$$G''(\omega) = G_0.\sum_{i=1}^{N} \frac{g_i.\tau_i\omega}{1 + \tau_i^2.\omega^2} \quad (21)$$

Il est possible de mesurer $G'(\omega)$ et $G''(\omega)$ à l'aide d'une DMA et d'en déduire les couples (g_i, τ_i), c'est-à-dire d'identifier la composante visco-élastique du modèle. Nous choisissons de ne considérer que dix termes dans la série de Prony.

III.1.2 La partie hyper-élastique : la loi de Mooney-Rivlin

Ce modèle a été proposé indépendamment par Melvin Mooney et Ronald Rivlin en 1952. Il est reconnu pour bien décrire le comportement des élastomères en grandes

déformations modérées. C'est pourquoi nous le choisissons dans la limite des basses vitesses de déformation, lorsque la viscosité peut être négligée.

Il utilise une fonction de densité d'énergie de déformation W, combinaison linéaire des deux premiers invariants du tenseur de déformation de Cauchy-Green B [BOU01, MAC94]. C'est un cas particulier du modèle hyper-élastique polynomial général de Rivlin, qui s'écrit [BOW09] :

$$W = W_{deviatorique} + W_{volumique} \tag{22}$$

$$W = \sum_{p,q=0}^{N} C_{pq}.(\bar{I}_1 - 3)^p.(\bar{I}_2 - 3)^q + \sum_{m=1}^{M} \frac{1}{D_m}.(J-1)^{2m} \tag{23}$$

où C_{pq} et D_m sont des constantes matériaux identifiés, dans notre cas, à partir d'un essai en compression simple sur pion et $\bar{I}_1$, $\bar{I}_2$ sont respectivement le premier et le second invariant de la partie déviatorique du tenseur de déformation de Cauchy-Green :

$$\bar{I}_1 = J^{-2/3}.I_1 \tag{24}$$

$$I_1 = \lambda_1^2 + \lambda_2^2 + \lambda_3^2 \text{ - } J = \det(F) \tag{25}$$

$$\bar{I}_2 = J^{-4/3}.I_2 \tag{26}$$

$$I_2 = \lambda_1^2.\lambda_2^2 + \lambda_2^2.\lambda_3^2 + \lambda_3^2.\lambda_1^2 \tag{27}$$

$$\lambda_1.\lambda_2.\lambda_3 = 1 \tag{28}$$

où F est le gradient de transformation et λ_1, λ_2 et λ_3 les valeurs propres du tenseur de déformation.

Pour un matériau incompressible, cas du PBHT, on fixe $N = 1$, $C_{00} = 0$, $C_1 = C_{10}$, $C_2 = C_{01}$, $C_{11} = 0$, $M = 1$ et $J \cong \det F \cong 1$. La densité d'énergie de déformation s'écrit alors :

$$W = C_{01}.(\bar{I}_2 - 3) + C_{10}.(\bar{I}_1 - 3) + \frac{1}{D_1}.(J-1)^2 \tag{29}$$

Nous obtenons les parties déviatorique et volumique du tenseur de Cauchy [OGD84] :

$$\begin{cases} S = \frac{2}{J}.DEV\left[\left(\frac{\partial W}{\partial \bar{I}_1} + \bar{I}_1.\frac{\partial W}{\partial \bar{I}_2}\right).\bar{B} - \frac{\partial W}{\partial \bar{I}_2}.\bar{B}.\bar{B}\right] \\ p = -\frac{\partial W}{\partial J} \end{cases} \quad (30)$$

où $C_{10} = \frac{\partial W}{\partial \bar{I}_1}$, $C_{01} = \frac{\partial W}{\partial \bar{I}_2}$, $\frac{2}{D_1}.(J-1) = \frac{\partial W}{\partial J}$, $\det(B) = \det(F).\det(F^T) = 1$.

Pour correspondre à l'élasticité linéaire, et sous l'hypothèse des petites transformations (déformations et rotations), les trois paramètres C_{10}, C_{01} et D_1 de la loi de Mooney-Rivlin doivent vérifier les deux relations suivantes, portant sur les modules de cisaillement G et de compressibilité K :

$$G = 2.(C_{01} + C_{10}) \quad (31)$$

$$K = \frac{2}{D_1} \quad (32)$$

III.1.3 Le modèle global

Pour expliciter le modèle global qui est un couplage entre le modèle de Mooney-Rivlin et une série de Prony, nous partons de la formulation générique d'une loi de comportement visco-élastique en petite déformation [ABA08] :

$$\sigma(t) = \int_0^t 2.G(t-s).\dot{\varepsilon}^D(s).ds + I.\int_0^t 2.K(t-s).\dot{\varepsilon}^V(s).ds \quad (33)$$

Dans notre cas, nous ne considérons que la composante déviatorique du tenseur des contraintes car, le matériau étant quasi-incompressible (coefficient de Poisson proche de 0,5), la composante volumique est négligeable. Nous avons donc :

$$\sigma(t) = \int_0^t 2.G(t-s).\dot{\varepsilon}^D(s).ds \quad (34)$$

Lorsque l'on intègre par partie, on obtient :

$$\sigma(t) = \sigma_0(t) + \int_0^t \frac{\dot{G}(s)}{G_0}.\sigma_0^D(t-s).ds \quad (35)$$

où $G(s)$ est le module de cisaillement, $\dot{G}(s) = \frac{dG(s)}{ds}$, $\dot{\varepsilon}^D$ la vitesse de déformation déviatorique et $\sigma_0(t)$ la contrainte caoutchoutique définie par $\sigma_0(t) = 2.G_0.\varepsilon^D(t)$.

La généralisation aux grandes transformations s'écrit sous la forme :

$$\Gamma(t) = \Gamma_0(t) + SYM\left[\int_0^t \frac{\dot{G}(s)}{G_0}.F^{-1}(t-s).\Gamma_0^D(t-s).F(t-s).ds\right] \qquad (36)$$

où F est le gradient de transformation, $\Gamma(t)$ la contrainte de Kirchhoff, $\Gamma_0(t)$ la contrainte de Kirchhoff caoutchoutique et $\Gamma_0^D(t)$ sa partie déviatorique.

Le couplage des deux éléments (Prony et Mooney-Rivlin) se fait alors à plusieurs niveaux : soit directement au niveau de l'écriture du module de cisaillement dans l'évaluation de la contrainte $\Gamma(t)$, soit dans l'écriture des paramètres de la loi de Mooney Rivlin.

Pour ce faire, on introduit *(1)* dans *(20)* et on obtient :

$$\Gamma(t) = \Gamma_0(t) + SYM\left[\sum_{i=1}^{N}\frac{g_i}{\tau_i}.\int_0^t F_t^{-1}(t-s).\Gamma_0^D(t-s).F_t(t-s).e^{-\frac{s}{\tau_i}}.ds\right] = \Gamma_0(t) + \sum_{i=1}^{N}\Gamma_i^D(t) \qquad (37)$$

Dans un schéma explicit, si nous connaissons la contrainte à l'instant t, nous pouvons la calculer à l'instant (t+ Δt). Dans ce cas, nous obtenons le modèle global suivant :

$$\Gamma(t+\Delta t) = \Gamma_0(t+\Delta t) + \sum_{i=1}^{N}\Gamma_i^D(t+\Delta t) \qquad (38)$$

Dans laquelle, $\Gamma_0(t+\Delta t)$ est déterminée par la loi de Mooney-Rivlin, dans laquelle la série de Prony est couplée aux coefficients C_{pq} qui définissent la fonction de densité d'énergie de déformation, tel que :

$$C_{pq}(t) = C_{pq}^0.\left(1 - \sum_{i=1}^{N} g_i.(1 - e^{-\frac{t}{\tau_i}})\right) \qquad (39)$$

Nous devons alors identifier les treize paramètres C_{01}, C_{10}, D_1, g_i et τ_i du modèle global. Les coefficients C_{01}, C_{10} et D_1 sont déterminés à partir d'un essai de compression simple, et les couples de paramètres visqueux (g_i , τ_i) sur un essai de DMA en cisaillement.

III.2 Identification des paramètres du modèle complet

III.2.1 Les paramètres visqueux de la série de Prony

Les tests généralement effectués pour déterminer les propriétés visco-élastique d'un matériau sont le fluage (déformation imposée), la relaxation (contrainte imposée), ou les essais dynamiques de type DMA [FLU75, CRI82]. Dans tous les cas, il est nécessaire de vérifier que la réponse du matériau se trouve bien dans un domaine linéaire. Il existe alors de nombreuses méthodes pour déterminer les paramètres de la série de Prony à partir de ces données expérimentales [SCH74, JOH92, JOH93, HIL93, BOW94, ABA98, JOH99, LES96, JOH97].

Ici, nous avons utilisé les essais de DMA en cisaillement (essais réalisés au CEA[2] Le Ripault par H. Trumel), et plus particulièrement les données corrigées de la courbe maîtresse sur le module de cisaillement réel, pour une température de 20℃ (II.4). En effet, à l'aide du logiciel ORIGIN, connaissant le module de cisaillement réels $G'(t)$, et en utilisant la méthode des moindres carrés de Levenberg-Marquardt (théorie non linéaire d'ajustement de courbe – Annexe A), nous identifions les couples de paramètres de relaxations visqueux (g_i, τ_i) pour $i \in [1..10]$ [ORI07, RAN04] (Figure 47). Nous obtenons ainsi une série de Prony à dix branches, soit dix couples (g_i, τ_i).

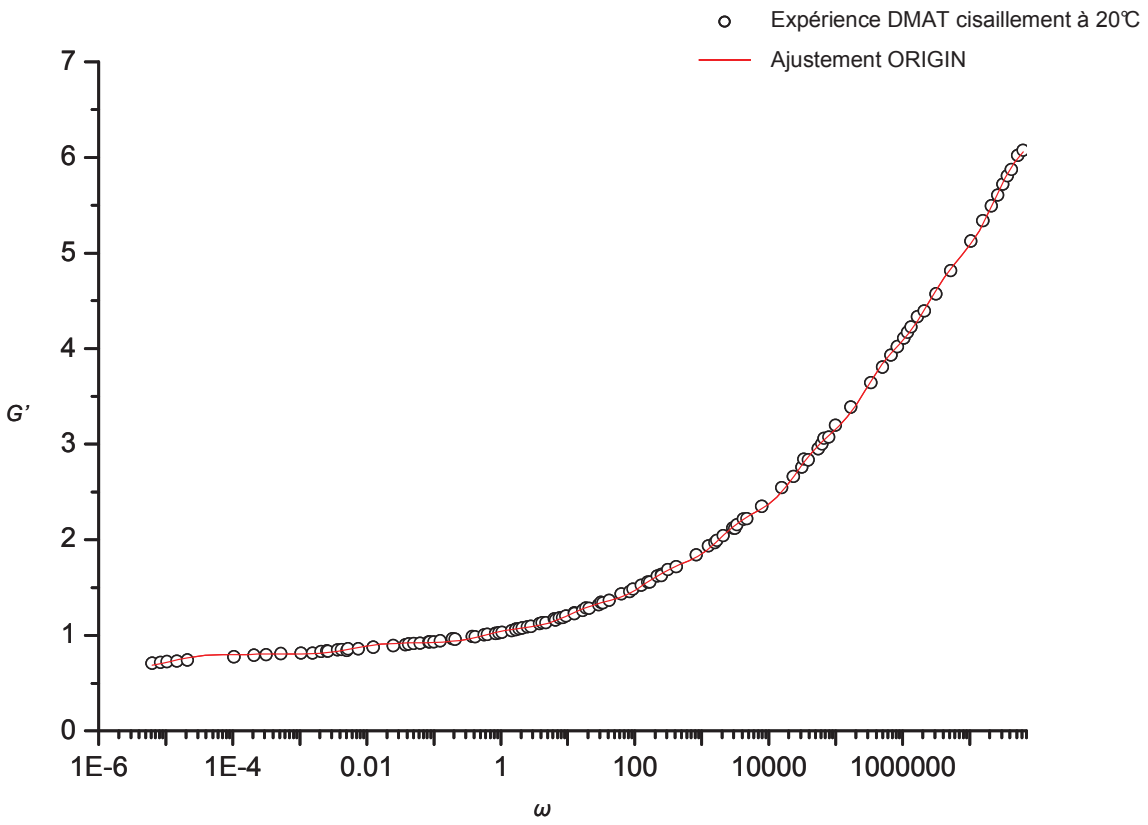


Figure 47 –*Ajustement de la courbe maîtresse du module de cisaillement réel à 20℃*

Identification des paramètres de la série de Prony (g_i, τ_i) avec le logiciel ORIGIN (Tableau 7) – R^2 = 0,99981

III.2.2 Les paramètres hyper-élastiques de la loi de Mooney-Rivlin

Pour identifier les paramètres du modèle de Mooney-Rivlin du PBHT, comme pour les paramètres de la série de Prony, nous utilisons une des fonctions du CAE d'ABAQUS qui, par un processus d'optimisation, permet de déterminer le meilleur couple (C_{01}, C_{10}, D_1) à partir d'un essai de compression simple (vitesse de chargement de 0,1mm.s-1 et pour un coefficient de Poisson ν fixé à 0,5 (i.e. incompressible) par défaut).

Nous obtenons alors les données suivantes :

C_{01} = C2 = -0,353 MPa

C_{10} = C1 = 0,671 MPa

D_1 = 4,97512.10^{-10}

Pour vérifier la qualité de ces résultats, nous les avons comparées au module de cisaillement G obtenu expérimentalement à partir de l'essai de compression à 1mm.s^{-1} (annexe) :

$$G_{numérique} = 2.(C_{10} + C_{01}) = 1{,}27 \text{ MPa}$$

$$G_{expérimental} = 1{,}07 \text{ MPa}$$

Nous constatons que ces valeurs expérimentales et numériques sont très proches (elles ne diffèrent que de quelque %). Ces résultats apparaissent comme satisfaisants. De la même manière nous vérifions que le coefficient de Poisson expérimental est très proche de 0,5 comme on s'y attendait pour ce genre de matériau.

L'identification des paramètres C_{01}, C_{10} et D_1 est donc validée pour un essai en compression unidimensionnel. De fait, nous obtenons également les coefficients de compressibilité volumique numérique $K_{numérique}$ et expérimental $K_{expérimental}$ (Annexe D):

$$K_{numérique} = \frac{2}{D_1} = 4{,}02 \text{ GPa}$$

$$K_{expérimental} = 4{,}1 \text{ GPa}$$

g_i (-)	τ_i (s)
0,593	$4{,}02.10^{-8}$
0,443	$3{,}99.10^{-7}$
0,432	$3{,}65.10^{-6}$
0,380	$3{,}88.10^{-5}$
0,255	$5{,}3.10^{-4}$
0,184	$6{,}77.10^{-3}$
0,127	$9{,}54.10^{-2}$
0,074	1,769
0,056	$1{,}657.10^{2}$
0,071	$8{,}674.10^{4}$
C_{01} (MPa)	-0,353
C_{10} (MPa)	0,671
D_1	$4{,}975.10^{-10}$

Tableau 7 – *Tableau récapitulatif des paramètres matériaux identifiés*

La démarche classique de détermination de paramètres d'un modèle consiste à identifier les paramètres à partir d'essais homogènes, puis de les valider en confrontant des résultats issus de simulation numérique à ceux issus d'expérience. Aussi c'est ce que nous allons faire dans le paragraphe suivant.

III.3 Les simulations réalisées

Nous allons comparer ici les résultats expérimentaux avec ceux obtenus par le calcul, en fonction des lois de comportement utilisées pour modéliser le PBHT. Les simulations sont effectuées sur le code d'éléments finis ABAQUS/EXPLICIT version 6.10. Mais, avant toute chose, une étude a été menée quant à l'influence du maillage sur les résultats de simulation obtenus.

III.3.1 L'étude de convergence au maillage

La vitesse de déformation et la précision du calcul sont très liées à la taille de maille. Pour se mettre dans des conditions de calcul optimales, il faut s'intéresser à l'influence du raffinement du maillage, et par conséquent de la taille de maille, sur la réponse numérique du matériau.

III.3.1.1 Configuration des calculs

Les éléments utilisés pour mailler la structure sont des quadrangles axisymétriques, avec intégration réduite (CAX4R) et contrôle « d'hourglassing ». S'agissant d'un code numérique explicite, la stabilité des simulations est gérée par la condition de Courant, Friedrich et Levy (CFL), qui définit le pas de temps gérant la dispersion numérique de l'onde de compression. Ce pas de temps est piloté par le plus petit élément de maillage de la structure [ABA08].

La sollicitation étudiée est la compression d'un échantillon de PBHT lubrifié, de diamètre 10 mm et d'épaisseur 10 mm, pour une vitesse de 100 $mm.s^{-1}$ (soit une vitesse de déformation de 10 s^{-1}) et un déplacement maximal de 4 mm (soit une déformation nominale de 40 %) sur une machine BOSE, sans prise en compte de la décharge. Le matériau est modélisé par la loi visco-hyper-élastique choisie.

Plusieurs tailles caractéristiques de maille ont été testées :

- 250 µm (40 mailles dans l'épaisseur du pion) ;
- 125 µm (80 mailles dans l'épaisseur du pion) ;
- 62,5 µm (160 mailles dans l'épaisseur du pion).

Comme la taille de maille gère le pas de temps minimum, le temps de calcul est incontestablement proportionnel à la taille de maille. Il faut donc prendre en compte ce paramètre pour avoir le meilleur compromis entre la durée d'un calcul et la précision désirée pour ce même calcul.

III.3.1.2 Analyse du front de montée et de la propagation de l'onde de compression dans le PBHT

Pour les trois tailles de mailles définies précédemment, nous choisissons d'observer le front de montée et la propagation de l'onde de compression dans le PBHT sur les tous premiers instants de la compression (5 µsec) (Figure 48 et Figure 49).

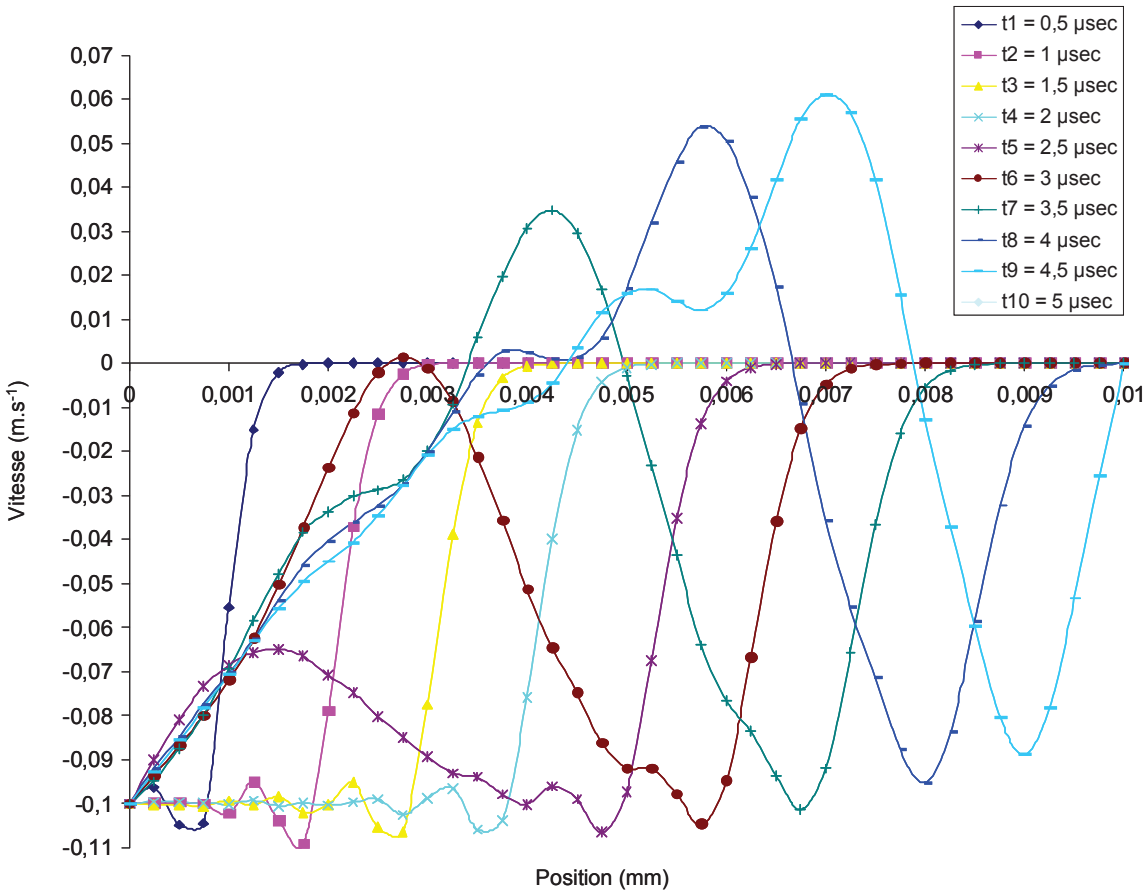


Figure 48 – *Vitesse matérielle des éléments dans l'onde de compression dans le PBHT*

Taille de maille de 250 µm

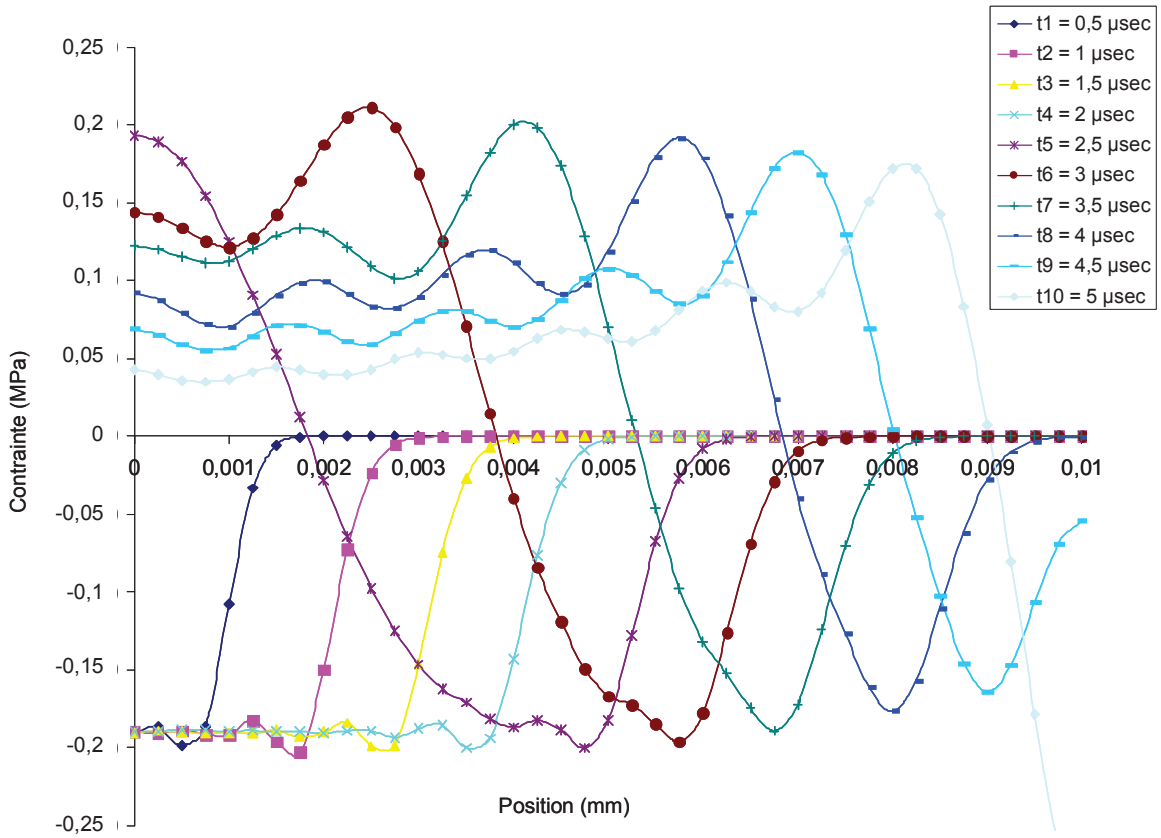


Figure 49 – *Evolution de la contrainte dans l'onde de compression, dans le PBHT*
Taille de maille de 250 µm

De façon classique, on observe sur ces deux graphiques l'établissement et la propagation de l'onde au sein de l'échantillon de PBHT (état stationnaire). On observe également l'arrivée des ondes de détente entre 2 et 2,5 µsec, à une profondeur comprise entre 5 et 6 mm de la face d'entrée de l'onde.

Lorsque le régime est bien établi, on peut estimer que la vitesse de propagation de l'onde est de l'ordre de 2500 $m.s^{-1}$. Cette vitesse est cohérente avec les caractéristiques du PBHT, pour les sollicitations à plus basses vitesses (domaine caoutchoutique) :

$$c = \sqrt{\frac{E}{\rho}} \approx \sqrt{\frac{4.10^6}{0,9}} \approx 2110 m.s^{-1} \qquad (40)$$

où c la vitesse des ondes de barre dans le matériau considéré.

Les résultats de simulation nous permettent de comparer, pour chaque simulation, la vitesse matérielle V des éléments dans le front d'onde ou la contrainte principale

longitudinale associée σ en fonction de son déplacement dans le temps (Figure 50 à Figure 54).

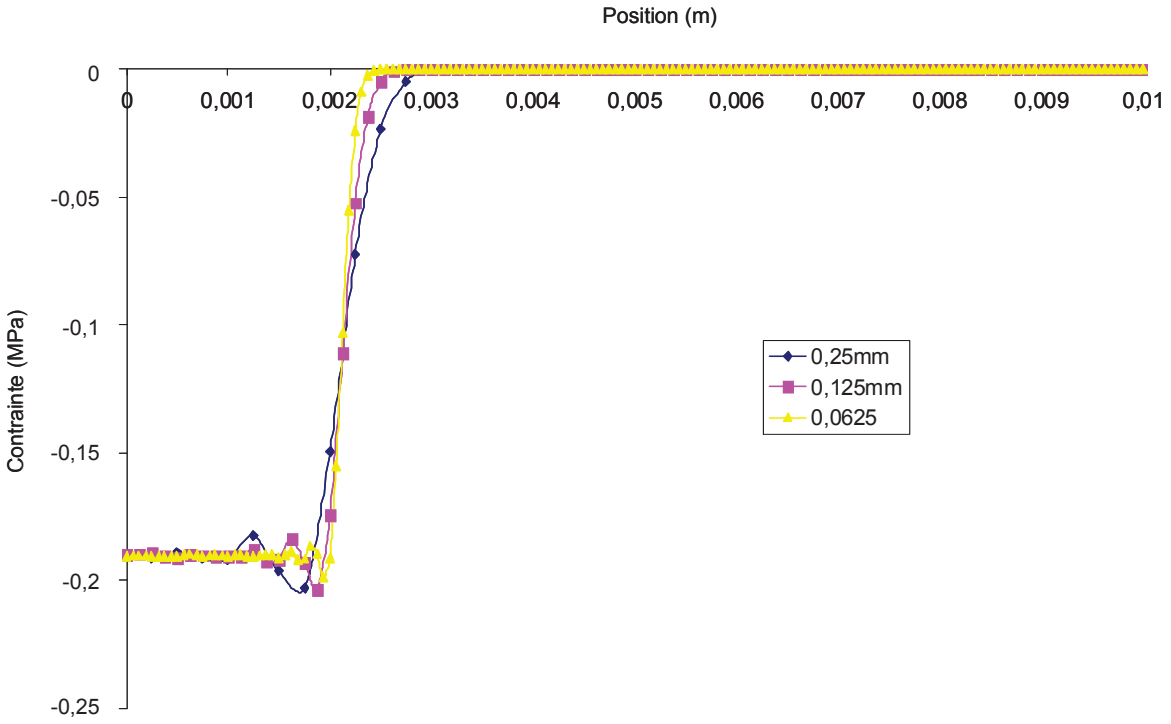


Figure 50 – *Evolution de la contrainte dans l'onde de compression dans le PBHT*

En fonction de la position dans l'épaisseur de l'échantillon, pour chaque taille de maille, au temps t = 1 µsec

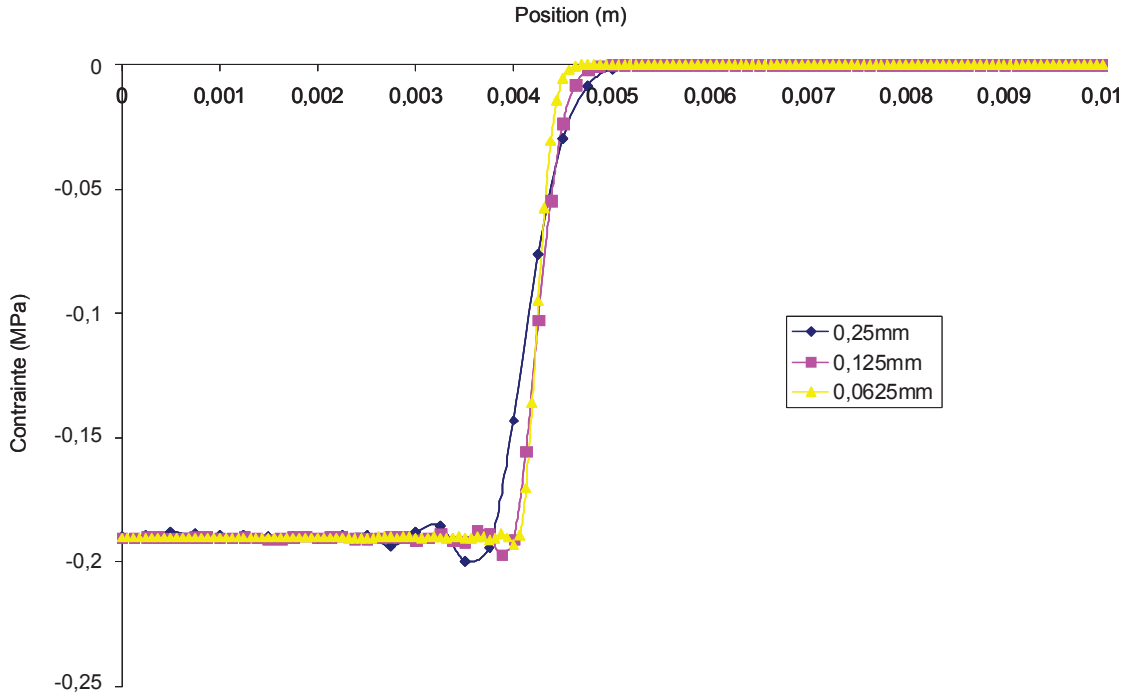


Figure 51 – *Evolution de la contrainte dans l'onde de compression dans le PBHT*

En fonction de la position dans l'épaisseur de l'échantillon, pour chaque taille de maille, au temps t = 2 µsec

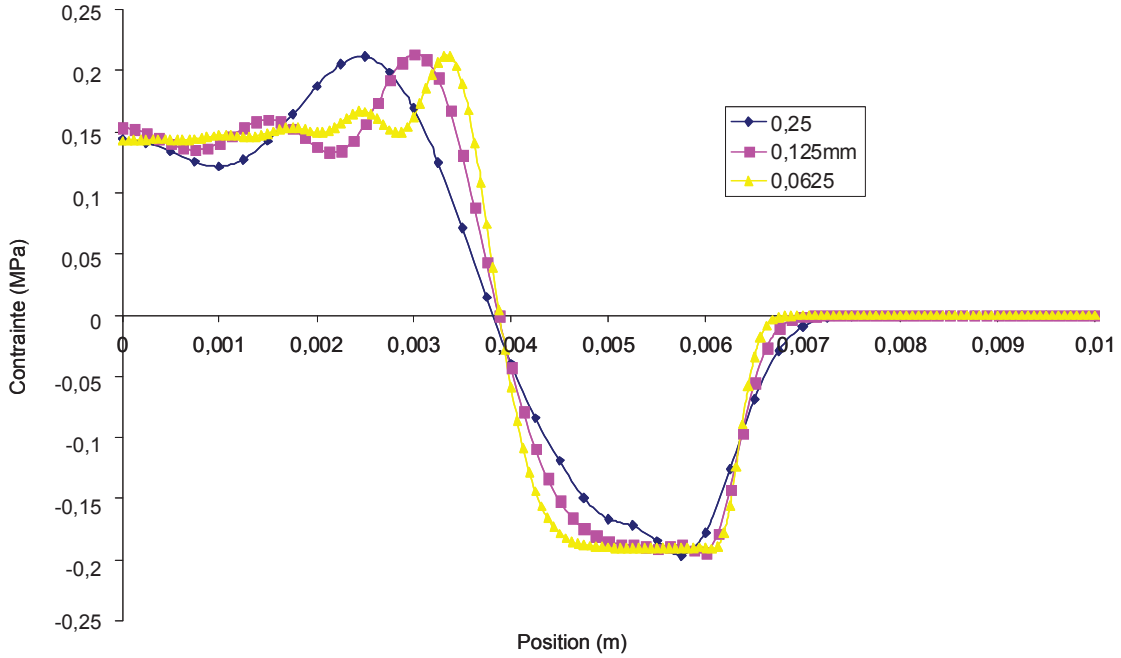


Figure 52 – *Evolution de la contrainte dans l'onde de compression dans le PBHT*

En fonction de la position dans l'épaisseur de l'échantillon, pour chaque taille de maille, au temps t = 3 µsec

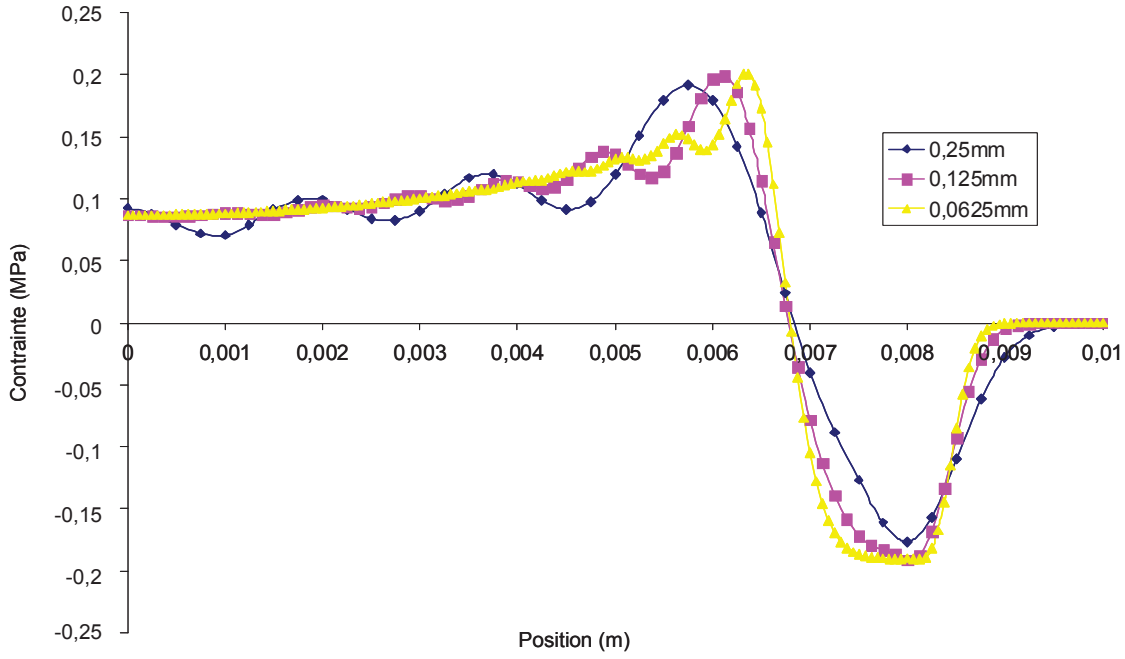


Figure 53 – *Evolution de la contrainte dans l'onde de compression dans le PBHT*

En fonction de la position dans l'épaisseur de l'échantillon, pour chaque taille de maille, au temps t = 4 µsec

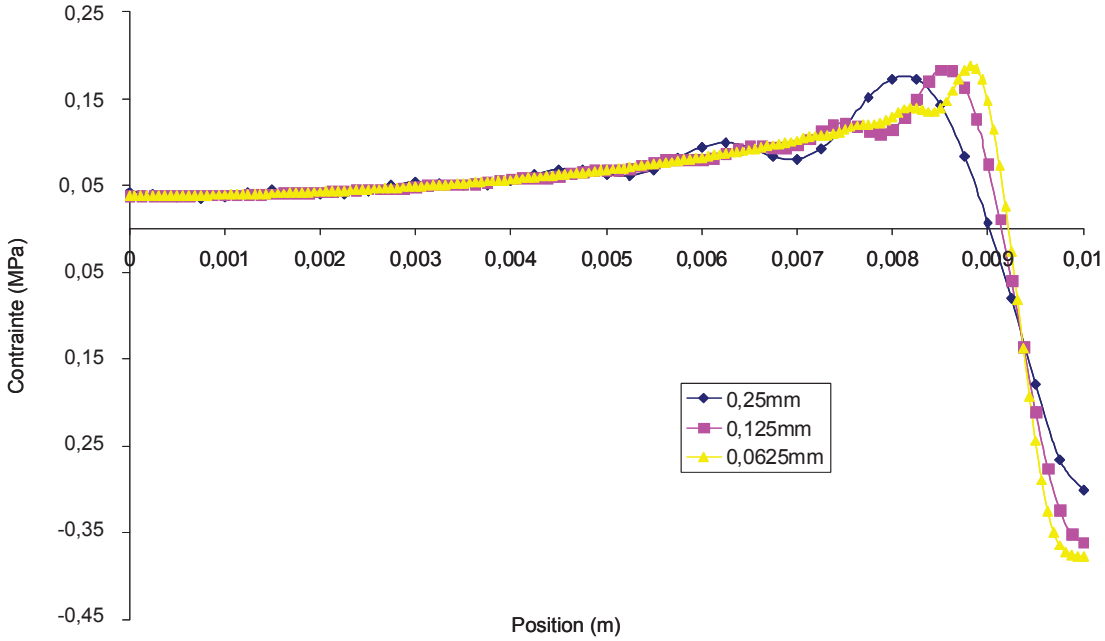


Figure 54 – *Evolution de la contrainte dans l'onde de compression dans le PBHT*

En fonction de la position dans l'épaisseur de l'échantillon, pour chaque taille de maille, au temps t = 5 µsec

On constate tout d'abord que les niveaux de contraintes atteints en amont et en aval du front d'onde sont identiques d'un maillage à l'autre. On remarque également que le front d'onde se redresse lorsque la taille de maille diminue. Cela est dû essentiellement à la viscosité du matériau simulé, mais également, en moindre mesure, à la pseudo-viscosité numérique qui est un phénomène artificiel de dissipation d'énergie, artifice couramment employé en dynamique rapide pour éviter de gérer les discontinuités faibles (sauts).

Précisons de plus que dans la simulation on impose un impact « franc » (de type « créneau ») à la face d'entrée de l'échantillon, tandis que la machine BOSE accélère progressivement vers la consigne fixée par l'opérateur, ce qui se traduit par un temps de montée de l'ordre de 30 ms. Si l'on se place dans le cas le plus contraignant, c'est-à-dire le maillage pour lequel le temps de montée de ce choc est le plus long (maille de 250 µm), soit la pente la plus faible, pour le cas de chargement fixé à 100 mm.s^{-1}, le temps de montée est de :

$$\Delta t = \frac{\Delta x}{c_{PBHT}} = 200\, n\,\text{sec} \qquad (41)$$

A titre indicatif, le temps de montée du choc transmis à la pastille à la tour de chute à un temps de montée de l'ordre de 1 µs pour une vitesse de déformation d'environ 1000 s^{-1}.

III.3.1.3 Convergence des calculs aux temps longs

Ce qui précède ne concerne que les tout premiers instants de la sollicitation. Il s'agit maintenant de vérifier la convergence au maillage pour des temps longs, l'essai d'écrasement à la tour de chute durant quelques millisecondes. Pour se faire, pour chaque taille de maille, nous prolongeons la durée du calcul, réalisé dans les mêmes conditions que pour les temps courts, à 1 ms, et nous comparons les courbes de compressions en fonction du temps, pour une maille donnée (maille appartenant à l'axe de symétrie, située au centre de l'épaisseur du pion de compression) (Figure 55 à Figure 57).

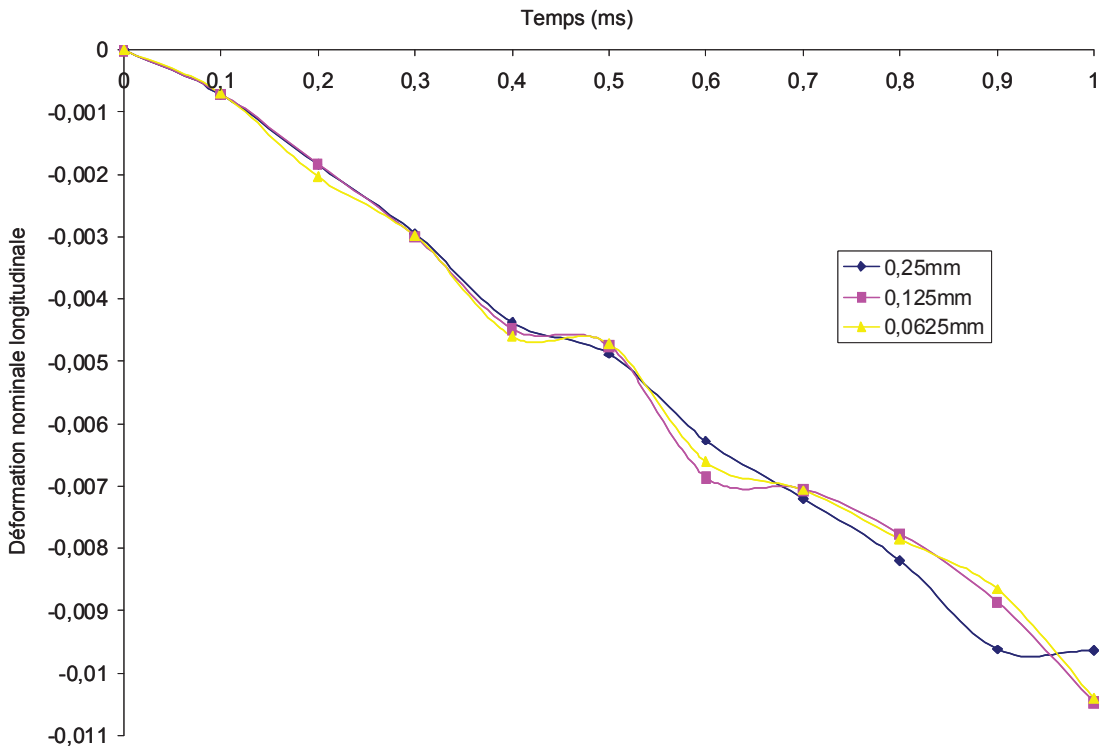


Figure 55 – *Comparaison des évolutions temporelles de la déformation nominale longitudinale au sein de la maille définit ci-dessus*

Pour chaque taille de maille

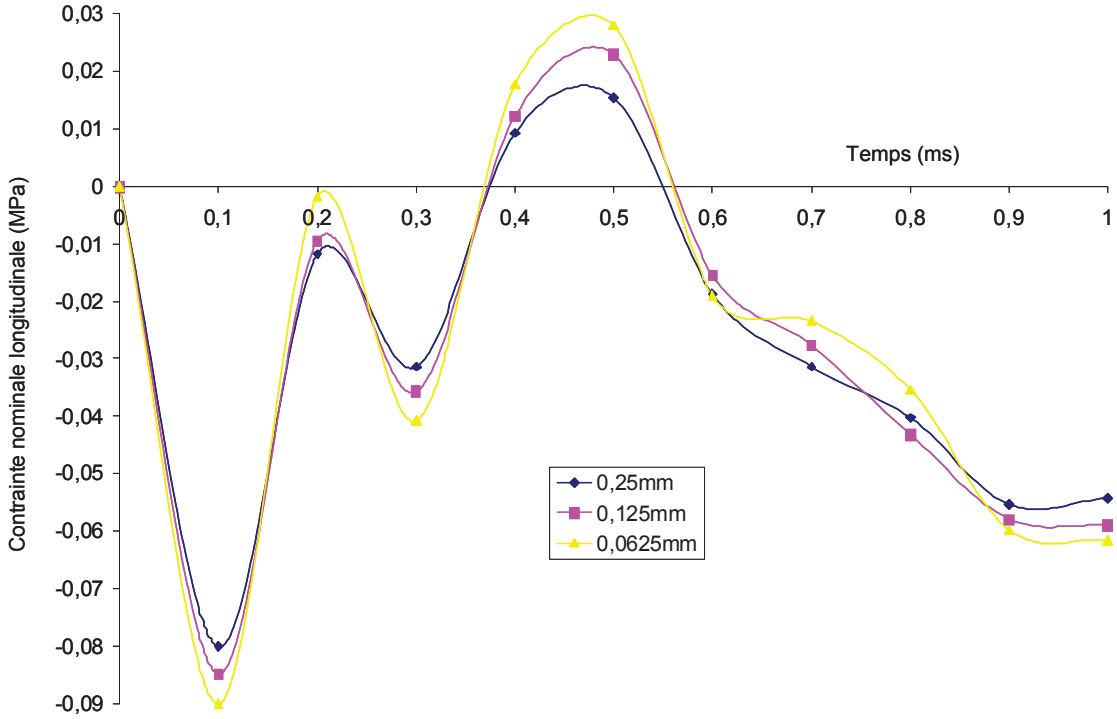


Figure 56 – *Comparaison des évolutions temporelles de la contrainte nominale longitudinale au sein de la maille définit ci-dessus*

Pour chaque taille de maille

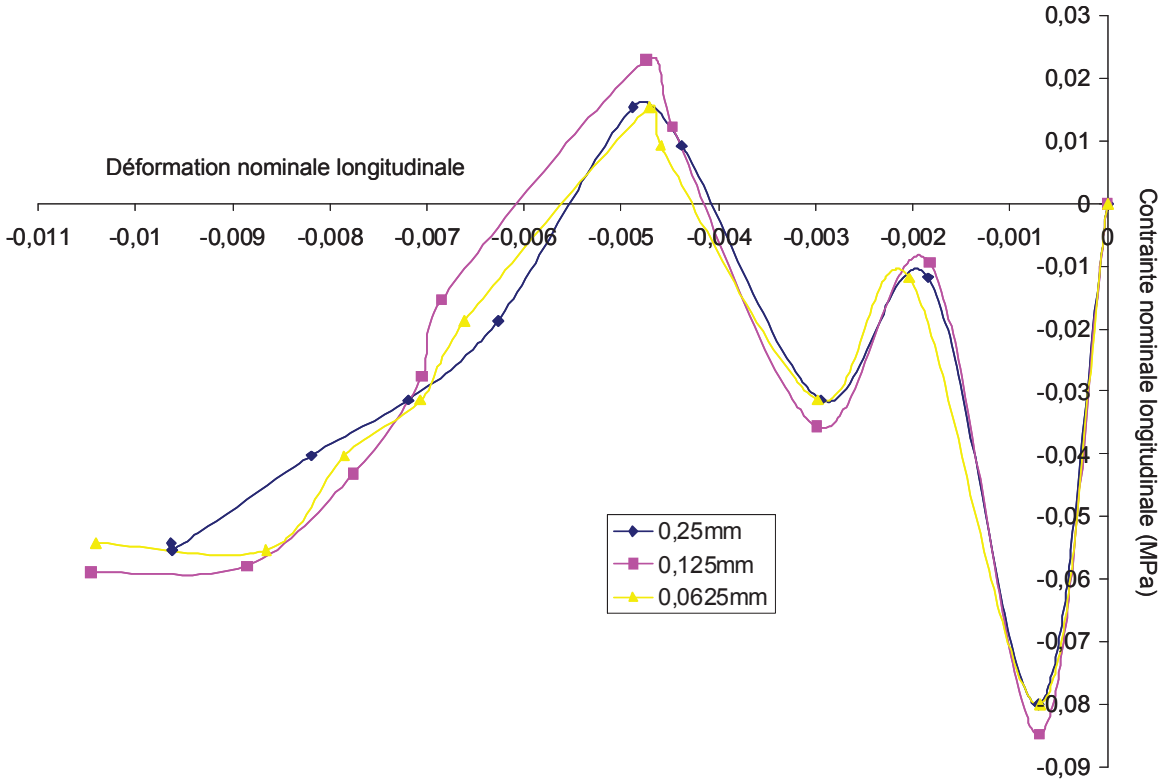


Figure 57 – *Comparaison des courbes de compression nominale longitudinale (contrainte=f(déformation)) au sein de la maille définit ci-dessus*

Pour chaque taille de maille

De la même manière que pour les temps courts, mêmes si des écarts apparaissent (inférieurs à 10%) nous observons une bonne concordance des différents tracés obtenus pour chaque taille de maille.

Ainsi, le choix du maillage étant le résultat d'un compromis entre le temps de calcul et la précision que l'on désire sur le phénomène à mesurer, nous choisissons la taille de maille intermédiaire, soit de 125 µm pour mailler la pastille de PBHT, pour les essais de compression et d'impacts à la tour de chute.

III.3.2 Simulation et comparaison avec les essais de compression simple : validation des paramètres de la loi visco-hyper-élastique

III.3.2.1 Configuration des calculs

Nous nous plaçons dans un repère orthonormé bidimensionnel axisymétrique. Nous ne modélisons que la pastille de PBHT à laquelle nous appliquons une vitesse de déplacement imposé constante au cours de la simulation sur la face supérieure. La vitesse appliquée est mesurée sur les essais correspondant. La surface opposée peut glisser sans frottement, ce qui correspond aux essais lubrifiés (Figure 58). Afin de quantifier l'influence du choix de la loi de comportement sur la réponse de la pastille, le comportement mécanique du PBHT est modélisé à l'aide de 3 lois de comportement :

- la loi de Monney-Rivlin sans viscosité en grandes transformations ;
- la loi visco-élastique linéaire utilisant la série de Prony à dix branches en petites perturbations ;
- le modèle complète (comportement visco-hyper-élastique).

Dans chaque cas, les paramètres utilisés sont ceux qui ont été déterminés au chapitre précédent.

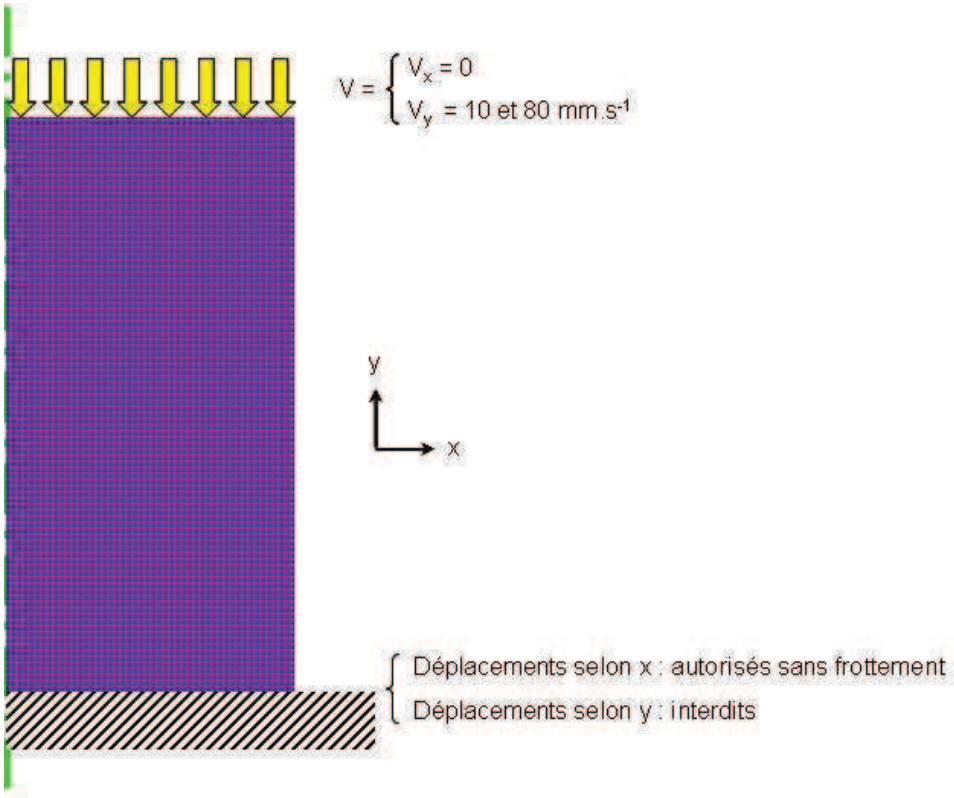


Figure 58 – *Définition de la géométrie et des conditions aux limites représentatives des essais de compression à la DMA*

III.3.2.2 Les résultats : comparaisons calculs/expériences

Dans un premier temps, pour chaque vitesse de chargement, nous comparons les réponses expérimentales et numériques, en compression, pour la loi de comportement complète (Figure 59).

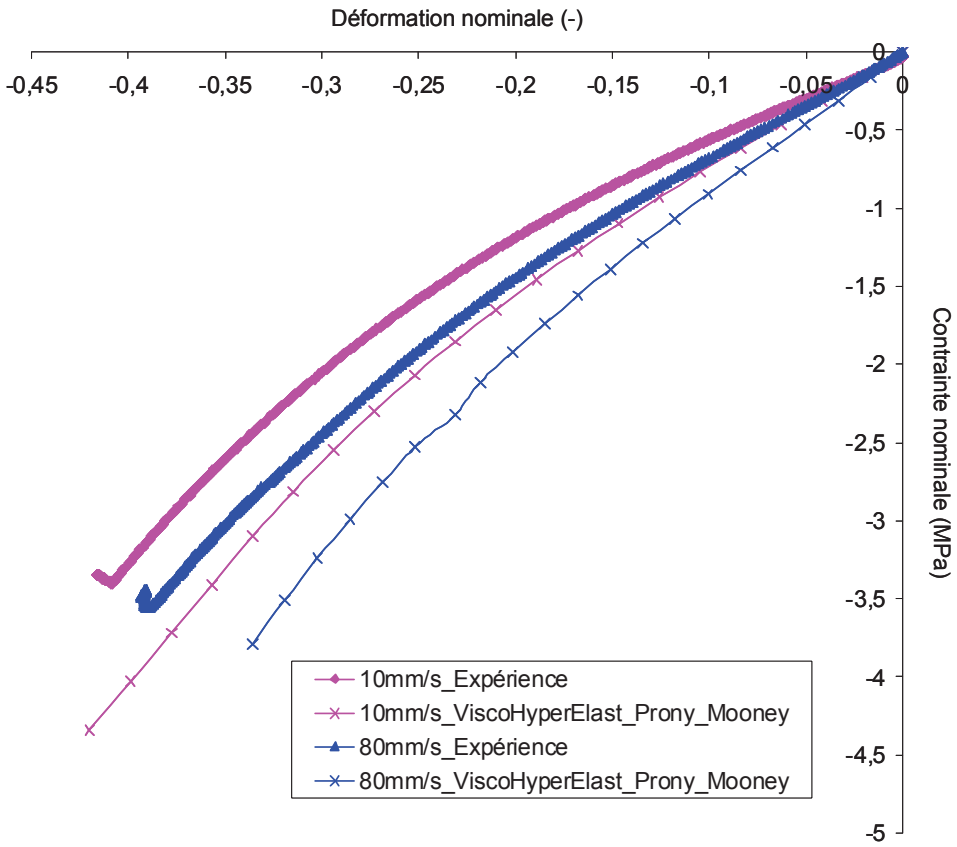


Figure 59 – *Comparaison des courbes expérimentale et numérique*
Vitesses de chargement de 10 mm.s^{-1} et de 80 mm.s^{-1}

L'allure générale des courbes est respectée. En revanche, les données numériques et expérimentales sont légèrement décalées d'environ 20 %, sachant que, pour les paramètres utilisés, le calcul est plus visqueux que l'expérience.

Par ailleurs, si l'on mesure les modules tangents Etan à l'origine des courbes expérimentales et numériques, on remarque qu'ils sont différents (Tableau 8). Or en petites déformations, la loi de Mooney-Rivlin n'a aucun impact sur la réponse du matériau. Le problème vient donc de la représentation du comportement visco-élastique, et plus particulièrement des paramètres visqueux identifiés dans le chapitre précédent.

E_{tan} (MPa)	Expériences	Calculs
10 $mm.s^{-1}$	5,8	8,97
80 $mm.s^{-1}$	7,22	10,24

Tableau 8 – *Comparaison des modules tangents expérimentaux et numériques à l'origine (petites perturbations) pour des vitesses de chargement de 10 $mm.s^{-1}$ et de 80 $mm.s^{-1}$*

Observons, pour chaque vitesse de chargement, l'influence du modèle hyper-élastique de Mooney-Rivlin sur le comportement visqueux du PBHT (Figure 60 et Figure 61).

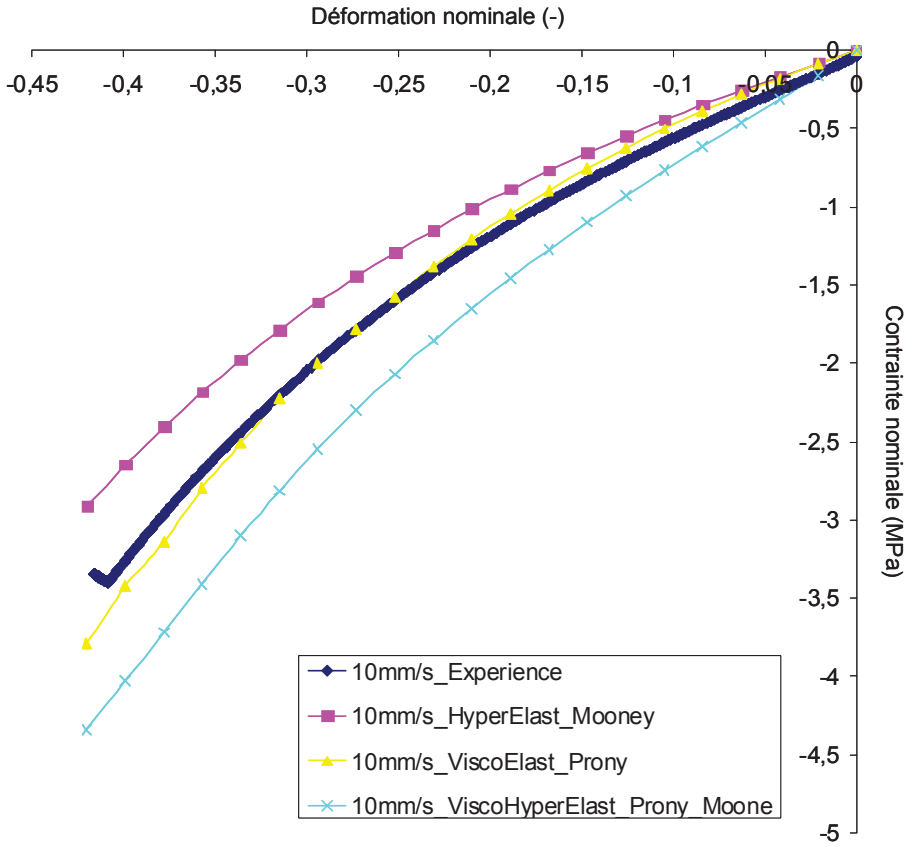


Figure 60 – *Comparaison des courbes expérimentale et numérique (série de Prony initiale, Mooney-Rivlin, loi complète)*

Vitesse de chargement de 10 $mm.s^{-1}$

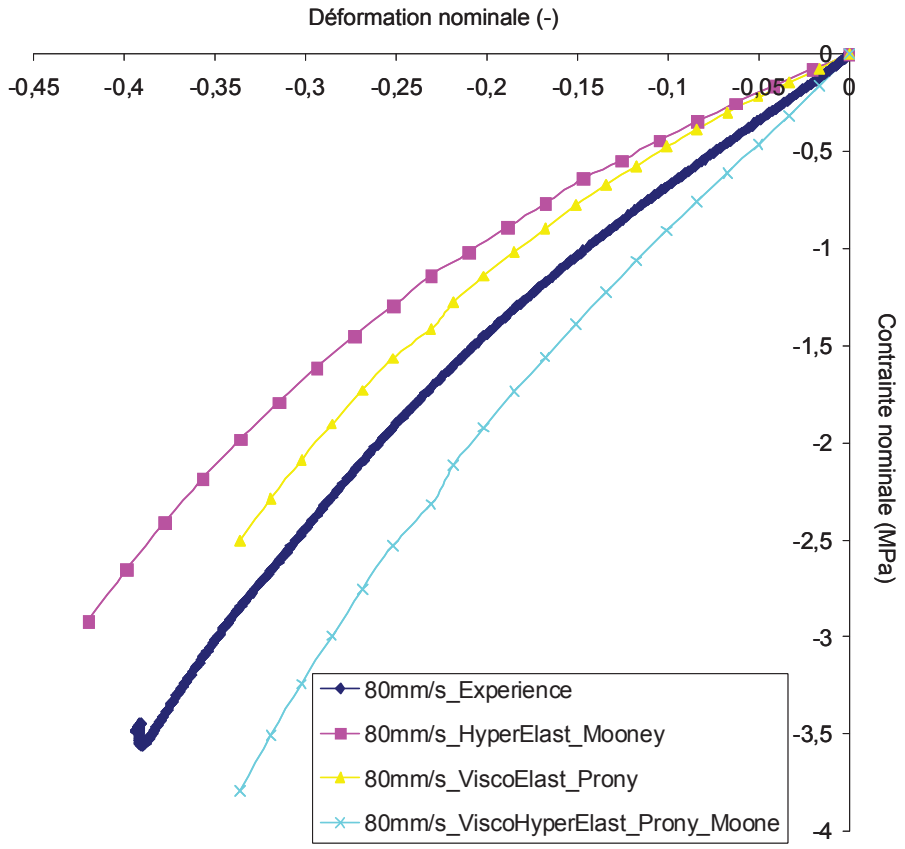


Figure 61 – *Comparaison des courbes expérimentale et numérique (série de Prony initiale, Mooney-Rivlin, loi complète)*
Vitesse de chargement de 80 mm.s^{-1}

Nous remarquons que, quelle que soit la vitesse de chargement, la combinaison des propriétés visqueuse et hyper-élastique du PBHT, dans le formalisme d'ABAQUS n'est pas adaptée à notre matériau. En effet, la réponse visqueuse seule a l'aire d'être meilleure que le couplage {Prony ; Monney-Rivlin}, trandis que la réponse hyper-élastique seule, qui est indépendante de la vitesse de chargement, n'est pas assez raide. De plus, nous remarquons que la réponse purement visqueuse est courbe, et non linéaire. Cela vient probablement du fait que, nous imposons le déplacement, or, comme l'épaisseur du pion diminue au cours de l'essai, la vitesse de déformation augmente.

III.3.3 Simulation et comparaison avec les essais de compression réalisés à la tour de chute

III.3.3.1 Configuration des calculs

Comme dans les cas précédents, nous nous plaçons dans un repère orthonormé bidimensionnel axisymétrique. Nous modélisons la pastille de PBHT ainsi que tous les éléments de la tour de chute, à savoir l'enclume inférieure, la masse tombante, la bague de guidage et l'étape supérieure (Figure 62).

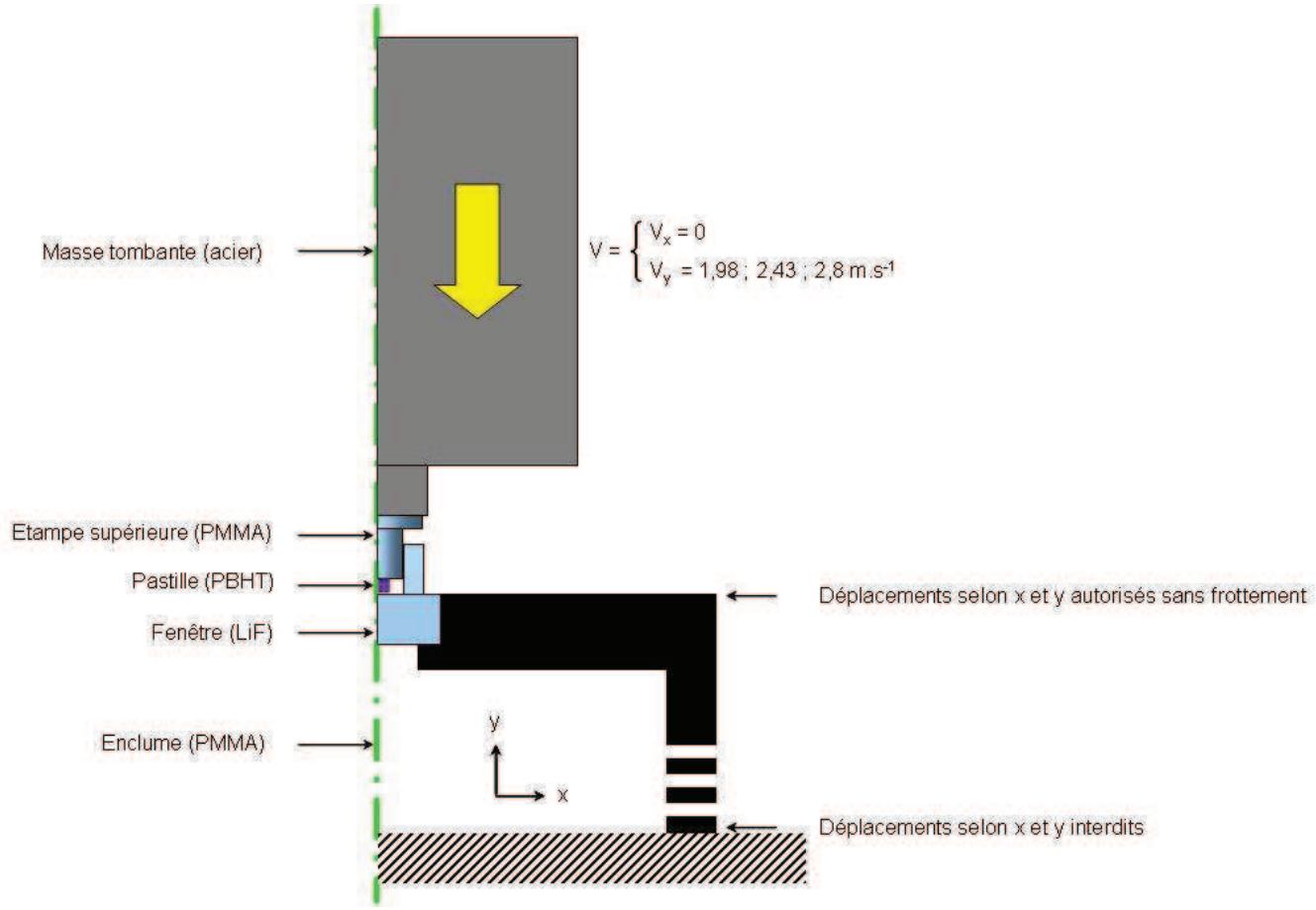


Figure 62 – *Définition de la géométrie et des conditions aux limites représentatives des essais à la tour de chute*

Le comportement mécanique PBHT est modélisé à l'aide de 2 lois de comportement, à savoir :

- la loi de Monney-Rivlin sans viscosité ;
- le modèle visco-hyper-élastique complète.

Dans chaque cas, les paramètres utilisés sont ceux qui ont été déterminés au préalable (Tableau 7). La modélisation du comportement du PBHT à l'aide

uniquement d'une série de Prony (visco-élasticité) lors des essais à la tour de chute ne sera pas envisagée car nous sommes dans des cas de grandes transformations. Tous les autres éléments du montage sont modélisés par une loi purement élastique dont les coefficients élastiques utilisés pour la masse tombante (acier), l'enclume (PMMA), l'étampe (PMMA), la fenêtre (LiF) et la bague de guidage (PMMA), sont les suivants :

$$\begin{cases} E_{acier} = 210\ GPa\ ;\ \nu_{acier} = 0{,}3\ ;\ \rho_{acier} = 7800\ kg.m^{-3} \\ E_{LiF} = 64{,}8\ GPa\ ;\ \nu_{LiF} = 0{,}31\ ;\ \rho_{LiF} = 2637\ kg.m^{-3} \\ E_{PMMA} = 3{,}2\ GPa\ ;\ \nu_{PMMA} = 0{,}38\ ;\ \rho_{PMMA} = 1196\ kg.m^{-3} \end{cases}$$

Une piste d'amélioration de la simulation de l'essai à la tour de chute peut être de considérée le comportement du PMMA, constituant l'enclume, l'étampe et la bague de guidage, comme visco-élastique.

III.3.3.2 Les résultats : comparaisons calculs/expériences

Dans la suite de cette partie, les barres d'erreur données sur les résultats expérimentaux correspondent aux incertitudes de mesures sur les dimensions (diamètre et épaisseur) de la pastille extraites des images de l'enregistrement vidéo. Cela correspond à une erreur de 10 pixels soit 0,15 mm.

Les essais d'impact ne permettant qu'un accès limité aux grandeurs mécaniques, et en tout cas pas aux contraintes, nous ne pouvons extraire des expériences que des données globales comme les évolutions temporelles du diamètre et de l'épaisseur de la pastille, ainsi que, par corrélation d'image, les champs de déformation radiale E_{RR}, angulaire $E_{\theta\theta}$ et en cisaillement $E_{R\theta}$. A partir des résultats des simulations numériques et des données expérimentales issues des enregistrements vidéo (cinématique de déformation d'une pastille sous chargement), nous pouvons comparer ces différents éléments.

> Comparaison des évolutions temporelles du diamètre de la pastille obtenues par le calcul et par l'expérience (Figure 63)

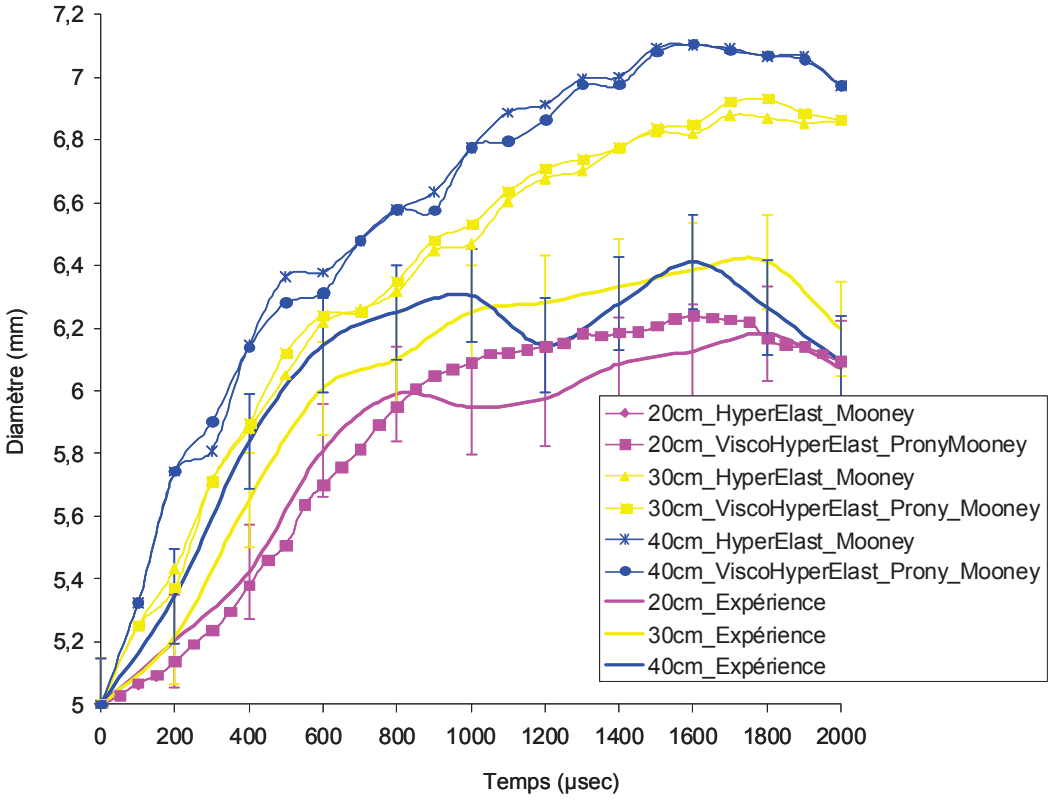


Figure 63 – *Superposition des évolutions temporelles numériques et expérimentales du diamètre d'une pastille de PBHT, pour chaque loi de comportement*

Pastille : diamètre 5 mm, épaisseur 3 mm. Essai : écrasement à la tour de chute (masse 2 kg, hauteurs 20 cm, 30 cm et 40 cm)

Toutes les courbes ont une allure comparable : une première partie linéaire suivie d'une courbe en « cloche », correspondant à la loi de mouvement de la masse tombante.

Pour des temps inférieurs à la milliseconde, les courbes suivent des chemins bien distincts de sorte que, plus la hauteur de chute est importante, plus la vitesse de déformation est élevée et plus le diamètre atteint est grand, pour un instant donné. Au-delà de la milliseconde, les conditions expérimentales sont telles que l'exploitation des données expérimentales est plus délicate, même si la tendance précédemment énoncée semble respectée. Car la décélération de la masse associée au glissement de la pastille et à l'effet « ventouse » du lubrifiant, le flou lié au masque du lubrifiant et à la sortie de la profondeur de champ limite du système optique sont autant de phénomènes qui parasitent l'exploitation des images.

En ce qui concerne la simulation, nous vérifions que la cinématique d'un essai à la tour de chute est bien reproduite d'un point de vue temporel, quelque soit la vitesse de chargement. En effet, sachant que le chargement expérimental en compression, avant la relaxation (décharge) correspondant à la remontée de la masse, est enregistré sur huit images, et que l'intervalle entre images est de 200 µsec, pour une cadence d'acquisition de 5000 image.s^{-1}, la durée de ce chargement est d'environ 1,6 msec. De fait, nous observons la remontée de la masse au bout d'environ 1,7 msec.

Pour un chargement donné, nous remarquons que les résultats numériques sont identiques quelque soit la loi choisie. Ceci s'explique par le fait que le chargement appliqué par la masse tombante est le même et que nous nous trouvons dans des domaines de réponses équivalents, pour les conditions expérimentales considérées. De plus, le domaine de temps imparti aux grandes vitesses de déformation étant très faible par rapport au temps total de l'essai, le matériau relaxe et, sur le temps total de l'essai, les effets sont quasiment statiques et non plus visqueux. Nous verrions sûrement une différence si la vitesse de chargement était beaucoup plus élevée ou si les dimensions de la pastille étaient supérieures.

Enfin, lorsque l'on compare la simulation à l'expérience, nous observons que les formes générales des courbes sont similaires, y compris à l'instant de la perte de linéarité. Néanmoins, nous remarquons une différence entre les réponses numérique et expérimentale de l'ordre de 10% (Tableau 9).

> Comparaison des évolutions temporelles de l'épaisseur de la pastille obtenues par le calcul et par l'expérience (Figure 64)

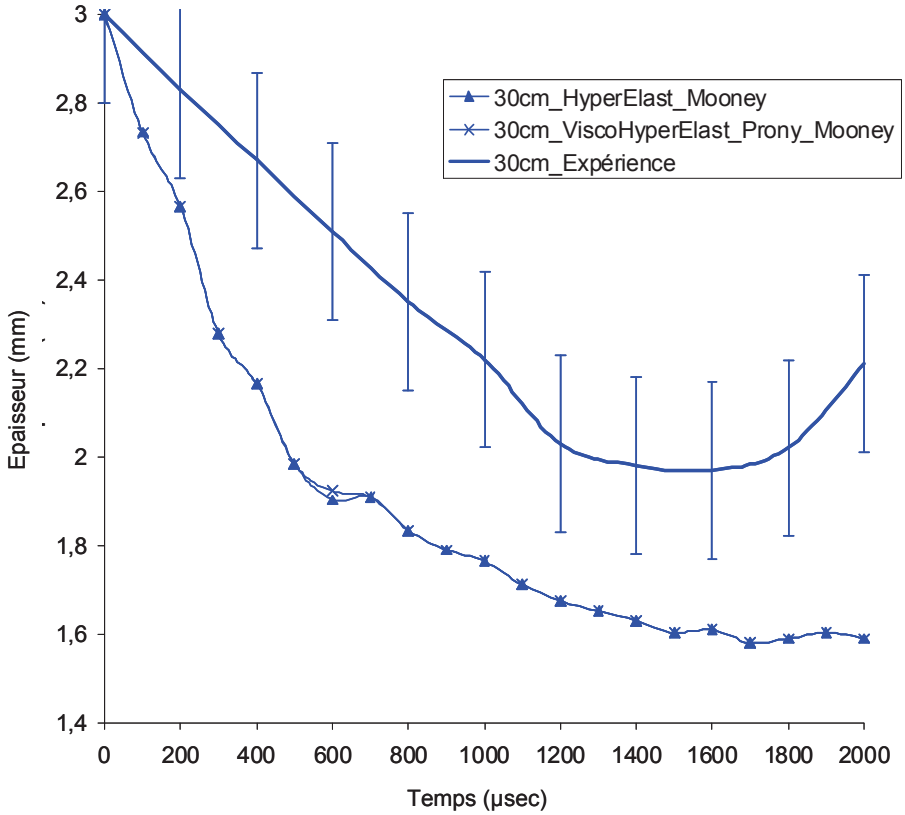


Figure 64 – *Superposition des évolutions temporelles numériques et expérimentales de l'épaisseur d'une pastille de PBHT, pour chaque loi de comportement*

Pastille : diamètre 5 mm, épaisseur 3 mm. Essai : écrasement à la tour de chute (masse 2 kg, hauteurs 30 cm)

Malgré la difficulté de suivre l'écrasement temporel de la pastille, à cause des mêmes phénomènes parasites (cités précédemment), entachés de problèmes de parallaxe, nous avons une bonne idée de la loi de mouvement de la masse tombante, uniquement pou l'essai à 30 cm. Nous pourrions ainsi, par double dérivation de la loi de mouvement de la masse tombante, remonter à une force puis à une contrainte nominale longitudinale sur la pastille ; dans les conditions expérimentales actuelles un tel dépouillement n'est pas envisageable.

En ce qui concerne l'expérience, nous observons bien un écrasement de la pastille jusqu'à la limite fixée par l'épaulement de l'étampe supérieure, avant la relaxation correspondant à la remontée de la masse.

De la même manière, pour un chargement donné, quelque soit la loi de comportement employée, les réponses numériques sont semblables.

Par contre, pour le calcul, nous observons que dès les premiers instants, la vitesse de déformation est plus importante que dans l'expérience. De plus, la déformation maximale atteinte est supérieure à 30 % la pastille étant sous cinématique d'écrasement imposé, elle se déforme plus par inertie du passage des ondes. A nouveau, les sources de difficultés énoncées précédemment peuvent s'appliquer (Tableau 9).

> Comparaison des champs de déformation radiale E_{RR}, angulaire $E_{\theta\theta}$ et en cisaillement $E_{R\theta}$ de la pastille obtenues par le calcul et par l'expérience (Figure 65 et **Figure 66**).

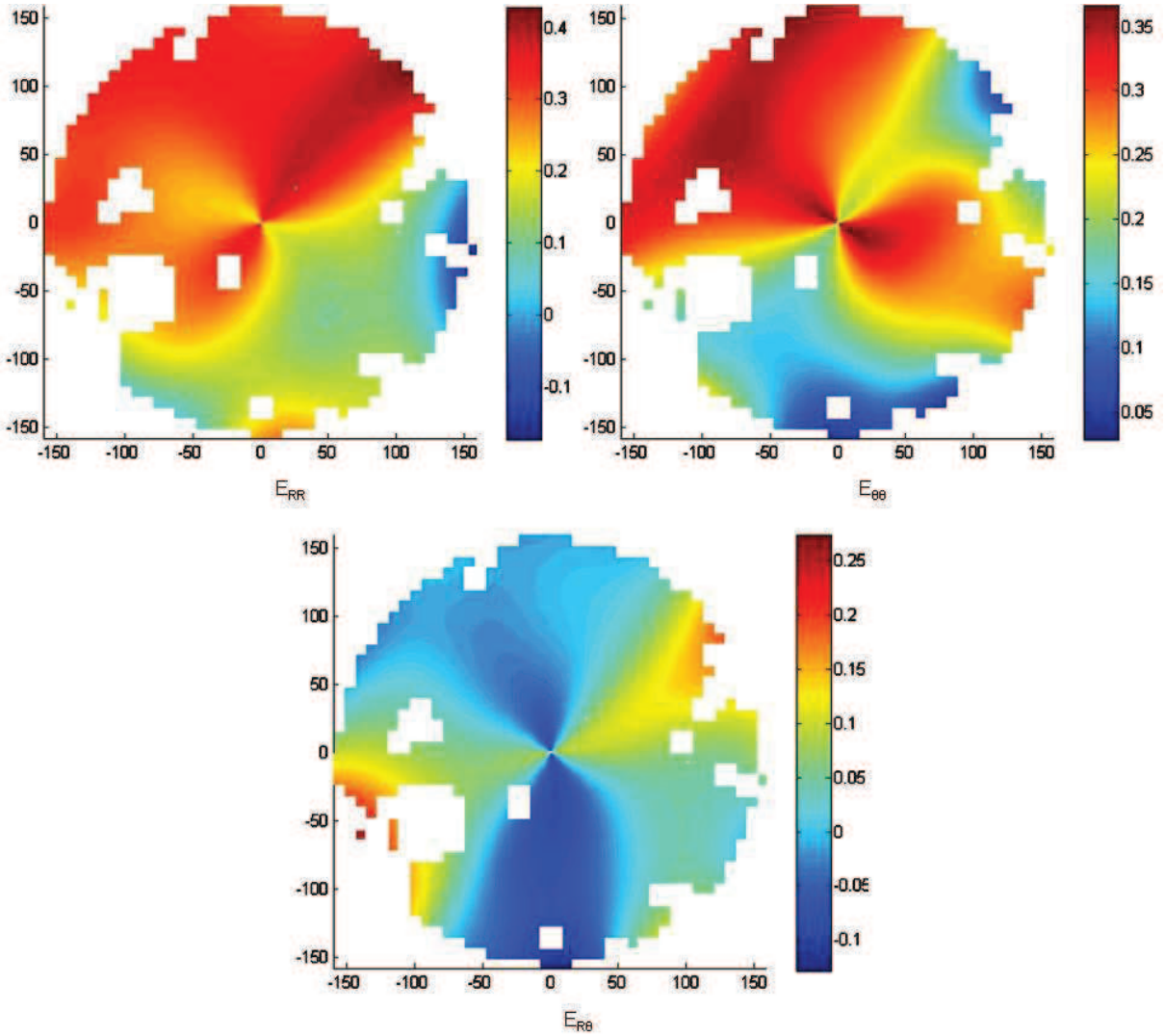


Figure 65 – *Champs de déformations E_{RR}, $E_{\theta\theta}$ et $E_{R\theta}$, d'une pastille de PBHT obtenus par corrélation d'images*

Pastille : diamètre 5 mm, épaisseur 3 mm. Essai : écrasement à la tour de chute (masse 2 kg, hauteur 30 cm), au temps t = 1 msec

La principale observation porte sur la dissymétrie du chargement, car les déformations ne sont pas homogènes sur la surface observée. Plusieurs phénomènes pourraient en être la cause : du fait de la cinématique du chargement expérimental complexe du point de vue des interactions entre les ondes générées dans le bâti de la tour de chute et la pastille, du fait des glissements entre la pastille et les surfaces de frottement ne sont pas parfaits, enfin du fait du mauvais alignement des éléments de la tour de chute au moment de l'impact et de l'écrasement.

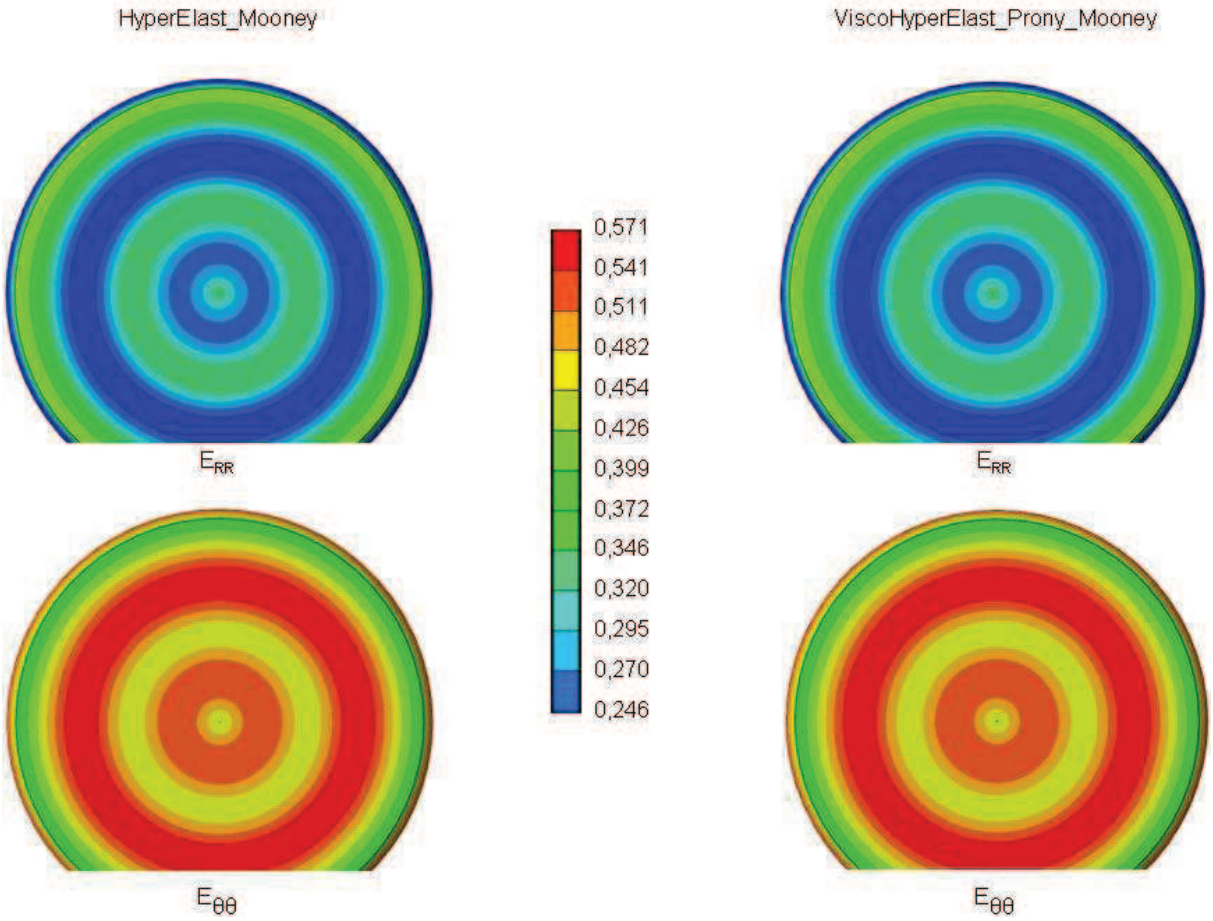


Figure 66 – *Représentation 2D des champs de déformation axisymétriques E_{RR} et $E_{\theta\theta}$ d'une pastille de PBHT, pour chaque loi de comportement*

Pastille : diamètre 5 mm, épaisseur 3 mm. Essai : écrasement à la tour de chute (masse 2 kg, hauteurs 30 cm). Temps t = 1 ms

Les résultats numériques sont bien axisymétriques avec avec un champ de déformation en cisaillement quasi-nul.

A nouveau, la similitude du chargement montre à nouveaux que les résultats de déformations obtenus pour chaque loi sont identiques. Nous observons également un écart de l'ordre de 10% entre les réponses numérique et expérimentale, même si les ordres de grandeurs sont bien respectés (Tableau 9).

III.4 Conclusion partielle

Après avoir identifié les paramètres visqueux (g_i , τ_i) sur un essai de DMTA en cisaillement et les paramètres hyper-élastique (C_{01}, C_{10} et D_1) sur un essai de compression simple, nous avons tenter de les valider sur deux essais de compression simples, pour des vitesses de chargement supérieure, en utilisant la loi visco-hyper-élastique choisie pour le PBHT (couplage Prony/Mooney-Rivlin). Néanmoins nous observons des différences assez importantes.

Nous soulevons donc ici un problème lié à l'identification des paramètres de la série de Prony. Les sollicitations en compression exercées sur les pions de PBHT se situent dans la zone des faibles fréquences (ou hautes températures ou basses pressions) de la courbe maîtresse obtenue à partir des essais de DMA en cisaillement, tandis que les calculs correspondant aux mêmes essais de compression simple sur pion de PBHT donnent une réponse se situant dans un domaine un peu plus élevé en fréquence. De plus, contrairement au domaine des hautes fréquences (basses températures ou hautes pressions), le décalage temporel réalisé dans le domaine des basses fréquences (hautes températures ou basses pressions), pour la construction de la courbe maîtresse, est délicat et peut être quelque peu erroné. Aussi, pour cette gamme de sollicitation, diminuer les modules de cisaillement reviendrait à augmenter les temps de relaxation.

Par ailleurs, lorsque l'on observe de plus près l'essai de DMA en cisaillement, et plus particulièrement le montage du système {Mors, Echantillon}, nous remarquons que le pion est collé. Il se pourrait donc que le spectre de cisaillement mesuré au cours de l'essai en soit perturbé car le matériau est plus rigide et moins visqueux.

Par ailleurs, le couplage des comportements visqueux et hyper-élastique dans le formalisme d'ABAQUS, choisi pour modéliser le PBHT ne semble pas adapté à notre matériau. Il serait peut-être plus approprié d'utiliser un autre modèle global ou d'en développer un entièrement.

Enfin les sources potentielles de différences observées entre les essais à la tour de chute et les simulations correspondantes, hormis les éléments cités précédemment, sont recensées dans le tableau suivant (Tableau 9).

Sources	Expériences	Calculs
La cinématique de chargement du point de vue des interactions entre les ondes générées dans le bâti de la tour de chute et la pastille	Prise en compte	Non prise en compte
Les conditions de symétrie du chargement	Désaxement et dissymétrie (montage et conditions expérimentales)	Axisymétrie parfaite (définition géométrique du chargement)
Les glissements entre la pastille et les surfaces de frottement	Imparfaits (malgré la lubrification)	Parfaits (frottement nul)
L'alignement des éléments de la tour de chute au moment de l'impact et de l'écrasement de la masse	Imparfait (montage et conditions expérimentales)	Parfait (définition géométrique)
La loi de mouvement de la masse tombante	Imparfaite (perturbée par les frottements sur le bâti de la tour de chute et perte d'énergie due au mauvais alignement des éléments)	Parfaite

Tableau 9 – *Sources potentielles de différences entre expérience et simulation*

Chapitre IV

CARACTERISATION DE L'ENDOMMAGEMENT DANS LE COMPOSITE

Dans ce chapitre, il s'agit d'observer et de comparer la microstructure ante- (matériau sain) et post-expérimentale (matériau chargé) du matériau composite considéré.

Ainsi nous pourrons caractériser et associer les phénomènes d'endommagement dynamique générés au sein du matériau composite soumis à l'impact de faible intensité d'une masse tombant en chute libre, sous différentes configurations expérimentales. Nous présentons dans le Tableau 10 un récapitulatif des essais menés.

Essais	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Diamètre (mm)	10	10	10	10	10	10	5	5	5	5	5	5
Hauteur de chute (cm)	20	30	40	20	30	40	20	30	40	20	30	40
Déformation imposé (%)	0	0	0	30	30	30	0	0	0	30	30	30

Tableau 10 – *Tableau récapitulatif des essais réalisés sur le composite inerte lubrifié, avec une masse tombante équivalente pour chaque essai de 2 kg*

Nous avons donc fait varier trois paramètres dans les essais, à savoir le confinement via le diamètre initial de la pastille (5 mm et 10 mm) placée dans une bague de guidage de 10 mm de diamètre intérieur, la hauteur de chute (20 cm, 30 cm et 40 cm) et la déformation maximale imposée (0% et 30%). La hauteur nominale de chacune des pastilles est toujours de 3 mm. Nous allons observer les effets de ces paramètres sur l'endommagement du matériau.

Il est à noté que les acquisitions microtomographiques post-essai sont réalisées sur un matériau qui a eu le temps de relaxer après avoir été chargé. Les observations faites portent donc sur un matériau au repos, pour lequel nous ne pouvons pas accéder à « l'histoire » des phénomènes d'endommagement générés au cours d'un essai.

IV.1Le matériau composite sain

Pour rappel, le composite étudié ici est un matériau inerte équivalent morphologiquement et mécaniquement a priori à une butalite « simplifiée », dans laquelle les grains de perchlorate d'ammonium ont été remplacés par des grains

inertes d'hexafluorure d'ammonium ayant un comportement mécanique réputé similaire (Figure 67 à Figure 69).

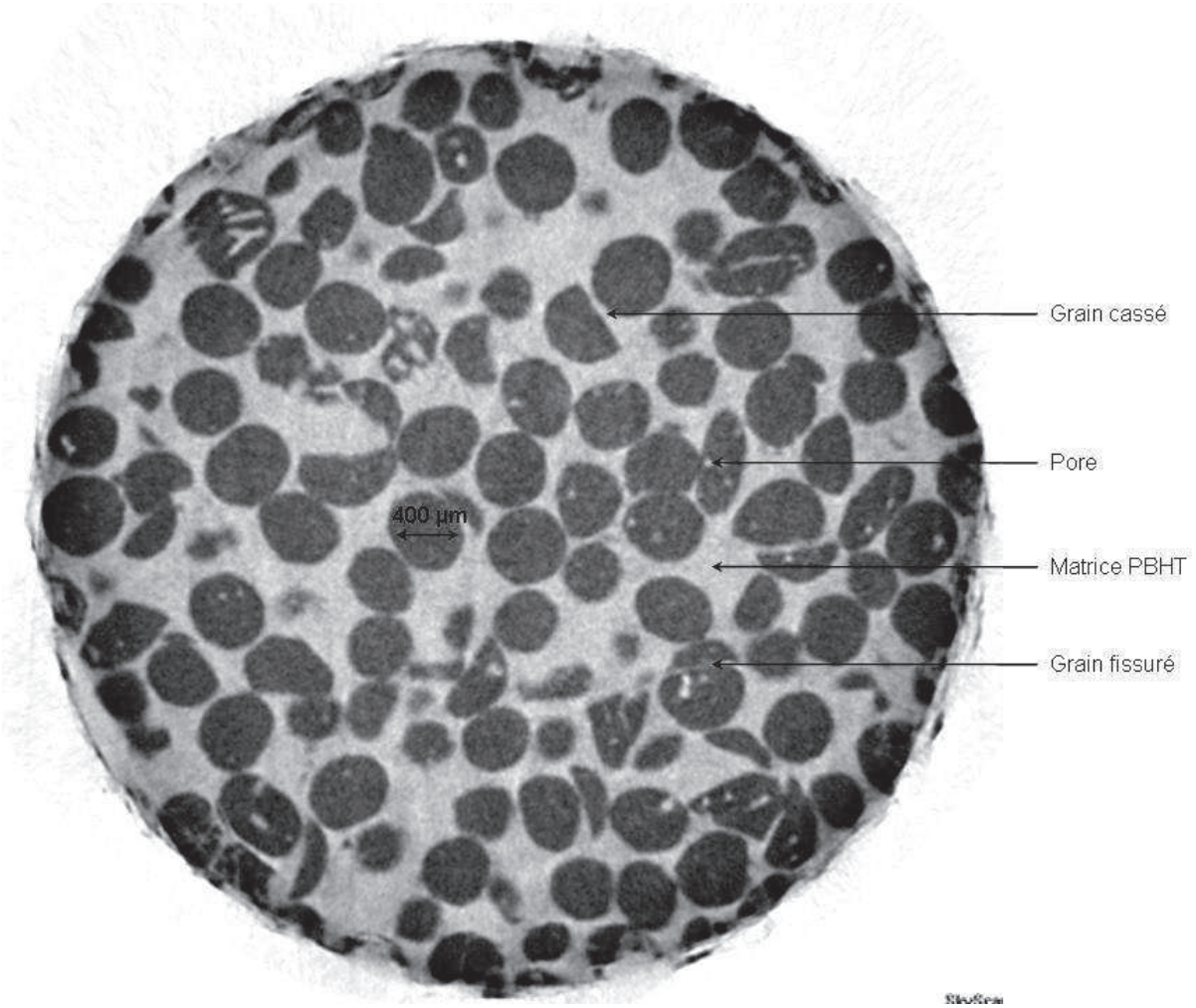


Figure 67 – *Coupe transversale d'une pastille de butalite de diamètre 5 mm, avant essai à la tour de chute (matériau sain)*
Obtenue par microtomographie X

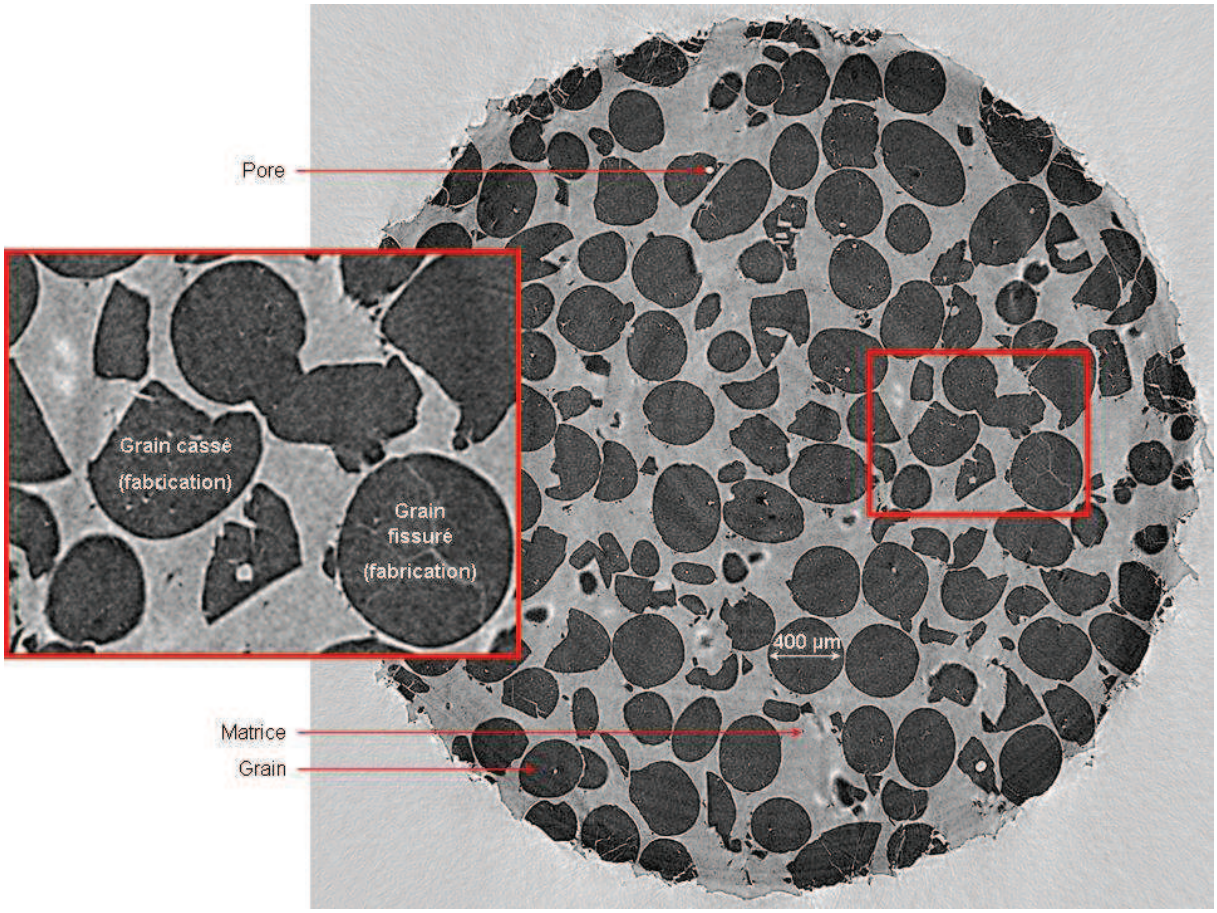


Figure 68 – *Coupe transversale d'une pastille de composite inerte de diamètre 5 mm, avant essai à la tour de chute (matériau sain)*

Obtenue par microtomographie X

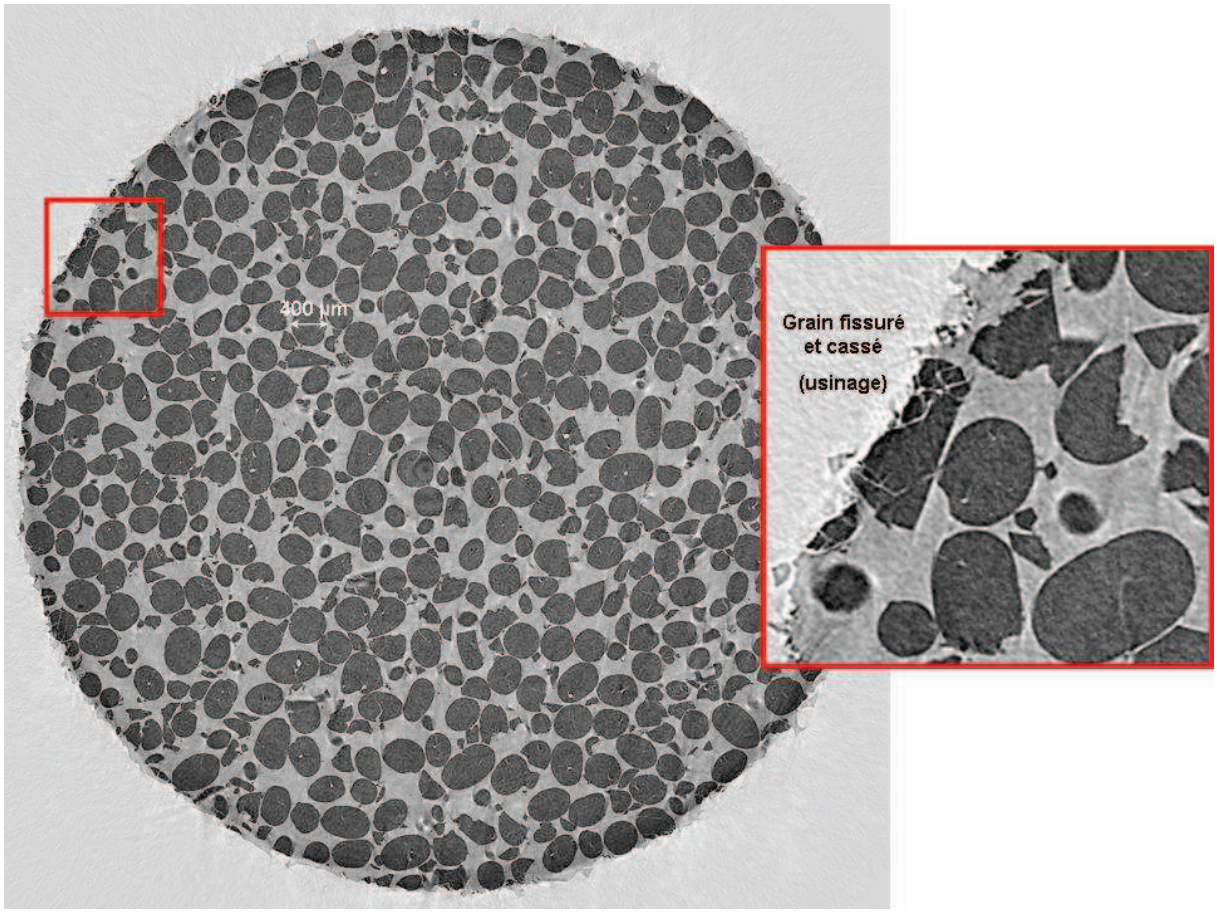


Figure 69 – *Coupe transversale d'une pastille de composite inerte de diamètre 10 mm, avant essai à la tour de chute (matériau sain)*
Obtenue par microtomographie X

Le caractère « simplifié » de ce matériau réside dans sa microstructure. Il est composé de grains quasi sphériques, de 400 µm de diamètre, intégrés dans une matrice de PBHT. Les quelques défauts que l'on voit apparaître (quelques fissures intra-granulaires, grains cassés et non sphériques, pores) sont essentiellement dus au principe de fabrication du matériau par malaxage et coulée et/ou à l'usinage de la pastille (bord). Ainsi, les pastilles de diamètre 5 mm montrent proportionnellement plus de grains endommagés à l'état initial, que celles de diamètre 10 mm.

IV.2Analyse des essais non confinés

IV.2.1 Ecrasement 0%

Dans ce cas, seule une onde de compression, sans écrasement, correspondant à l'impact de la masse tombante sur l'étampe supérieure, est transmise à la pastille.

Nous n'observons ainsi principalement que l'effet du passage d'au moins un front d'onde dans le composite. Il est clair que le chargement local résultant est beaucoup plus complexe (ondes de détentes, réflexions, hétérogénéité du matériau) (Figure 70).

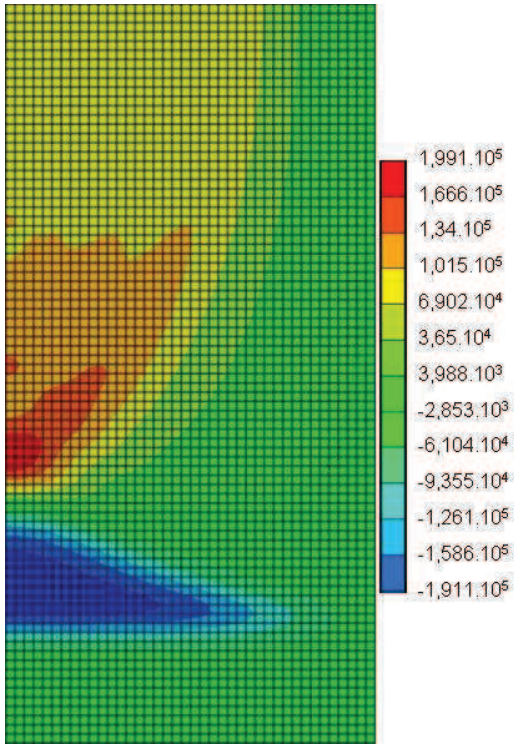
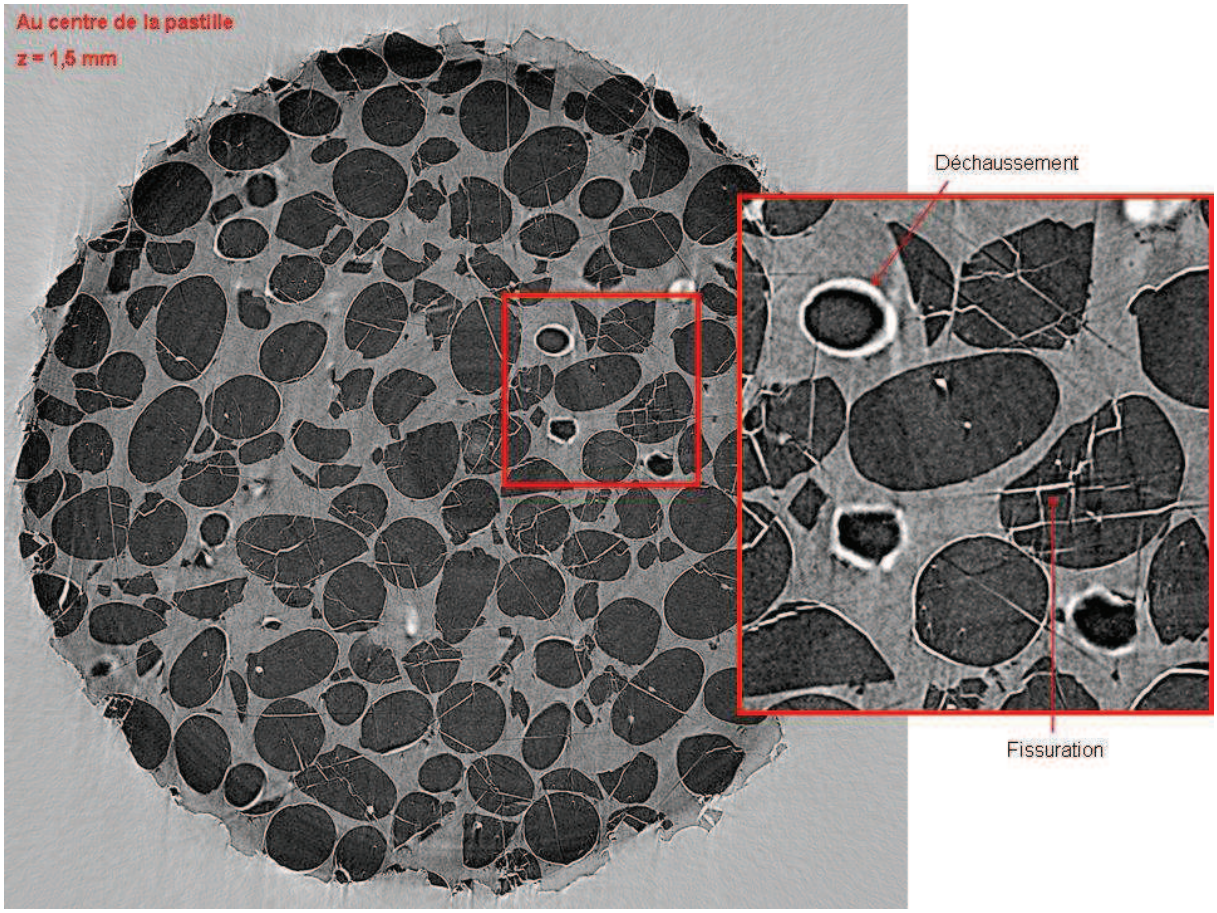


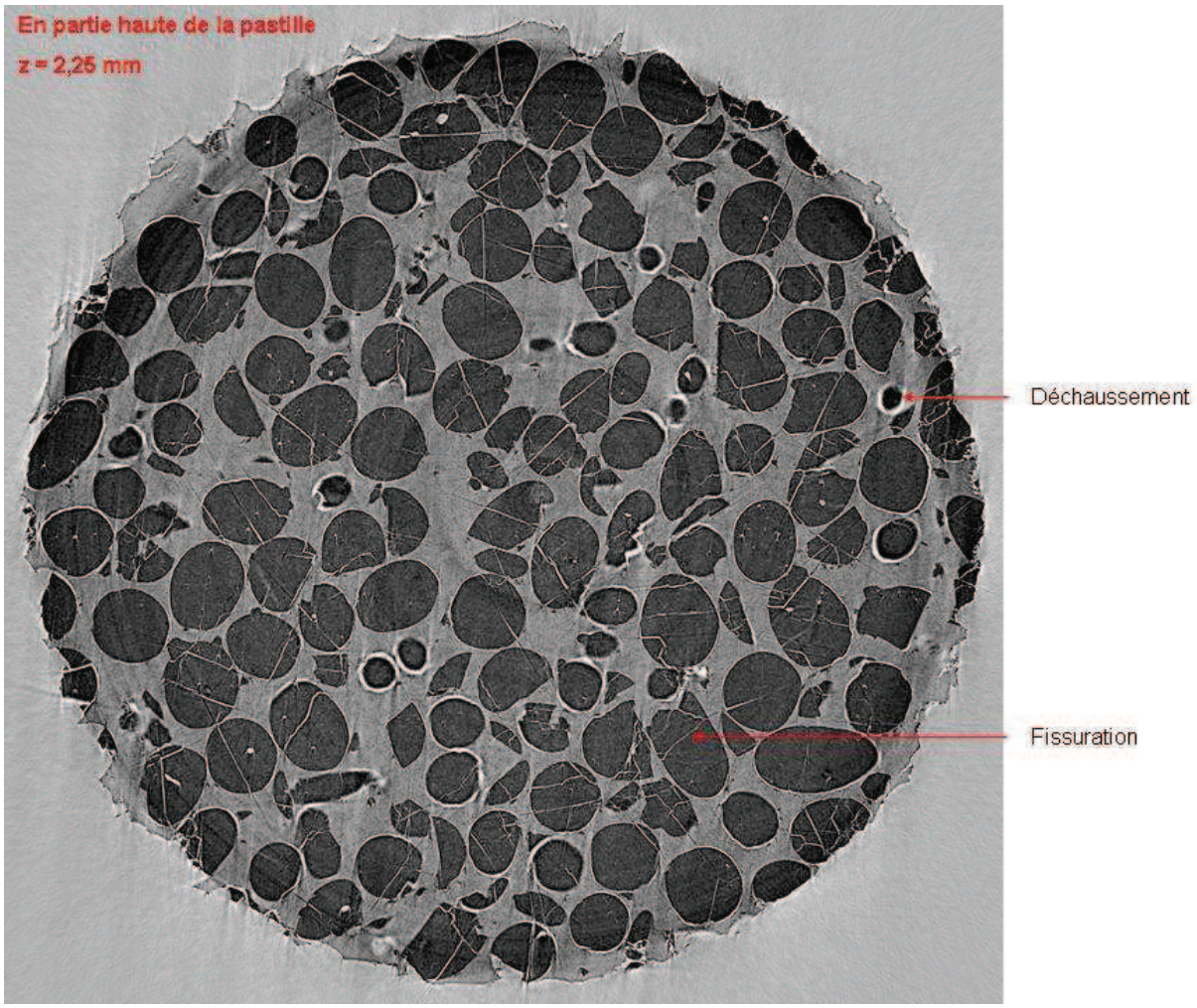
Figure 70 – *Niveaux de contraintes atteints au temps t = 4 µsec, au sein d'une pastille de PBHT*

Pastille : diamètre 5 mm, épaisseur 3 mm. Essai : impact à la tour de chute (masse 2 kg, hauteur 20 cm), obtenus par un calcul éléments finis avec le logiciel ABAQUS : mise en évidence des ondes de compression et de détente

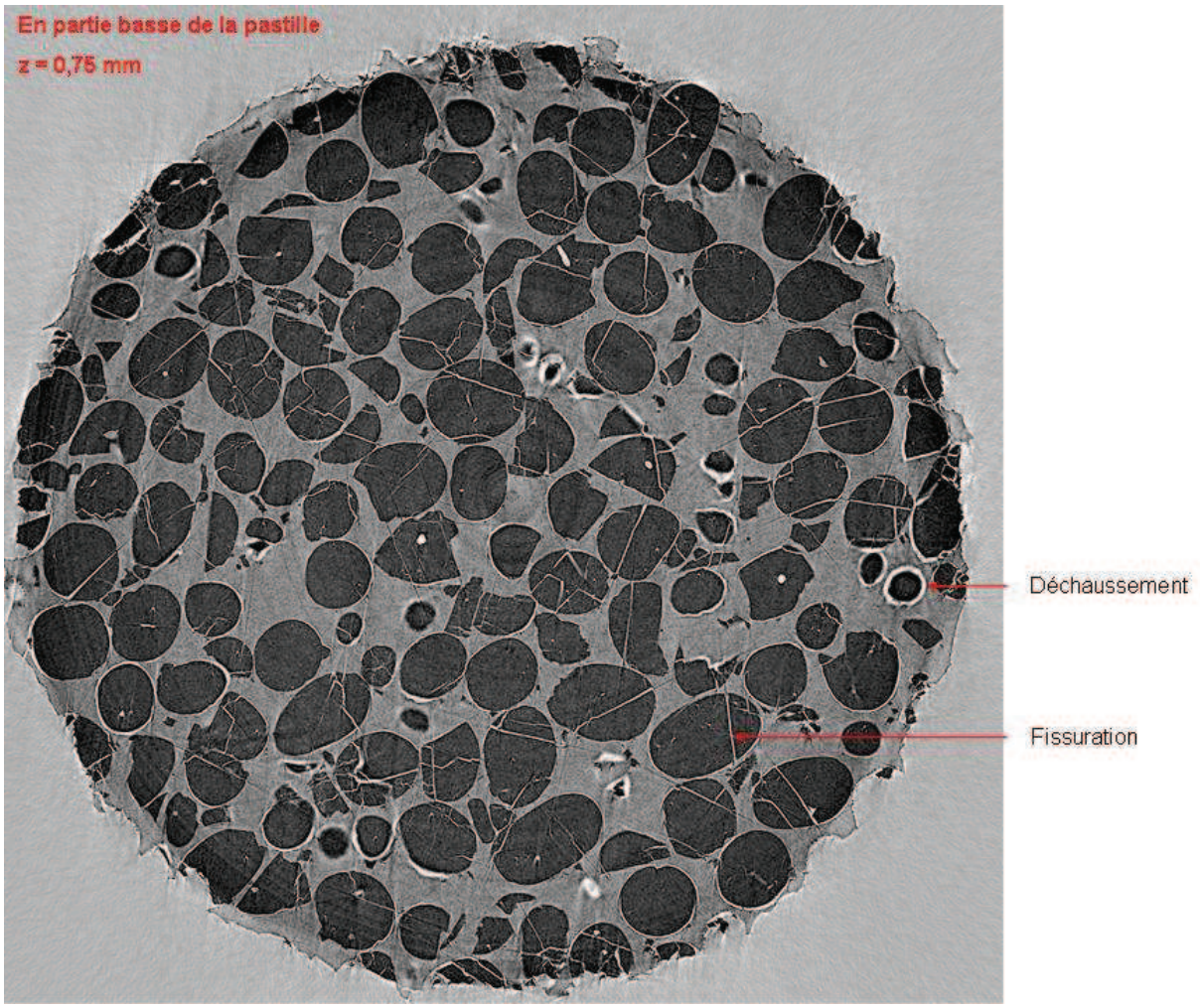
Analysons les images obtenues pour les différentes hauteurs de chute de la masse tombante (Figure 71 à Figure 73).



(a)


En partie haute de la pastille
z = 2,25 mm
Déchaussement
Fissuration

(b)



(c)

Figure 71 – *Coupes transversales d'une pastille de composite ayant subie un impact sans écrasement à la tour de chute*

Pastille : diamètre 5 mm, épaisseur 3 mm. Essai : masse 2 kg, hauteur 20 cm, obtenue par microtomographie X, pour différentes altitudes de coupe dans l'épaisseur de la pastille (z = 1,5 mm (a), 2,25 mm (b) et 0,75 mm (c))

Quelle que soit l'altitude de la coupe (Figure 71, z = 1,5 mm (a), 2,25 mm (b) et 0,75 mm (c)) dans l'épaisseur de la pastille, nous observons les mêmes phénomènes d'endommagement, à savoir du déchaussement de grain (zones blanches autour des grains) et de la fissuration intra-granulaire beaucoup plus marquée que dans l'échantillon sain. De plus, les niveaux d'endommagement observés pour ces deux phénomènes sont similaires quelle que soit l'altitude de la coupe considérée. Sur une coupe donnée, nous pouvons faire les mêmes observations : tous les grains sont déchaussés, alors que tous ne sont pas fissurés. On n'observe pas de zone préférentielle d'endommagement dans une coupe. Ces

observations semblent montrer que la pastille est chargée de façon homogène. Par conséquent le chargement est sensiblement axisymétrique et l'endommagement homogène. Dans la suite de ce chapitre, nous ne présenterons qu'une seule coupe à une altitude médiane de l'épaisseur de la pastille car ces observations sont toujours vérifiées.

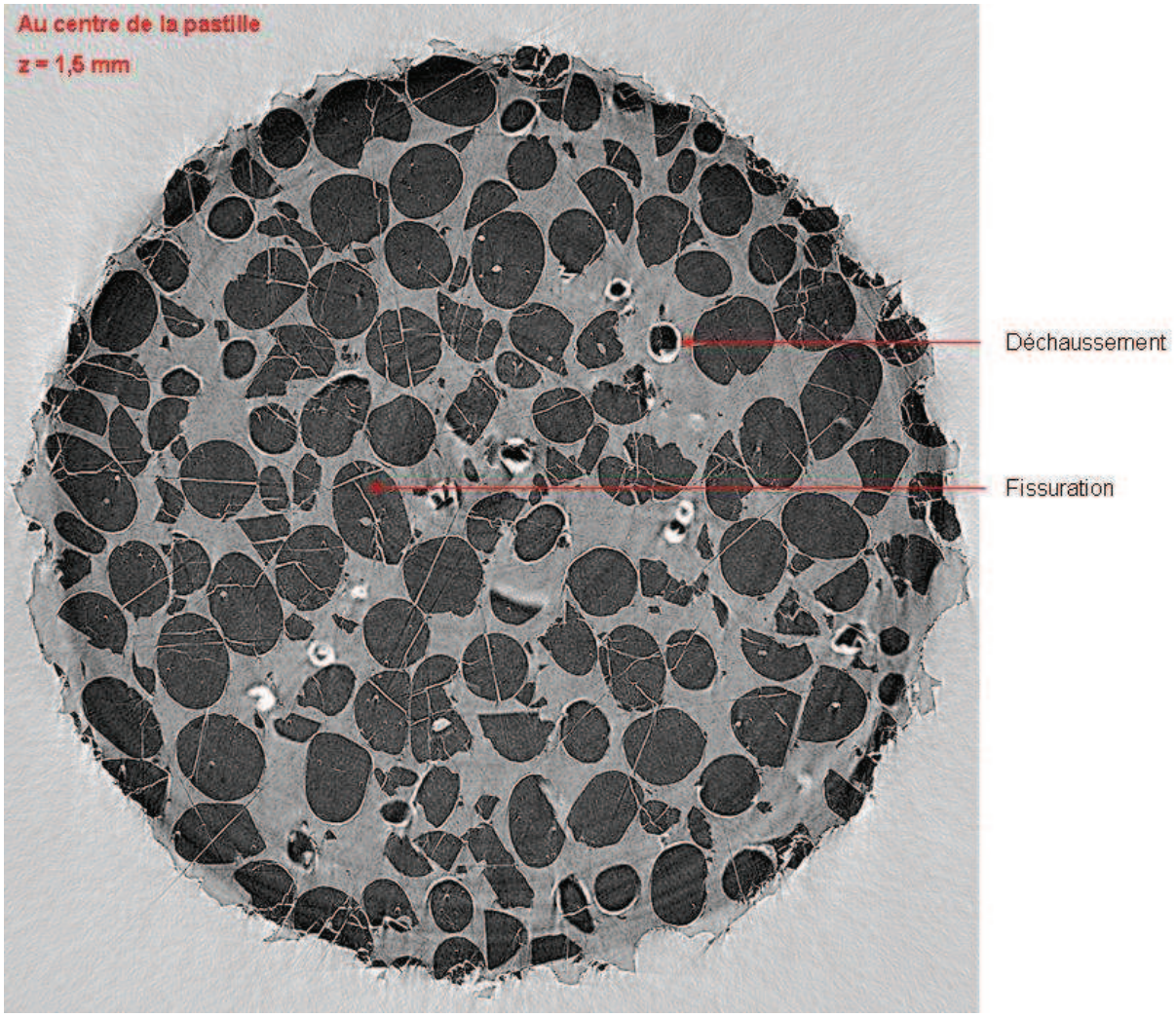


Figure 72 – *Coupe transversale d'une pastille de composite ayant subie un impact sans écrasement à la tour de chute de diamètre 5 mm*

Pastille : diamètre 5 mm, épaisseur 3 mm. Essai : masse 2 kg, hauteur 30 cm, obtenue par microtomographie X

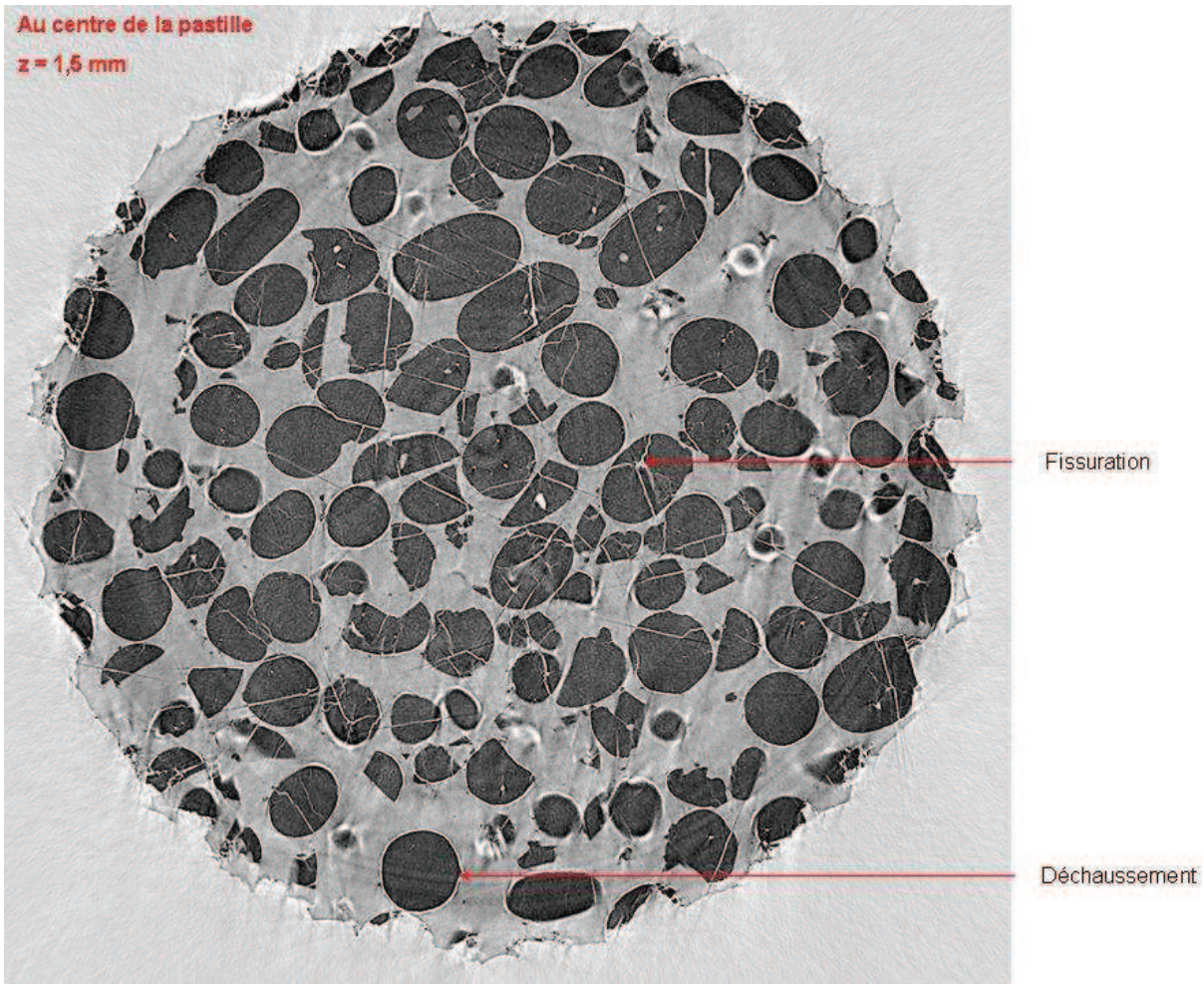


Figure 73 – *Coupe transversale d'une pastille de composite ayant subie un impact sans écrasement à la tour de chute*

Pastille : diamètre 5 mm, épaisseur 3 mm. Essai : masse 2 kg, hauteur 40 cm, obtenue par microtomographie X

A nouveau, quelle que soit la hauteur de chute de la masse tombante, ou sa vitesse à l'impact, nous observons les mêmes phénomènes d'endommagement avec les mêmes niveaux (Figure 71 à Figure 73) : il semble que dès la première hauteur de chute (20 cm) et pour ce type de chargement, l'endommagement dans le composite atteint un niveau tel que l'énergie supplémentaire apportée par une hauteur de chute plus élevée ne permet pas d'en créer plus.

Nous remarquons également qu'il n'y a pas de variation dimensionnelle résiduelle de la pastille après essai. Cela implique que le volume de la pastille est inchangé. Or il y apparition de vide visible (Figure 71 à Figure 73) puisque les grains fissurent et déchaussent. Il est envisageable que le matériau sain comporte des pré-contraintes

résiduelles dues à sa fabrication (polymérisation du polymère en milieu granulaire hétérogène, malaxage, …) ou à son usinage qui sont partiellement libérées lors de la rupture de l'interface grain/matrice. Par ailleurs, cela révèle la nécessité de caractériser finement les propriétés des interfaces grains/matrice. Il faudra aussi vérifier que ces propriétés sont identiques dans le cas de la butalite. De plus, le suivi des fissures à différentes altitudes de coupe montrent qu'elles sont très majoritairement parallèles à l'axe de chargement (Figure 74). Cela traduirait le fait que le grain rompt de façon fragile suite à la tension radiale induite par l'effet Poisson. Il sera alors important par la suite de caractériser ce comportement à la rupture des grains au moins inerte.

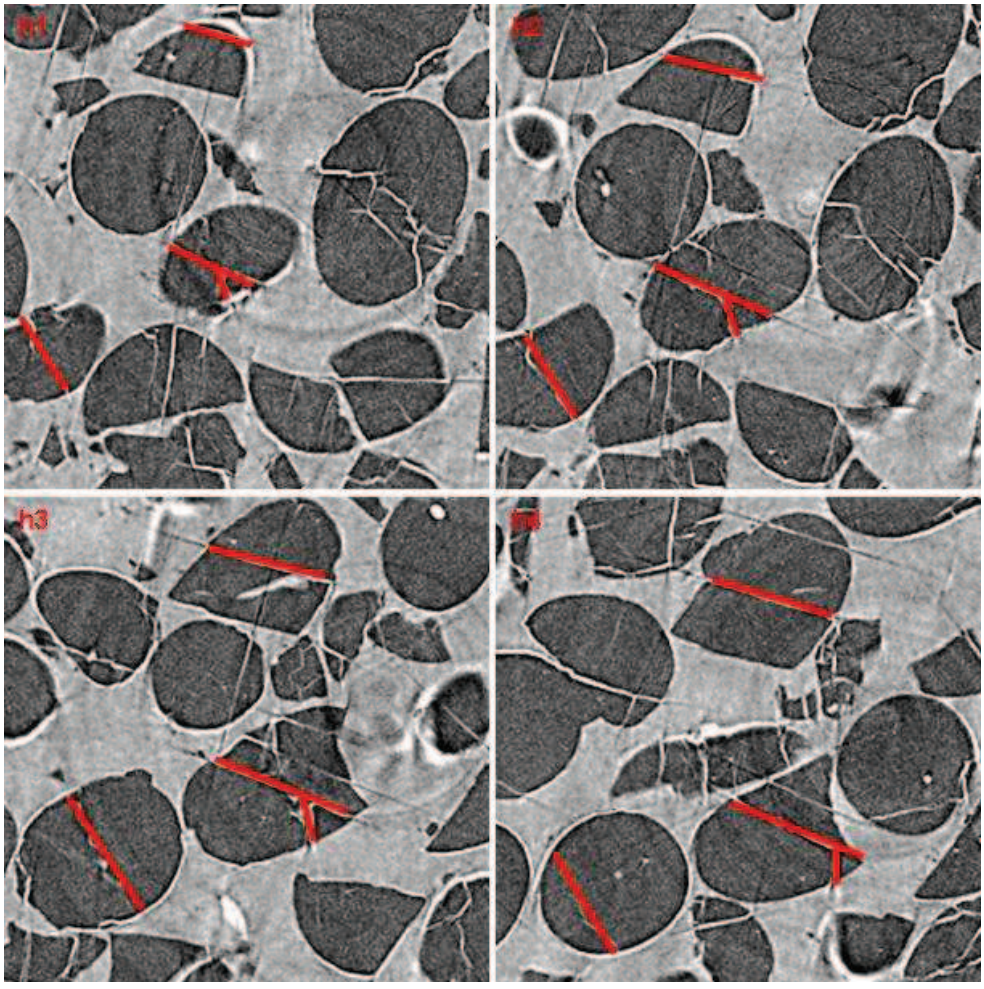


Figure 74 – *Mise en évidence de l'orientation préférentielle des fissures dans les grains, selon l'axe de chargement*

Pastille de composite (diamètre 5 mm, épaisseur 3 mm), ayant subie un impact sans écrasement à la tour de chute (masse 2 kg, hauteur 40 cm), obtenue par microtomographie X

Enfin, l'endommagement créé n'étant pas décelable par une observation macrosopique de la pastille, il est donc important de pouvoir réaliser des observations à l'échelle microscopique ou de mettre en œuvre des modèles permettant de simuler l'apparition de cet endommagement.

Ces observations valident le choix de l'essai, sa mise en œuvre et le besoin d'une modélisation efficace.

IV.2.2 Ecrasement 30 %

Dans ce cas, en plus du passage d'onde décrit précédemment, nous autorisons l'écrasement de la pastille jusqu'à environ 30 %, par déformation imposée, grâce à l'épaulement usiné sur l'étampe supérieure (**Figure 40**).

Comparons les images obtenues pour les différentes hauteurs de chute de la masse tombante (Figure 75 à Figure 78).

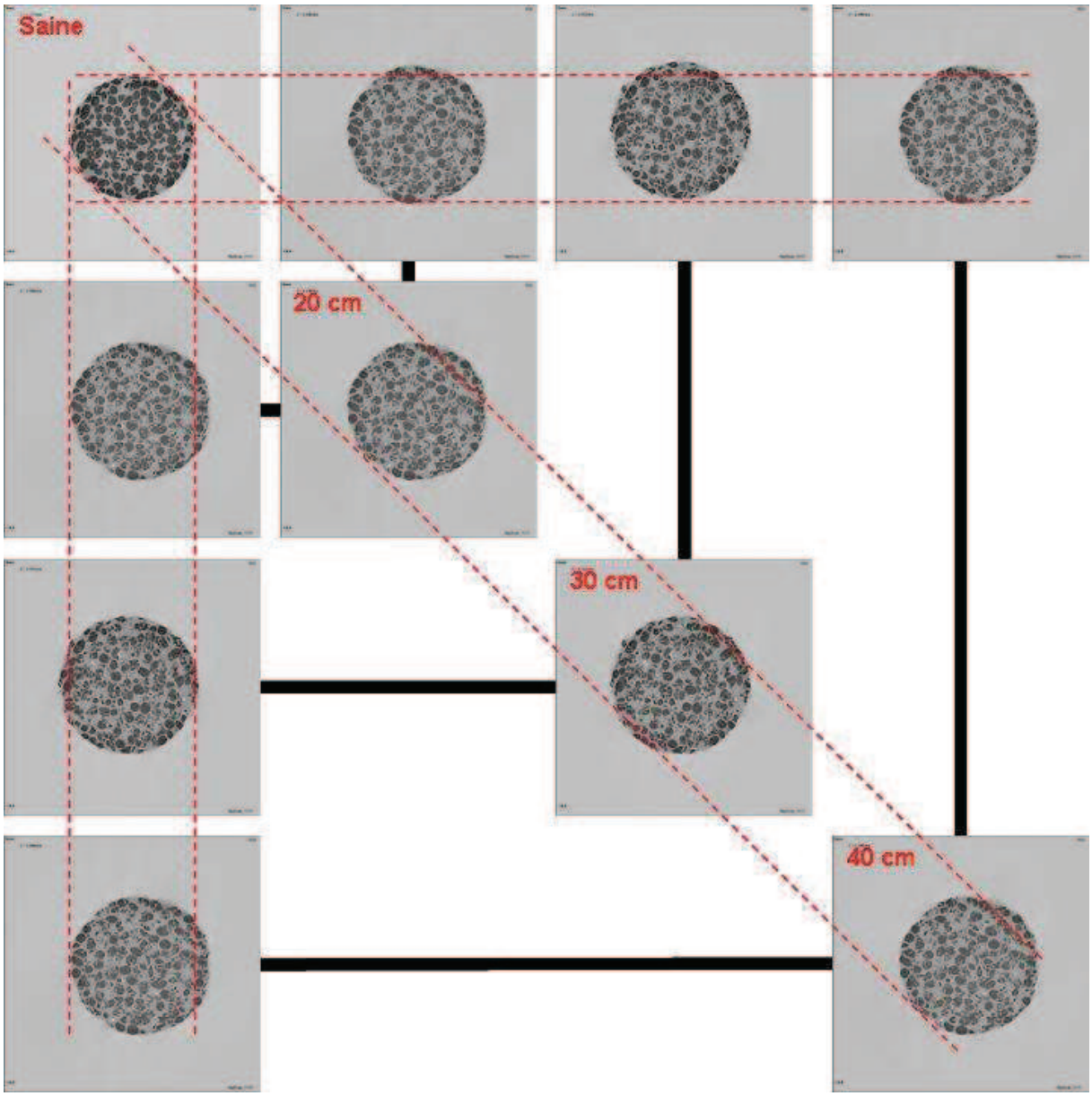


Figure 75 – *Comparaison dimensionnelle, dans trois directions, des déformées résiduelles d'une pastille de composite ayant subie un impact avec écrasement à la tour de chute*

Pastille de composite (diamètre 5 mm, épaisseur 3 mm), ayant subie un impact sans écrasement à la tour de chute (masse 2 kg, hauteurs 20, 30 et 40 cm), obtenue par microtomographie X

Quelle que soit la hauteur de chute de la masse tombante (ou vitesse à l'impact), nous remarquons qu'après écrasement, la pastille possède toujours une déformation résiduelle radiale de l'ordre de +10 % et en épaisseur de l'ordre de -15 %. Nous vérifions bien que le volume reste inchangé. Cela signifie que les vitesses à l'impact étant très proches, elles n'ont que très peu d'influence. De plus, il est fort probable

que le choc ne soit pas amorti par la pastille qui a des dimensions faibles (donc une raideur faible), mais par l'épaulement de l'étampe supérieure et par le châssis support : nous nous trouvons donc dans un cas de chargement à cinématique imposée (III.3.3). Notons que le volume de la pastille est quasiment inchangé (augmente d'environ 3%).

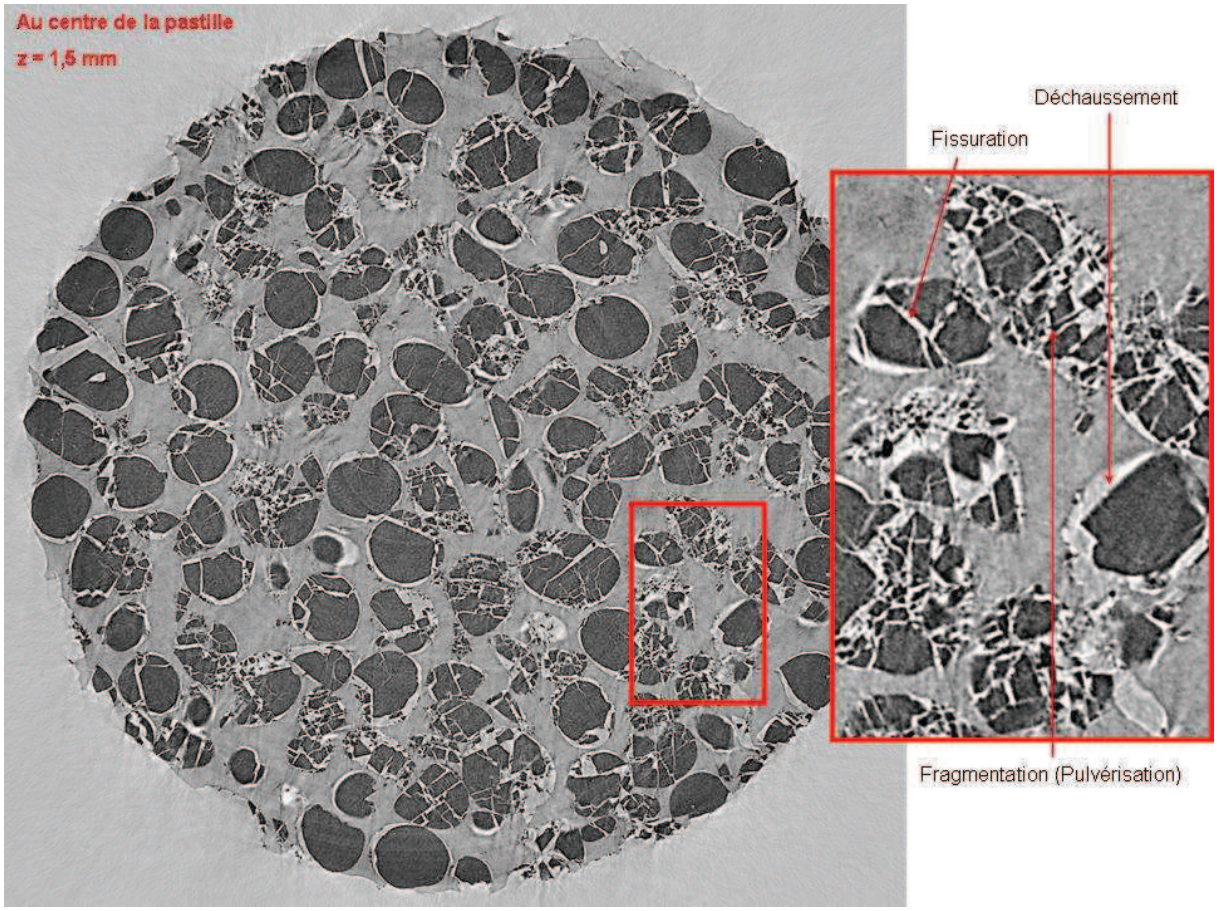


Figure 76 – *Coupe transversale d'une pastille de composite ayant subie un impact avec écrasement de 30 % à la tour de chute*

Pastille de composite (diamètre 5 mm, épaisseur 3 mm), ayant subie un impact sans écrasement à la tour de chute (masse 2 kg, hauteur 20 cm), obtenue par microtomographie X

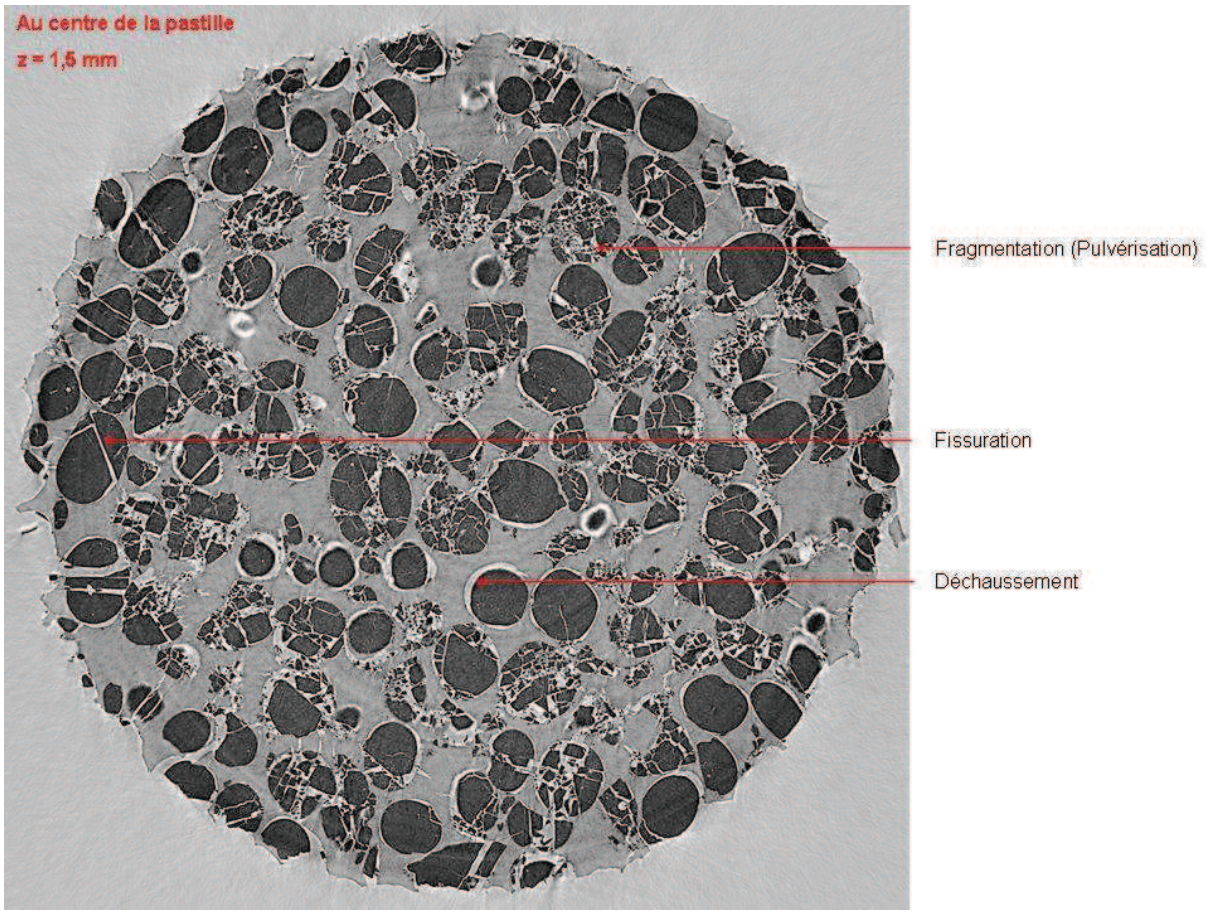


Figure 77 – *Coupe transversale d'une pastille de composite ayant subie un impact avec écrasement de 30% à la tour de chute*

Pastille de composite (diamètre 5 mm, épaisseur 3 mm), ayant subie un impact sans écrasement à la tour de chute (masse 2 kg, hauteur 30 cm), obtenue par microtomographie X

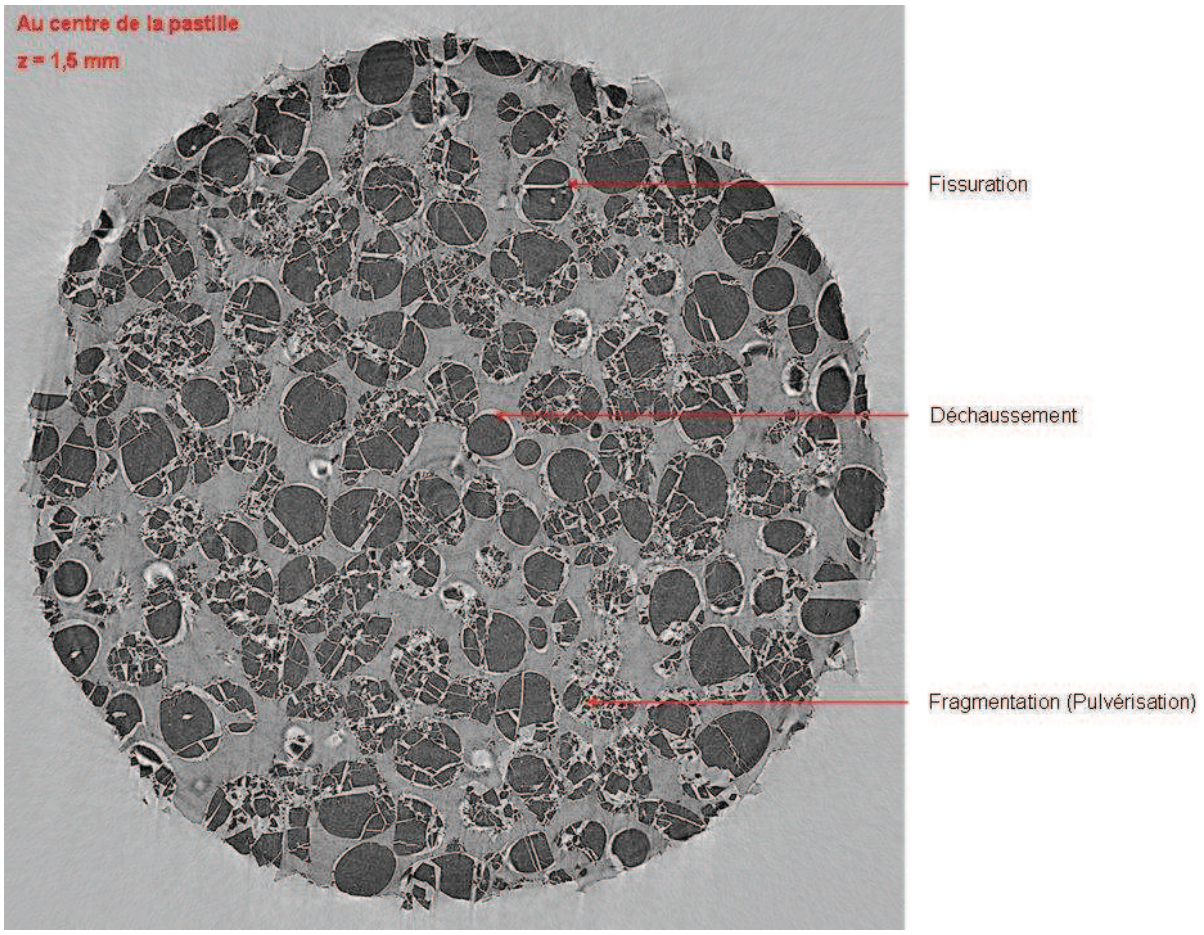


Figure 78 – *Coupe transversale d'une pastille de composite ayant subie un impact avec écrasement de 30% à la tour de chute*

Pastille de composite (diamètre 5 mm, épaisseur 3 mm), ayant subie un impact sans écrasement à la tour de chute (masse 2 kg, hauteur 40 cm), obtenue par microtomographie X

Nous observons qu'en plus du déchaussement de grains et de la fissuration intra-granulaire, un autre type d'endommagement apparaît : la fragmentation (ou multi-fissuration) de grains (Figure 76 à Figure 78). La cinétique d'endommagement serait donc :

- déchaussement et fissuration des grains suite au passage de l'onde ;
- multi-fissuration ou fragmentation des grains suite à l'écrasement imposé.

On remarque que la fragmentation des grains augmente légèrement avec la hauteur de chute, tandis que la fissuration et le déchaussement semblent similaires. Ceci est dû soit à la vitesse de sollicitation qui est plus élevée, soit à la cinématique de

déformation imposée qui est un peu plus importante du fait de la déformation des pièces du montage.

Il serait donc intéressant d'observer la commutativité de ces deux étapes dans le chargement de la pastille et surtout de reproduire un écrasement dynamique sans la phase de choc pour analyser son influence sur la microstructure du composite et l'endommagement généré. De plus, il serait intéressant de compléter le plan d'expériences en faisant varier les dimensions de la pastille, la hauteur de l'épaulement (pour imposer d'autres déformations maximales) et la vitesse d'impact pour faire varier la vitesse de déformation.

IV.3Analyse des essais confinés

Le confinement vient du fait que la pastille de diamètre de 10 mm est placée dans une enceinte de 10 mm. Elle ne peut donc pas se déformer radialement de façon libre au cours de l'écrasement. En ce qui concerne l'écrasement (0 % ou 30 %) et la hauteur de chute de la masse tombante (20 cm, 30 cm ou 40 cm), nous nous trouvons dans les mêmes conditions que pour les essais confinés.

IV.3.1 Ecrasement 0 %

Comparons les images obtenues pour les différentes hauteurs de chute de la masse tombante (Figure 79 à 15).

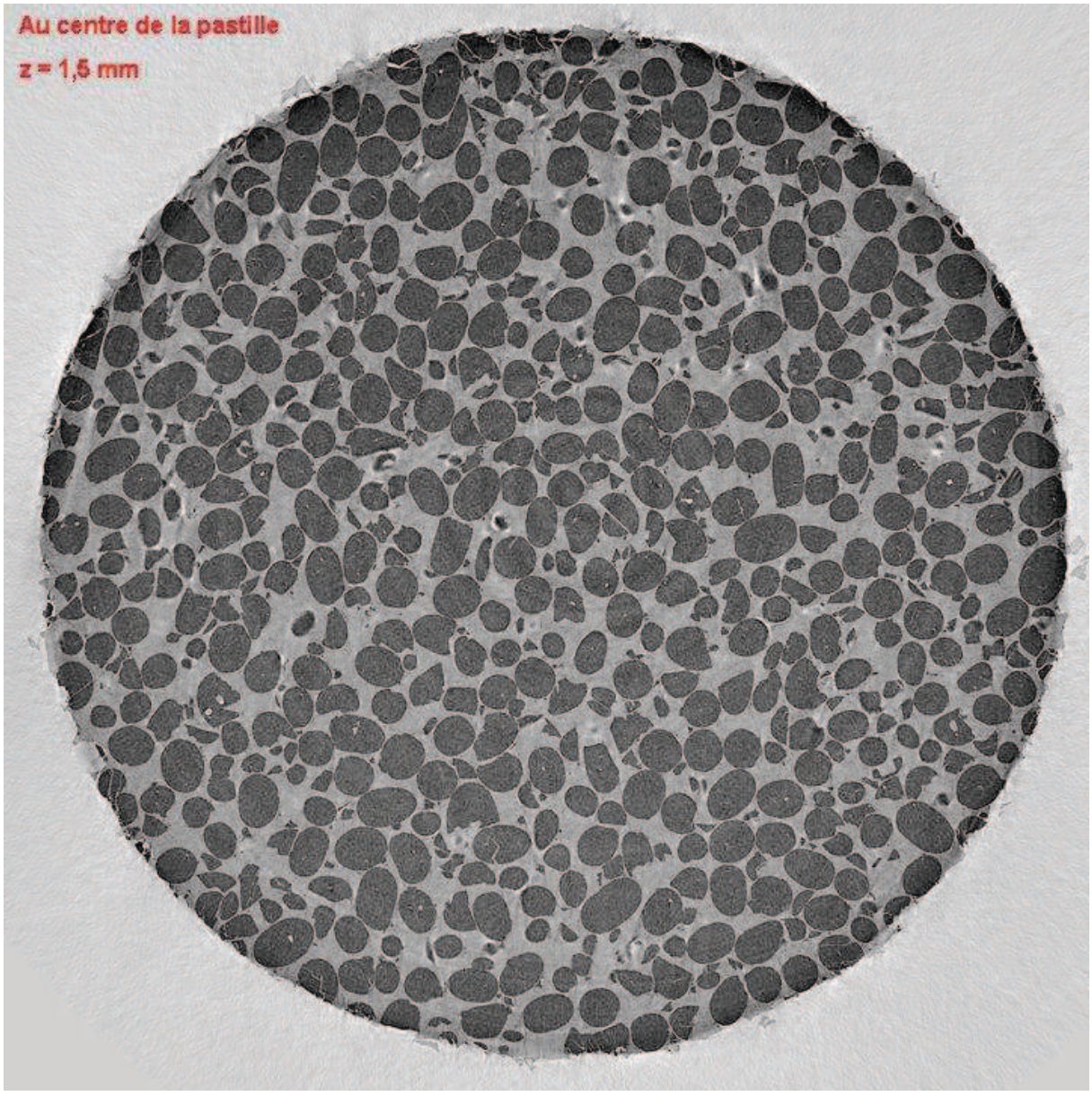


Figure 79 – *Coupe transversale d'une pastille de composite ayant subie un impact sans écrasement à la tour de chute*

Pastille de composite (diamètre 10 mm, épaisseur 3 mm), ayant subie un impact sans écrasement à la tour de chute (masse 2 kg, hauteur 20 cm), obtenue par microtomographie X

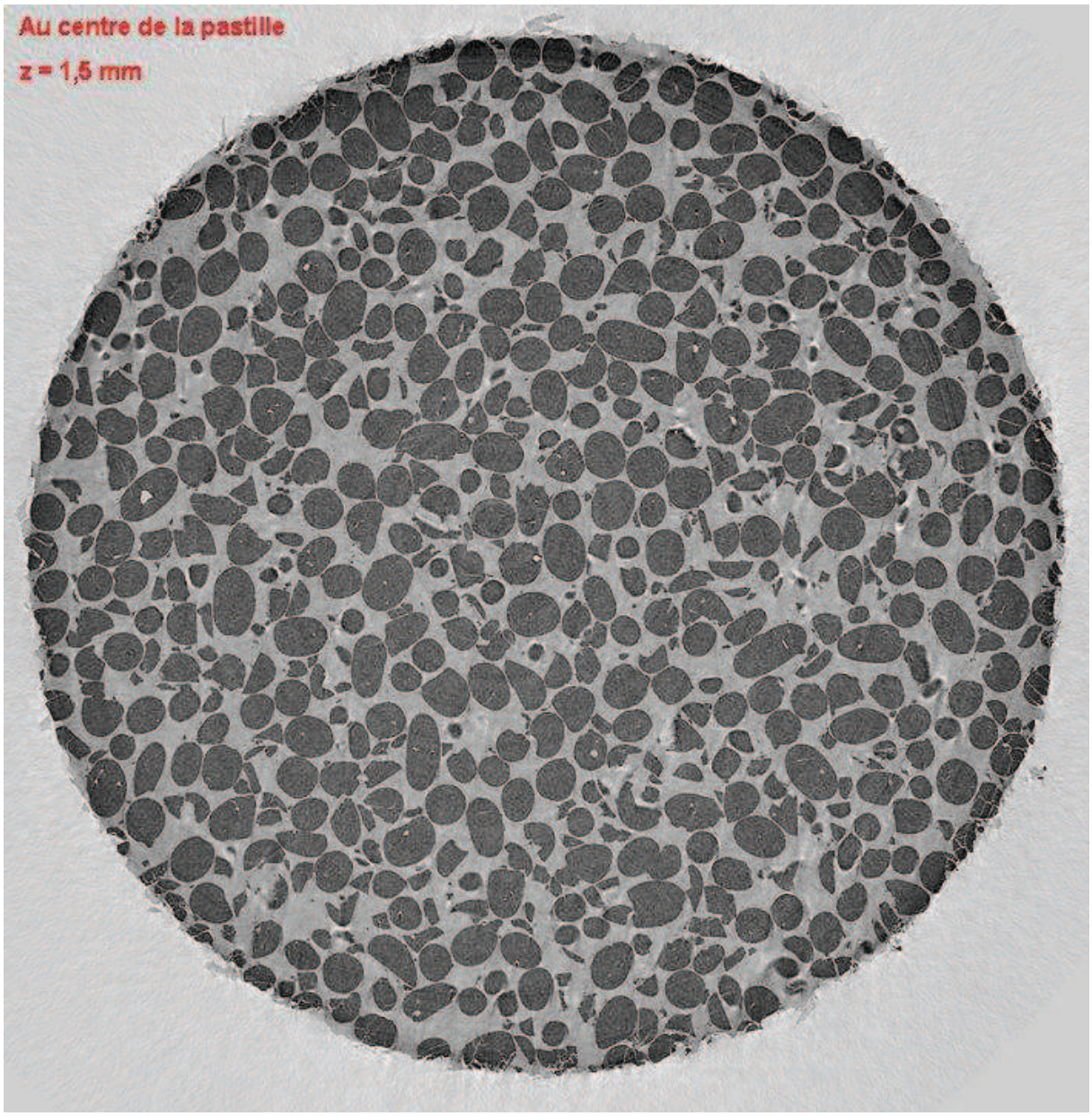


Figure 80 – *Coupe transversale d'une pastille de composite ayant subie un impact sans écrasement à la tour de chute*

Pastille de composite (diamètre 10 mm, épaisseur 3 mm), ayant subie un impact sans écrasement à la tour de chute (masse 2 kg, hauteur 300 cm), obtenue par microtomographie X

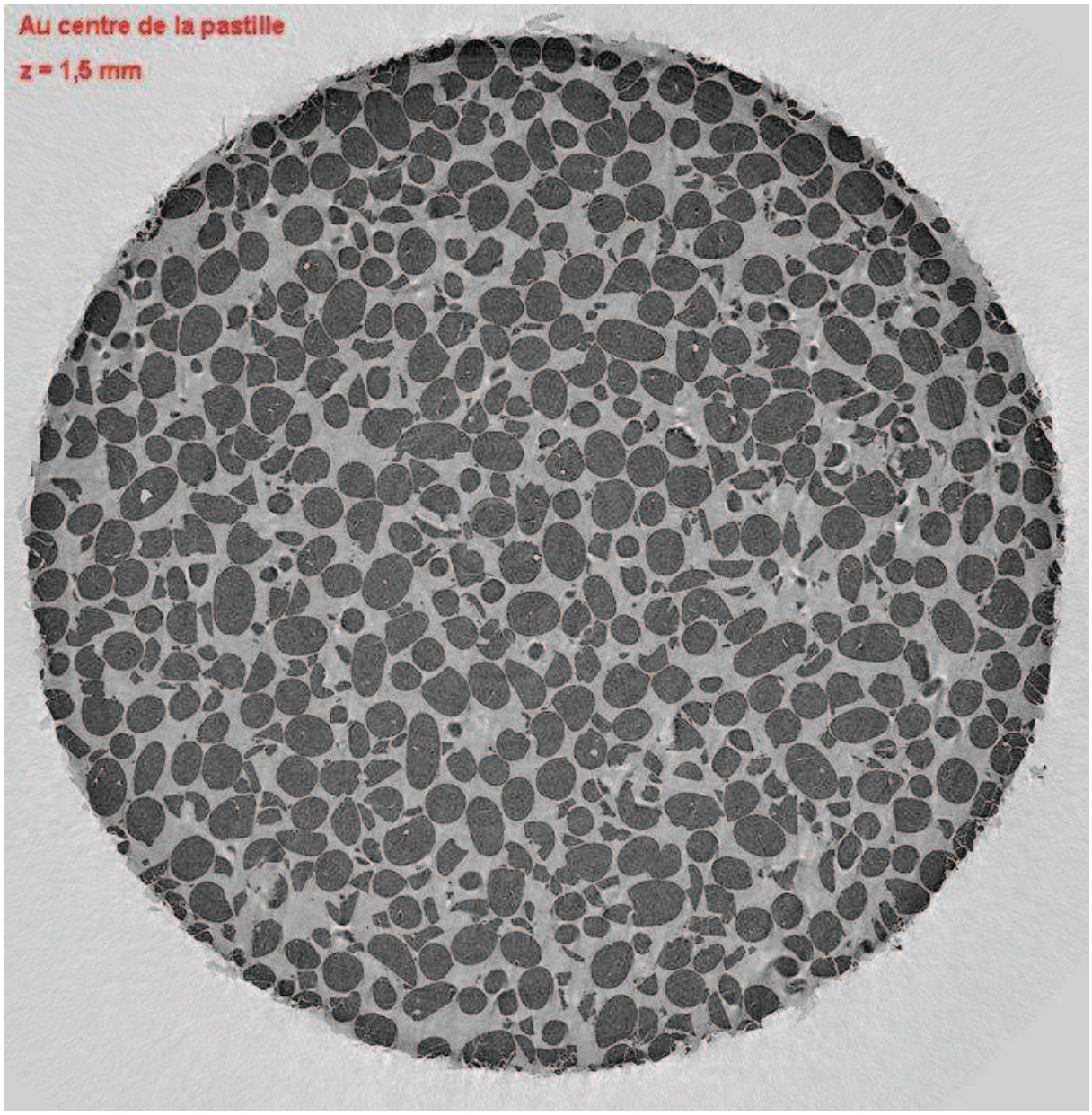


Figure 81 – *Coupe transversale d'une pastille de composite ayant subie un impact sans écrasement à la tour de chute*

Pastille de composite (diamètre 10 mm, épaisseur 3 mm), ayant subie un impact sans écrasement à la tour de chute (masse 2 kg, hauteur 40 cm), obtenue par microtomographie X

A nouveau, quelle que soit la hauteur de chute de la masse tombante (ou la vitesse à l'impact), nous remarquons qu'il n'y ni fissure intra-granulaire, ni déchaussement de grains (comme dans le cas non confiné), car la pastille étant confinée, elle reste comprimée sans jamais passer en tension radiale et les ondes de détente ne sont a priori pas suffisante pour générer de l'endommagement.

IV.3.2 Ecrasement 30 %

Comparons les images obtenues pour les différentes hauteurs de chute de la masse tombante (Figure 82 à Figure 84).

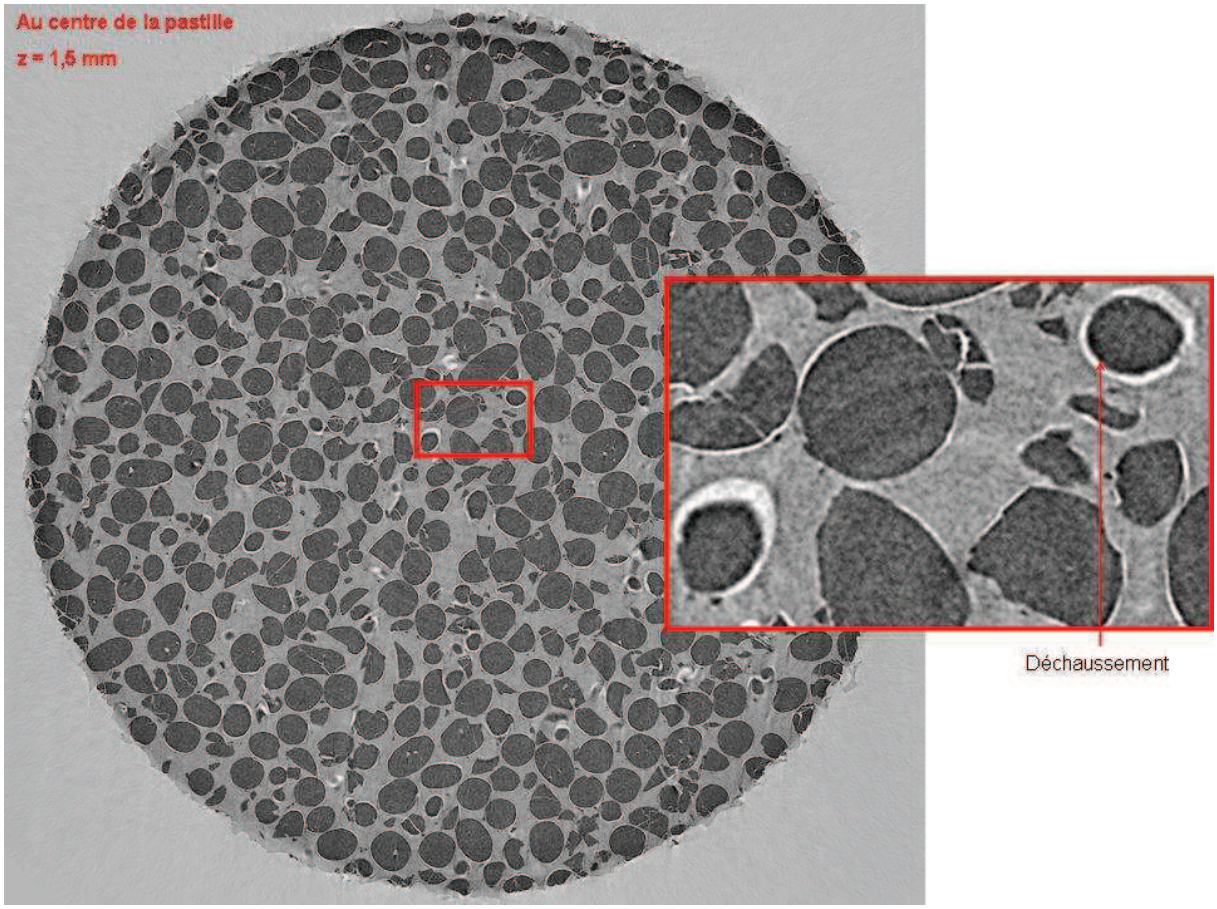


Figure 82 – *Coupe transversale d'une pastille de composite ayant subie un impact avec écrasement de 30% à la tour de chute*

Pastille de composite (diamètre 10 mm, épaisseur 3 mm), ayant subie un impact sans écrasement à la tour de chute (masse 2 kg, hauteur 20 cm), obtenue par microtomographie X

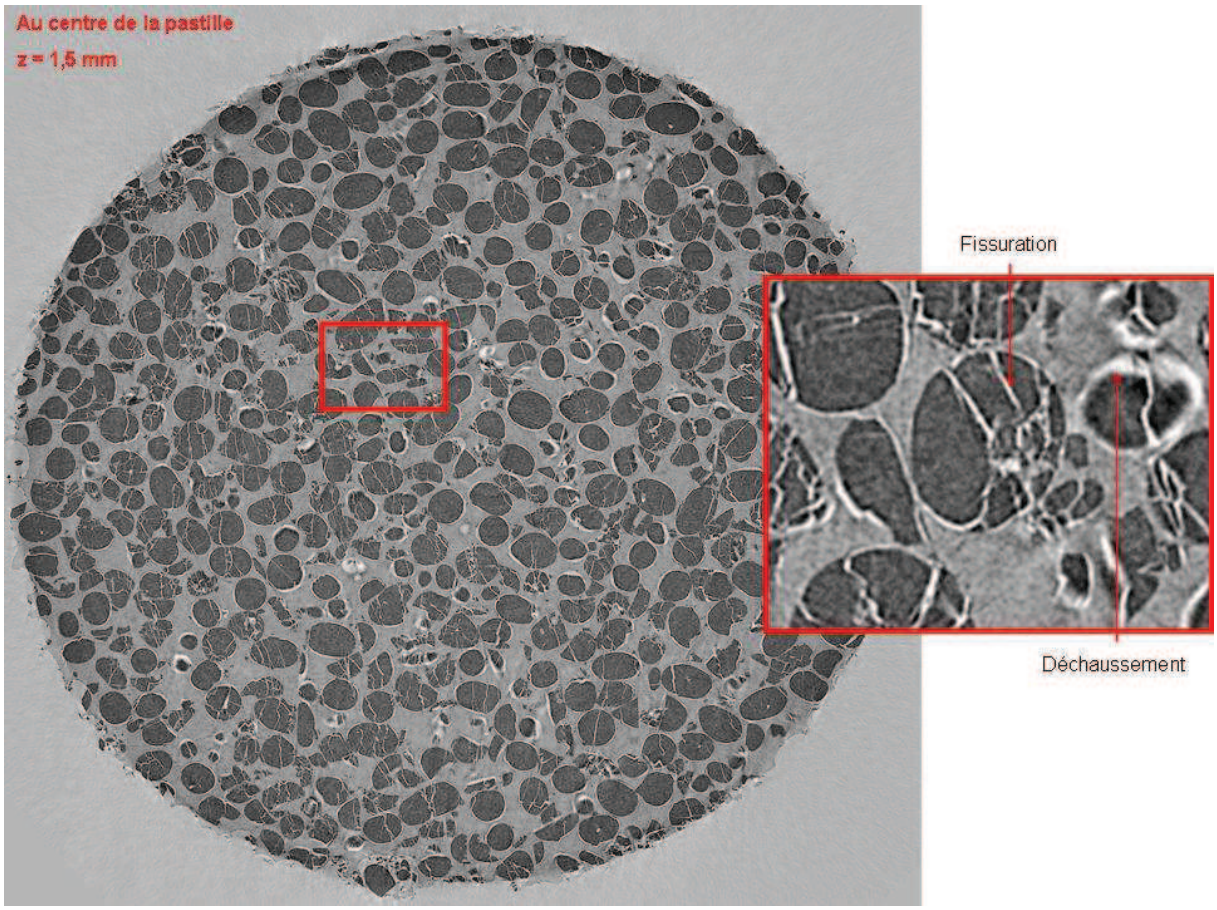


Figure 83 – *Coupe transversale d'une pastille de composite ayant subie un impact avec écrasement de 30% à la tour de chute*

Pastille de composite (diamètre 10 mm, épaisseur 3 mm), ayant subie un impact sans écrasement à la tour de chute (masse 2 kg, hauteur 30 cm), obtenue par microtomographie X

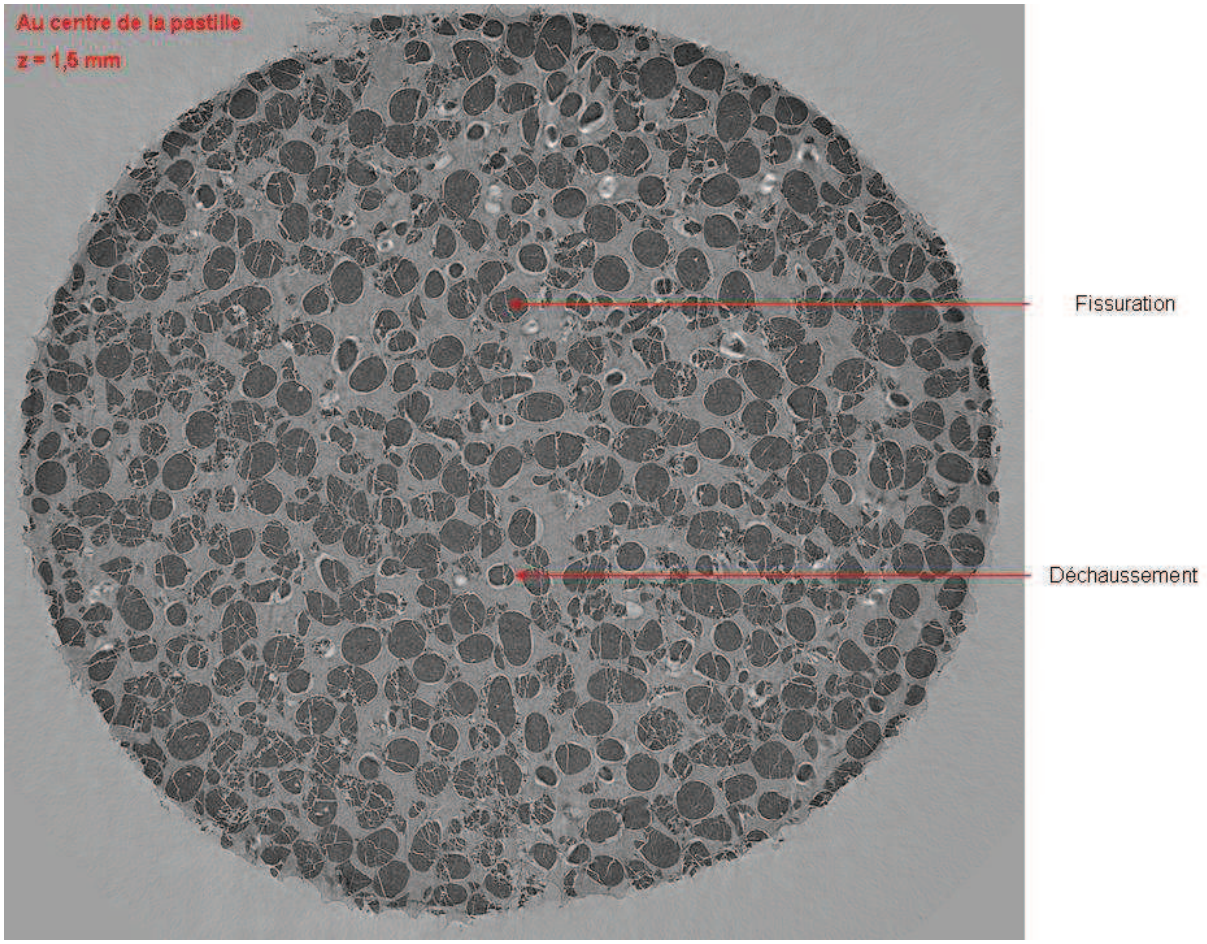


Figure 84 – *Coupe transversale d'une pastille de composite ayant subie un impact avec écrasement de 30% à la tour de chute*

Pastille de composite (diamètre 10 mm, épaisseur 3 mm), ayant subie un impact sans écrasement à la tour de chute (masse 2 kg, hauteur 40 cm), obtenue par microtomographie X

Pour une hauteur de chute de 20 cm, un léger déchaussement des grains apparaît, sans fissuration, contrairement au cas non confiné. Lorsque la hauteur de chute augmente, on observe alors de la fissuration intra-granulaire orientée, comme dans le cas non confiné. Par ailleurs, cette orientation correspond à une déformation résiduelle de la pastille, qui est elle-même non axisymétrique (forme elliptique).

IV.4Conclusion partielle

Quelques observations générales sur l'influence et les effets des différents paramètres variant dans les essais (le confinement, le mode de chargement et la hauteur de chute de la masse tombante), sur l'endommagement de la microstructure

du composite, peuvent être faites à partir de l'analyse des images microtomographiques.
Le confinement joue un rôle sur la triaxialité du chargement et la réponse du composite. En effet, ne serait-ce que pour le passage de l'onde seule, et a fortiori lorsque la pastille est écrasée, dans le cas non confiné la pastille passe en tension radiale et nous observons du déchaussement de grains et de la fissuration intra-granulaire (ouverture perpendiculaire au chargement). Alors que dans le cas confiné, aucun phénomène d'endommagement n'est généré.

Le type de chargement (onde seule ou onde suivie d'un écrasement), quant à lui, influence l'état d'endommagement et le type d'endommagement généré au sein du composite. Lorsque seule l'onde passe (sans écrasement), nous voyons apparaître du déchaussement de grain et de la fissuration intra-granulaire (dans le cas non confiné seulement), alors que lorsque l'on impose une déformation par écrasement de 30 % (voir plus lorsque la pastille est entrainée par la cinématique imposée par l'impact de la masse tombante et que le montage se déforme), il y a en plus de la fragmentation (ou même de la pulvérisation) de grains.

Par contre, en ce qui concerne les hauteurs de chute choisies (20 cm, 30 cm et 40 cm), nous n'observons pas d'influence significative sur l'endommagement du composite. Les écarts entre les vitesses sont alors trop faibles pour que l'on observe un effet. De plus, il se peut que la cinématique imposée par la vitesse de chute de la masse tombante la plus faible (hauteur de chute la plus basse) soit déjà trop importante et endommage complètement le matériau. Pour remédier à ce phénomène, et espérer voir une progression de l'endommagement, il faudrait soit augmenter les dimensions de la pastille, soit diminuer la hauteur de chute de la masse tombante, soit diminuer la masse. Il faudrait aussi faire varier, i.e., en particulier diminuer, la position de l'épaulement de l'étampe supérieure de manière à imposée à la pastille une déformation par écrasement moins importante et voir ainsi la déformation minimal à imposer pour générer un début de fragmentation des grains.

CONCLUSION

Nous rappelons que les présents travaux de thèse s'inscrivent dans un vaste projet de sécurisation des munitions dont l'enjeu réel est de caractériser la vulnérabilité des matériaux énergétiques face à des agressions de faibles intensités. Il est alors essentiel de connaître pour ces agressions le « seuil » de transition vers la réaction. En effet, malgré le fait qu'ils soient conçus pour être peu sensibles, aux agressions extérieures (« muratisation »), les impacts, même de basse intensité, les échauffements, les frottements ou encore l'exposition à des rayonnements électromagnétiques, peuvent augmenter la probabilité d'allumage, de combustion, de déflagration ou de détonation des matériaux énergétiques. Ainsi il est nécessaire de caractériser au mieux les mécanismes physico-chimiques ou thermo-mécaniques qui mènent à la réaction du matériau. Pour atteindre cet objectif, des modèles réactifs permettant de prédire la génération de ces mécanismes au sein du matériau, de l'initiation à la propagation de la réaction, voire la transition rapide vers une détonation, doivent être élaborés. Néanmoins, ils nécessitent un grand nombre de données d'entrée que seule une modélisation multi-échelles, associée à une caractérisation mécanique fine des constituants du composite considéré et de l'évolution de sa microstructure par endommagement, peut fournir. De plus, l'état de l'art montre bien que le manque de données expérimentales sur le comportement du matériau considéré est un réel frein à la compréhension et à la modélisation des phénomènes d'endommagement qui mènent à une réaction pyrotechnique.

Nous considérons, dans ce travail, uniquement les agressions mécaniques de faibles intensités, de type impact basse vitesse, sur un matériau composite énergétique modèle de type « butalite inerte ». Deux objectifs principaux ont été fixés : l'identification du comportement du liant PBHT (celui des grains étant très difficilement accessible dans ce cadre) et la caractérisation des processus d'endommagement, en fonction du type de sollicitations. Pour ce faire, nous avons mis en œuvre plusieurs types d'essais complémentaires permettant d'explorer une large gamme de vitesses de déformation (de 10^{-2} s^{-1} à 10^{3} s^{-1}) et d'amplitudes de déformation imposées (de 1‰ à 40%) ainsi que différents types de chargement (traction simple, compression simple, DMA en traction, DMA en cisaillement, essai d'impact aux barres d'Hopkinson et à la tour de chute). Chaque essai a contribué a caractériser un type de phénomènes ou de comportements matériaux. Nous avons instrumenté et modifié mouton de choc standard, encore appelé de tour de chute

(qualification d'explosifs en termes de sécurité) afin de l'adapter pour réaliser un impact maitrisé de faible intensité et ainsi caractériser le matériau d'étude, en dessous de son seuil de réaction, au cours de l'essai (endommagement, déformation).

Pour répondre au premier objectif, nous avons d'abord identifié le comportement hyper-élastique du PBHT à partir d'essais de traction/compression simples, puis sa réponse en visco-élasticité linéaire à l'aide d'essais réalisés en DMTA (traction et cisaillement). Des essais aux barres d'Hopkinson et à la tour de chute permettent une première validation des paramètres identifiés, de la loi de comportement visco-hyper-élastique choisie pour le PBHT et de la modélisation retenue. Pour identifier et valider les paramètres de la loi de comportement visco-hyper-élastique du PBHT, nous avons utilisé le logiciel ABAQUS/EXPLICIT. La prise en compte du comportement visqueux (linéaire et petites transformations) du PBHT est modélisée par une série de Prony, tandis que le comportement hyper-élastique (grandes transformations) est modélisé par la loi de Mooney-Rivlin. Le comportement visco-hyper-élastique est obtenu en couplant les deux modèles précédents à deux niveaux :

- en pondérant les coefficients de la loi de Mooney-Rivlin à l'aide de la série de Prony,
- en utilisant la série de Prony dans le calcul explicite de la contrainte de Mooney-Rivlin.

Les simulations des essais à la tour de chute sont en bonne adéquation avec les essais d'un point de vue cinématique. Nous remarquons que les résultats (évolutions temporelles du diamètre et de l'épaisseur de la pastille) sont similaires quelle que soit la loi choisie. Il est fort probable que le choc ne soit pas amorti par la pastille et nous nous trouvons donc dans un cas de chargement à cinématique imposée. Cependant, quelques limites apparaissent quant à l'identification des paramètres et aux choix du couplage visco-hyper-élastique pour le calcul du champ de contraintes dans l'éprouvette. En effet, on constate une surestimation de la contrainte dans la simulation d'un essai de compression simple, à vitesse faible comparée à celle rencontrée dans la tour de chute ou les barres d'Hopkinson.

En ce qui concerne le second objectif sur la caractérisation des phénomènes d'endommagement sur le composite inerte, la tour de chute a été retenue comme

moyen d'agression, couplée à une analyse ante- et post-mortem des échantillons au microtomographe à rayon X. Deux grands types de sollicitation ont été appliqués : chocs sans écrasement et chocs suivi d'un écrasement contrôlé avec ou sans confinement (influence de la triaxialité). Ceci a permis de mettre en évidence leur effet sur l'endommagement des grains à partir de l'analyse ante- et post-mortem des acquisitions microtomographiques du matériau composite. Nous en avons tiré les observations générales suivantes :

- la triaxialité du chargement influence fortement le taux de décohésion des grains et de fissuration intra-granulaire. Dans le cas confiné sans écrasement, aucun phénomène d'endommagement n'est observable,
- le passage de l'onde seule (sans écrasement) induit du déchaussement de grains et de la fissuration intra-granulaire (dans le cas non confiné seulement) perpendiculairement à la direction principale de chargement,
- l'écrasement (à 30%) induit en plus de la fragmentation (ou même de la pulvérisation) des grains.

Par contre, en ce qui concerne les hauteurs de chute choisies (20 cm, 30 cm et 40 cm), nous n'observons pas d'influence significative sur l'endommagement du composite. Les variations d'énergie cinétique mise en jeu sont trop faibles pour que l'on observe un effet. De plus, il se peut que la cinématique imposée par la vitesse de chute de la masse tombante la plus faible (hauteur de chute la plus basse) soit déjà trop importante et suffisante pour complètement endommager le matériau. Pour remédier à ce phénomène il faudrait soit redimensionner la pastille, soit diminuer la hauteur de chute de la masse tombante, soit diminuer la masse, soit diminuer la position de l'épaulement de l'étampe supérieure de manière à imposer à la pastille une déformation par écrasement moins importante.

Les travaux expérimentaux et de simulation que nous avons menés au cours de cette thèse ont tenté de répondre à notre problématique générale, à savoir de caractériser et de modéliser le comportement d'un matériau composite soumis à un impact basse vitesse de type tour de chute. A la fin de cette étude, par manque de temps ou de moyens, nous sommes toujours confrontés à certaines questions soulevées pendant le déroulement des essais ou des simulations, et à des limites atteintes sur certaines pistes explorées.

PERSPECTIVES

Dans cette partie, il s'agit de prendre le recul nécessaire à l'analyse de ces difficultés, de parcourir assez largement les problèmes rencontrés et de proposer des pistes de solutions envisageables pour poursuivre les investigations aussi bien d'un point de vue expérimental que numérique. Nous présentons donc des données et quelques éléments de réflexion qui permettraient de poursuivre les travaux, et pousser plus loin les réflexions sur ce vaste domaine d'étude.

> Sur le plan expérimental

Tout d'abord en ce qui concerne les essais de DMA en traction/compression ou en cisaillement, il serait judicieux de refaire par exemple l'essai de cisaillement sur la machine ayant servi à faire ceux en traction avec un montage éventuellement différent. Ceci permettrait de tester et de définir l'origine des différences observées entre les essais obtenus par les deux machines. De même, on pourrait compléter les essais de cisaillement en mesurant le champ de déformation dans le matériau afin de valider le montage expérimental développé pour l'occasion. Ceci permettrait d'améliorer l'identification des paramètres viscoélastiques du PBHT dans la gamme de sollicitation visée et d'affiner la définition des courbes maîtresses sur tout le spectre. Cette batterie d'essais doit aussi être menée sur le composite inerte. Par ailleurs, il faudrait faire varier la triaxialité en appliquant à l'échantillon une pré-charge ou un confinement, pour se rapprocher du matériau massif. Les essais réalisés aux barres d'Hopkinson doivent aussi être exploités afin de valider l'identification des paramètres visco-hyper-élastiques des matériaux dans la gamme de vitesse de sollicitation et d'écrasement typique de la tour de chute.

Pour les essais aux barres d'Hopkinson, il faudrait aussi observer les phénomènes d'endommagement du matériau au microtomographe et essayer d'en tirer une tendance reliant le chargement à l'endommagement en utilisant un montage similaire à celui utilisé dans la tour de chute (épaulement pour limiter la déformation, choc sans écrasement, confinement) et en modulant les vitesses d'impact. Il serait intéressant de pousser plus loin l'analyse des signaux de force, de reprendre les essais en diminuant l'hétérogénéité du chargement due aux frottements aux interfaces et d'associer au montage un système optique permettant de faire des mesures de champs par (stéréo)corrélation d'images permettant de mieux identifier

le comportement du matériau au cours de l'essai. En plus de la compression, nous pourrions aussi appliquer des sollicitations en traction, en cisaillement ou en torsion.

Les essais à la tour de chute pourraient être complétés par l'analyse plus poussée du couplage onde/écrasement et à la commutativité de ces deux phénomènes dans la cinématique de chargement de la pastille. La réalisation expérimentale d'un essai ne comportant que l'écrasement sans le choc étant difficilement possible avec la tour de chute, on envisage l'utilisation de la DMA BOSE qui permet de reproduire un déplacement quelconque pour peu que l'on ait les données temporelles de celui-ci. Les données sur l'évolution de l'écrasement de la pastille au cours du temps étant disponibles, nous avons déjà testé la possibilité de reproduire un tel signal avec la DMA. La conclusion est qu'il est a priori possible de reproduire l'écrasement au moins pour les plus faibles impacts. Ces essais pourraient être complétés par des essais de compression quasi-statique au sein du microtomographe, comme cela a déjà été fait en traction (Figure 85), ou sous rayonnement synchrotron. Enfin, comme nous l'avons vu, les décohésions grains/matrices apparaissent très tôt dans le composite et il sera donc nécessaire de qualifier cette interface, voir d'éventuel gradient de propriétés du PBHT proche des grains (e.g. utilisation de techniques AFM ou de nano-indentation), et de vérifier que son comportement est équivalent entre le composite inerte et la butalite. Il faudra aussi qualifier le comportement à la rupture des grains qui semble être de nature fragile, i.e., rupture perpendiculaire à la direction principale de traction, par exemple à l'aide d'essais de fissuration aux coins d'un indenteur en nano-indentation.

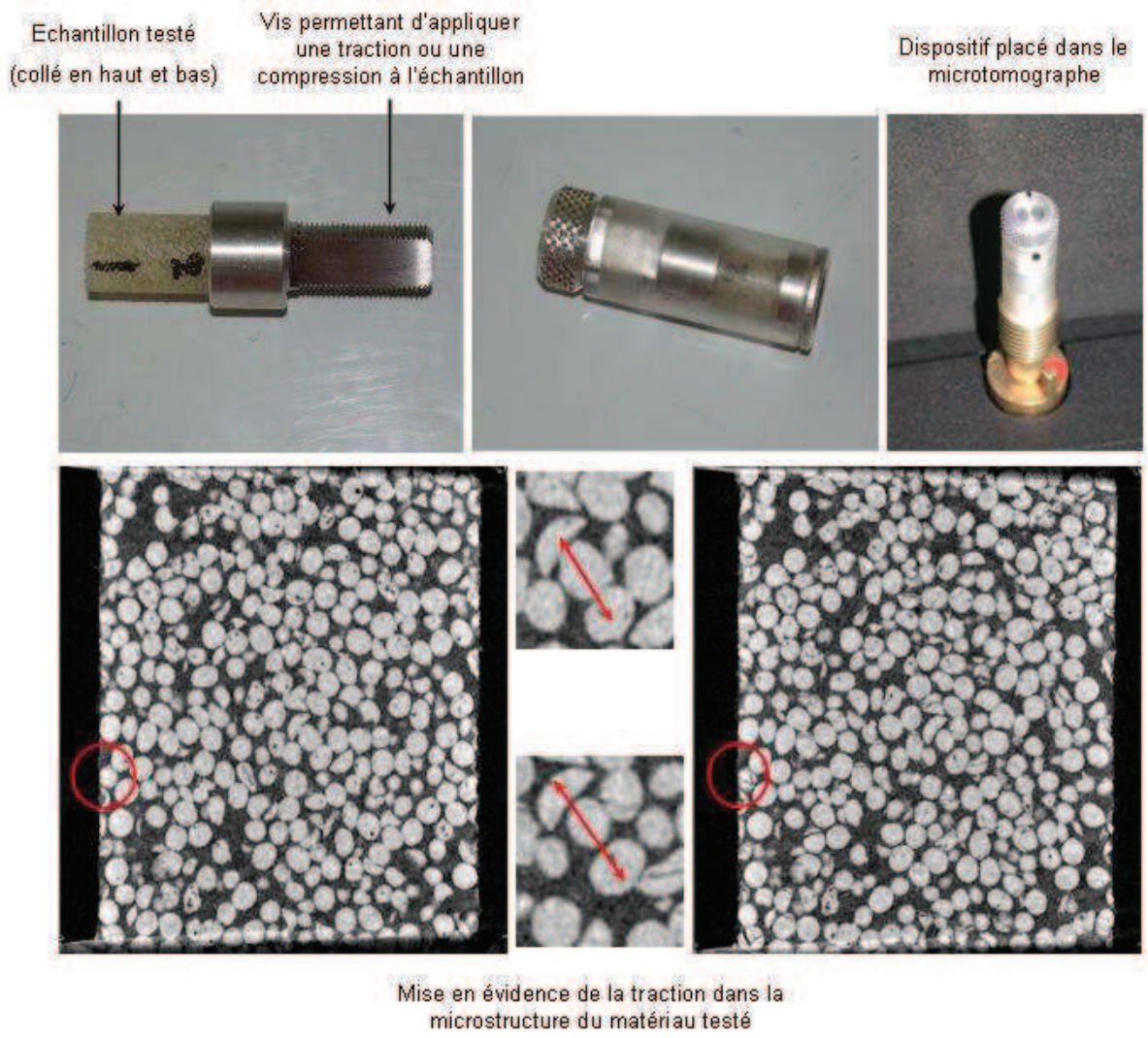
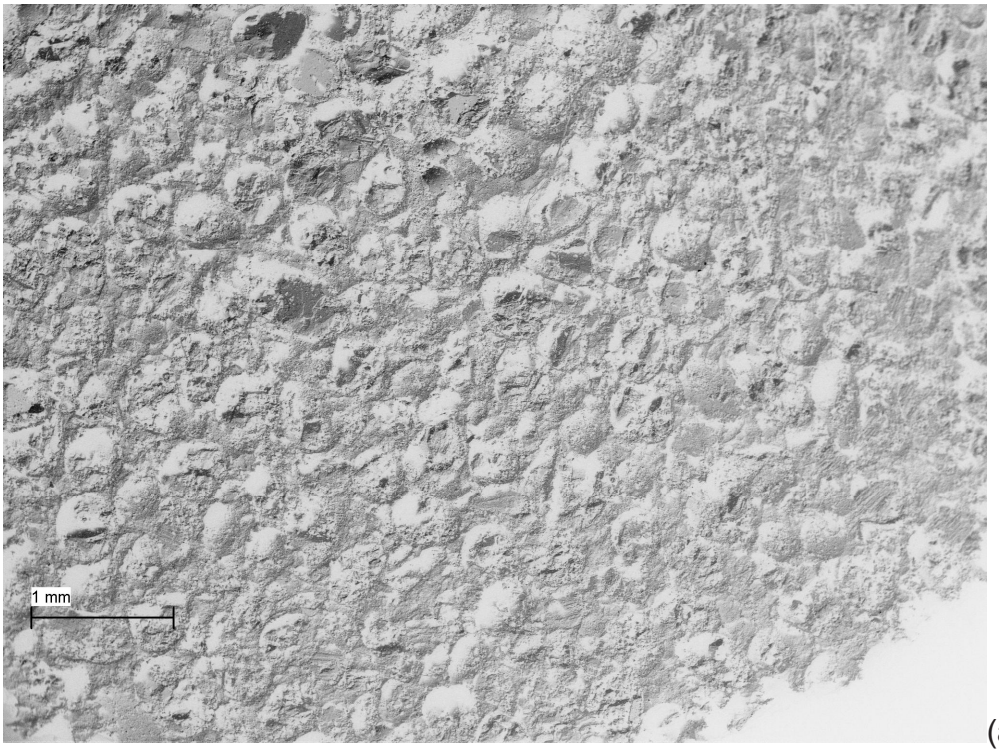
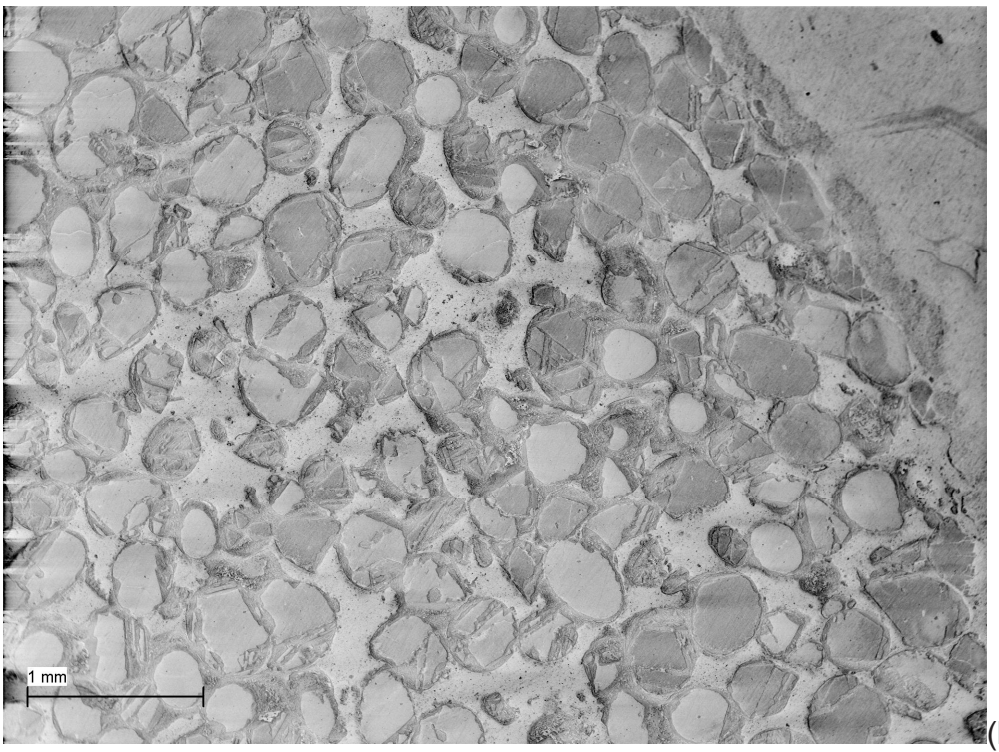


Figure 85 – *Montage du système de traction-compression sous le microtomographe*

Il serait également important d'améliorer la qualité des images enregistrées au cours des essais sur le composite en améliorant son état de surface par polissage (Figure 86) et le contraste en utilisant du noir de carbone. De plus, cela permettrait peut-être de s'affranchir de l'utilisation d'un lubrifiant liquide qui est chassé au cours de l'essai. Il faudrait aussi faire varier le niveau de confinement en utilisant des mousses de densité variable et enregistrer la loi de mouvement de la masse tombante par vidéo numérique rapide ou accéléromètre pour accéder à la vitesse réelle de l'impact ainsi qu'aux efforts mis en jeu lors d'un essai.



(a)



(b)

Figure 86 – *Images d'une pastille de composite inerte avant (a) et après polissage (b), obtenues au MEB (P. LAMBERT)*

Pour contribuer à ces améliorations, il faudrait également développer un nouveau dispositif de type tour de chute tenant compte de toutes les limites que nous avons citées, parmi lesquelles :

- le type d'éclairage : plus puissant, plus homogène ;
- le type de caméra : plus grande zone d'impression du CCD pour une vitesse d'acquisition plus grande, augmentation du taux de transfert des pixels du CCD ;
- le châssis : meilleur atténuation des ondes, meilleur qualité optique, diminution des interfaces de montage (visserie) ;
- le suivi de la loi de mouvement de la masse tombante ;
- le suivi de la déformation 3D de la pastille par stéréo-corrélation ;
- l'enregistrement de la phase de choc par un système VISAR ;
- l'augmentation des dimensions de l'échantillon testé pour être plus représentatif ;
- etc.

Pour compléter les essais à la tour de chute, il faudrait également faire varier le niveau du confinement de l'échantillon en utilisant des mousses de différentes densités. Par contre cela nécessitera de caractériser ces mousses. De plus, malgré les difficultés pour ce type de matériau « caoutchoutique », il est très important de mesurer le coefficient de frottement de la pastille.

Pour tous les types d'essais, il serait intéressant de mettre en œuvre une caméra thermique dans l'infrarouge, pour avoir des informations sur la réponse thermomécanique du matériau et avoir une idée des zones d'échauffement. Pour cela, il faut absolument vérifier que dans le cas de la tour de chute, les matériaux utilisés sont bien transparents aux infrarouges. Il faudrait aussi reproduire les essais sur la butalite, pour vérifier ou non les similitudes avec le composite inerte et approcher la notion de réactivité du matériau énergétique considéré.

De plus, il serait bon d'étudier la combustion du matériau énergétique dans le calorimètre de combustion (Annexe C) pour tenter de relier un niveau d'endommagement à une vitesse de combustion ou une surpression. Nous avons réalisé un premier essai montrant cette corrélation liée au fait que l'endommagement offre une surface de combustion plus importante (Figure 87).

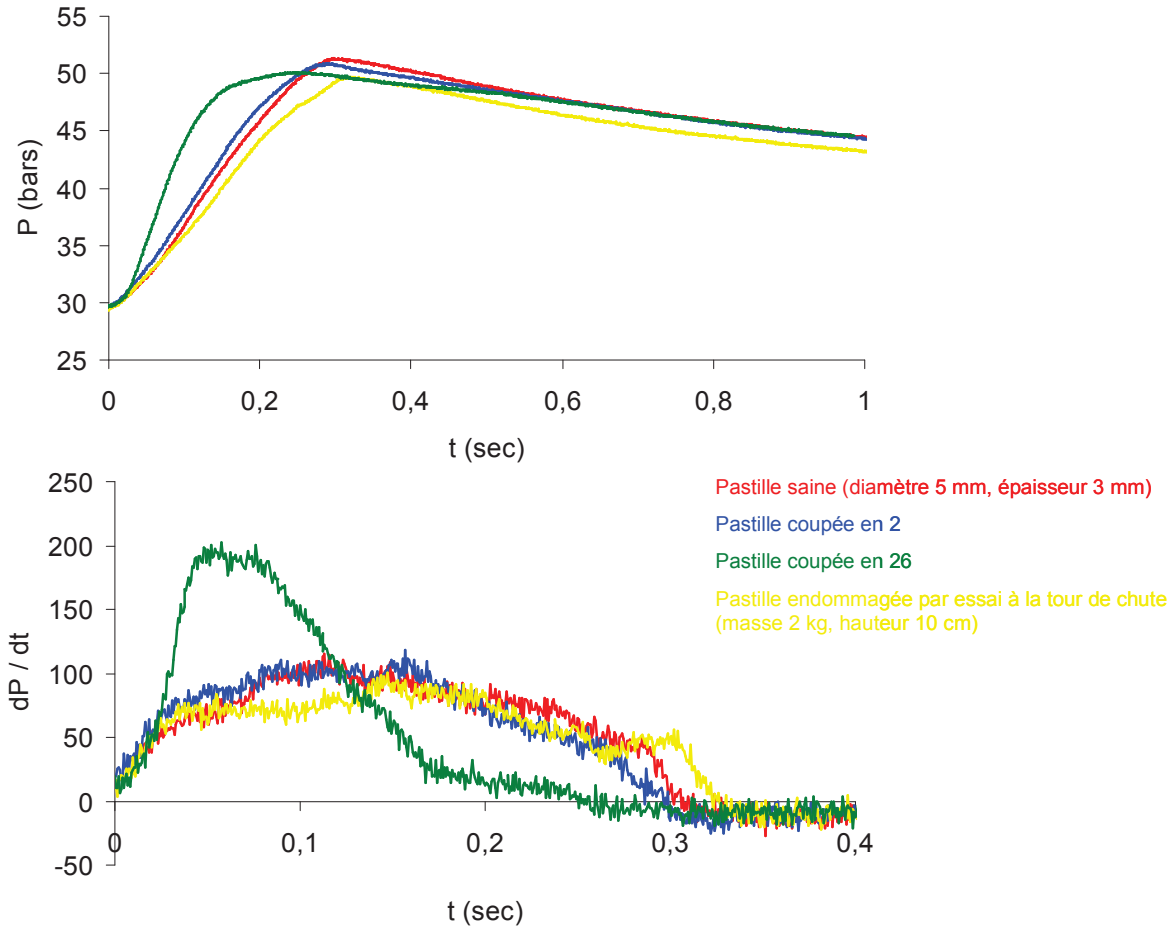


Figure 87 – *Résultats préliminaires obtenus en bombe calorimétrique sur des échantillons de butalite dans différents états d'endommagement*

Enfin, pour répondre au besoin plus large de la sécurisation des munitions, il faudra tout d'abord franchir petit à petit les échelles en réalisant par loi de similitude, des essais de type Steven test ou tour de chute « grande dimension » (Figure 88) sur des échantillons proches de l'échelle 1. Par ailleurs, n'ayant identifié que le liant PBHT, il faudrait également caractériser le perchlorate d'ammonium ainsi que l'interface grain/matrice, sous différents chargements et même sous choc. De plus, notre étude portant sur un matériau dont la microstructure est très simplifiée, il va falloir diversifier le choix des matériaux pour se rapprocher de ceux qui sont utilisés dans les munitions.

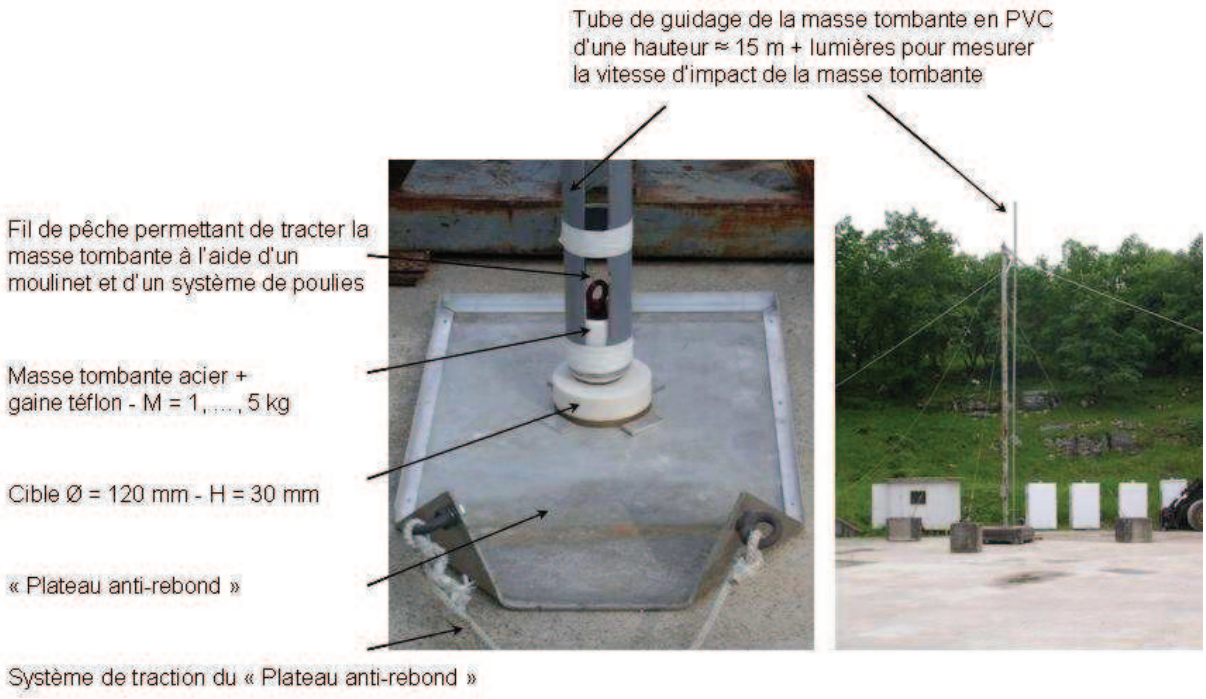


Figure 88 – *Dispositif tour de chute grande dimension*

> Sur le plan numérique

Le premier point serait d'améliorer l'identification des paramètres matériaux pour la loi de comportement choisie, en s'appuyant sur la confirmation des courbes maitresses expérimentales à l'aide des essais complémentaires en DMA énoncés précédemment. Ce point requiert surtout de trouver/définir, et d'implanter dans ABAQUS, la loi de comportement visco-hyper-élastique adéquate pour le PBHT en se basant par exemple sur le fait que, au moins jusqu'à 30% de déformation nominale, le comportement visqueux (i.e., dissipation) n'est pas modifié par la déformation moyenne comme nous l'avons observé expérimentalement lors des essais DMA en traction. Ensuite, il faudrait valider cette loi sur des expériences dans la gamme de vitesse d'intérêt comme les essais aux barres d'Hopkinson en jouant éventuellement sur l'hétérogénéité du chargement. Dans un second temps, il faudrait reprendre les calculs en appliquant la bonne vitesse de chargement de la masse tombante, puis faire varier le taux de triaxialité dans le calcul. Enfin, à l'aide des essais DMA sur le composite inerte, les données sur le PBHT et la microstructure du matériau, il sera nécessaire d'identifier le comportement macroscopique de celui-ci et, à partir des observations au microtomographe, de mettre en place un critère d'endommagement approprié. Le recours ici à la mise en parallèle avec les calculs

mésoscopiques développées par ailleurs au sein du CEA[2] Gramat en collaboration avec le laboratoire LMPM de Poitiers, associée à la prise en compte du caractère thermo-mécanique de la réponse du matériau, est primordiale (Figure 89).

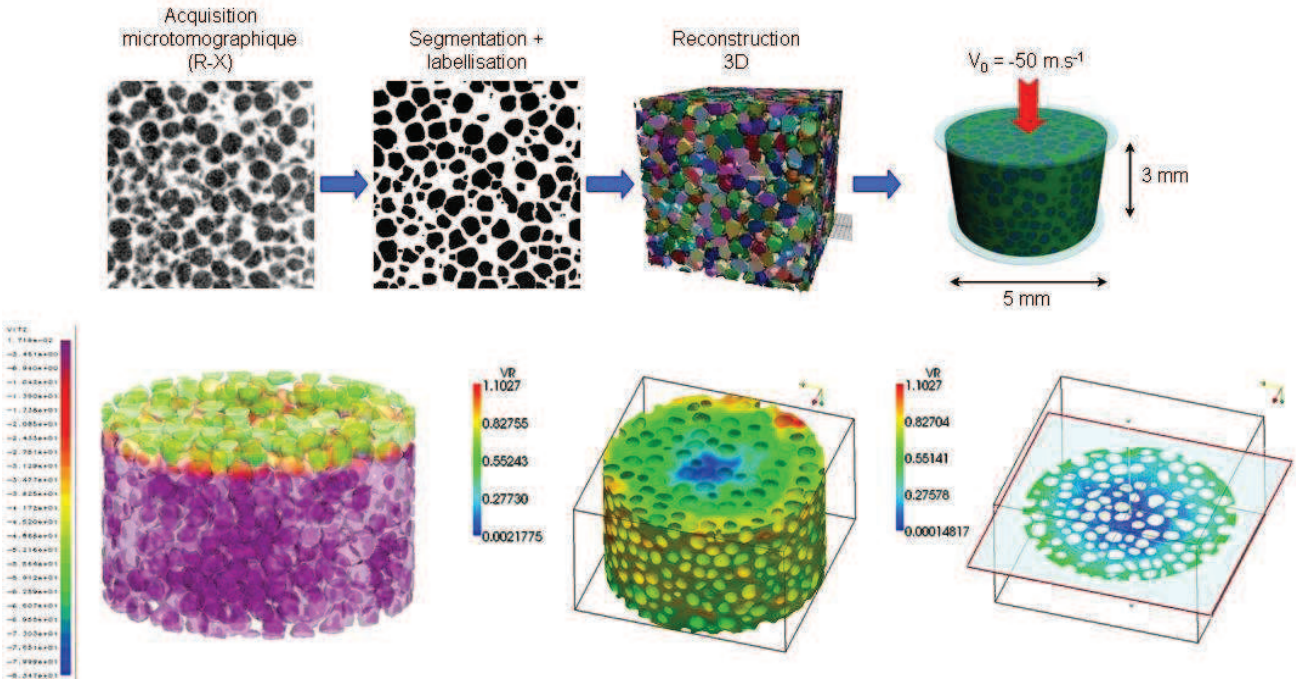


Figure 89 – *Exemple de calcul mésoscopique :*

A plus long terme, un certain nombre d'actions, tant expérimentales, de modélisation, que numériques, se dessinent.

Le modèle de comportement du liant a été choisi de façon ad hoc, sur la base de sa disponibilité dans le code ABAQUS. Sans nécessairement remettre en cause sa légitimité, deux actions semblent nécessaires, sinon indispensables. D'une part, la grande majorité des essais d'identification sont irrotationnels (leurs axes propres restent invariant durant l'essai). De ce fait, il serait extrêmement utile de réaliser des essais invoquant une rotation des axes propres, tels que des essais de cisaillement simple ou de torsion sur tube par exemple. Ces expériences présenteraient également l'avantage de permettre la mesure des efforts normaux en même temps que tangentiels, ce qui constituerait une appréciable source de données relative à la non linéarité géométrique et physique du comportement du liant, même en l'absence d'effets visqueux. Dans un autre registre, le rôle de la triaxialité des contraintes devrait être exploré, pour mieux identifier le modèle visco-hyperélastique, mais

également pour déterminer les effets de la pression sur la transition vitreuse de l'élastomère. De ce point de vue, les essais bi- et triaxiaux devraient s'avérer particulièrement utiles.

S'agissant de l'endommagement, et plus généralement du comportement du (des) composite(s), diverses actions peuvent être envisagées. Compte tenu du choix d'approche fait dans ce travail, il ne semble pas intéressant de construire un modèle phénoménologique pour le composite. Deux options s'ouvrent alors, l'homogénéisation d'une part, la voie numérique mésoscopique d'autre part. Sachant que l'homogénéisation fait déjà l'objet de travaux dans un autre cadre, on propose de privilégier ici l'option numérique mésoscopique. Les travaux actuellement en cours montrent que de nombreuses données restent manquantes dans ce domaine. Citons en vrac : le comportement élastique, élasto-plastique et de rupture du perchlorate d'ammonium, le comportement des interfaces liant-chage, le comportement au frottement des interfaces liant-grain et des microfissures transgranulaires, ainsi que la susceptibilité du perchlorate d'ammonium aux transitions de phases cristallographiques. Ajoutons à cet inventaire la dépendance de toutes ces caractéristiques à la température et éventuellement à la pression, la fragmentation du perchlorate d'ammonium, et le comportement du liant aux très grandes élongations, en cas d'importantes distorsions sous pression et/ou de fortes résistances des interfaces à la décohésion. L'un des points intéressants à explorer réside également dans l'auto échauffement, en réalisant des mesures de température résolues en espace et en temps.

L'acquisition de ces données peut se faire par veille bibliographique (pour les constantes thermoélastiques du perchlorate d'ammonium en particulier), par acquisition expérimentale directe, ou par analyse numérique inverse. Au plan expérimental, la microtomographiqe est un outil irremplaçable, qui pourrait être utilement complété par l'analyse post-mortem d'échantillons en microscopie optique éventuellement, en microscopie électronique à balayage principalement. Compte tenu de la structure cristallographique du perchlorate d'ammonium, une analyse des orientations cristallographiques dans le composite par EBSD ou micro diffraction n'apparaît pas urgente. En revanche, cette dernière technique pourrait s'avérer précieuse pour estimer les niveaux de contraintes locales, notamment pour la

recherche d'un modèle de décohésion (par contrainte seuil ou par modèle de zones cohésives).

L'acquisition de données complémentaires de validation apparaît également nécessaire, qu'il s'agisse d'expériences à faible triaxialité (essais de Taylor par exemple) ou non. A cet égard, il est utile de souligner de nouveau le rôle potentiel de la triaxialité des contraintes, connu pour être d'une très grande importance non seulement dans les milieux de type granulaire, mais également dans les polymères amorphes en particulier.

Rappelons pour terminer deux points essentiels. D'une part, l'une des grandes difficultés de l'expérimentation dynamique reste la mesure des contraintes. Les mesures de diffraction pourraient permettre de combler partiellement cette lacune. D'autre part, il n'est que trop fréquent de réaliser des validations de modèles sur la seule base de données globales, telles que des mesures de surface libre en choc par exemple. C'est pourquoi l'acquisition de données locales de validation, en temps réel si possible, post-mortem sinon, reste un point clé de l'approche.

ANNEXES

Annexe A

ALGORITHME DE LEVENBERG-MARQUARDT

Il fut découvert par Kenneth Levenberg puis publié par Donald Marquardt [LEV44, MAR63], et permet d'obtenir une solution numérique au problème de minimisation d'une fonction, souvent non-linéaire et dépendant de plusieurs variables.
Il interpole l'algorithme de Gauss-Newton et la méthode de descente de gradient.
Plus stable que celui de Gauss-Newton, il trouve une solution même si les conditions initiales sont très loin d'un minimum (attention aux minima locaux). Cependant, pour certaines fonctions très régulières, il peut converger légèrement moins vite.

A.1 Application à la méthode des moindres carrés et solution

Son application principale est la régression linéaire au travers de la méthode des moindres carrés : étant donné un certain nombre de paires de données (t_i, y_i), on cherche le paramètre a de la fonction $f(t/a)$ de sorte que la somme des carrés des erreurs $S(a)$ soit minimale :

$$S(a) = \sum_{i=1}^{m} \left[y_i - f\left(t_i / a\right) \right]^2 \qquad (42)$$

Cet algorithme est itératif : on part d'un paramètre initial, que l'on suppose « assez proche » d'un minimum, et qui constituera le vecteur p de départ. À chaque itération, on remplace p par une nouvelle estimation $(p + q)$. Afin de déterminer q, les fonctions $f_i(p + q)$ sont approchées par linéarisation :

$$f(p+q) \approx f(p) + J_f(p).q \qquad (43)$$

où $J_f(p)$ est le Jacobien de f en p. Pour un minimum de S, on a :

$$\nabla_q S = 0 \qquad (44)$$

En dérivant le carré de l'expression (), qui s'annule donc, on obtient :

$$(J^T.J).q = J^T.[y - f(p)] \qquad (45)$$

d'où l'on tire aisément q en inversant $(J^T.J)$. Le point essentiel de l'algorithme de Levenberg-Marquardt est alors d'approcher cette équation, en l'« amortissant » légèrement :

$$(J^T.J + \lambda.I).q = J^T.[y - f(p)] \quad (46)$$

Le facteur d'amortissement positif λ est ajusté à chaque nouvelle itération. Si la diminution de S est rapide, on peut utiliser une valeur faible, ce qui rapproche l'algorithme de celui de Gauss-Newton. En revanche, si une itération est peu efficace, on peut augmenter λ, ce qui rapproche cette fois l'algorithme de celui de descente de gradient.

Si on a effectué plus d'un certain nombre d'itérations, ou bien que l'on s'est approché suffisamment d'un minimum (critère sur l'erreur S), la procédure se termine et renvoie le paramètre p comme estimation de la solution.

A.2 Choix du paramètre d'amortissement λ

De nombreux arguments ont été proposés afin de déterminer le meilleur facteur d'amortissement λ. Des démonstrations théoriques montrent que certains choix garantissent une convergence locale, mais peuvent afficher une convergence faible près de l'optimum.

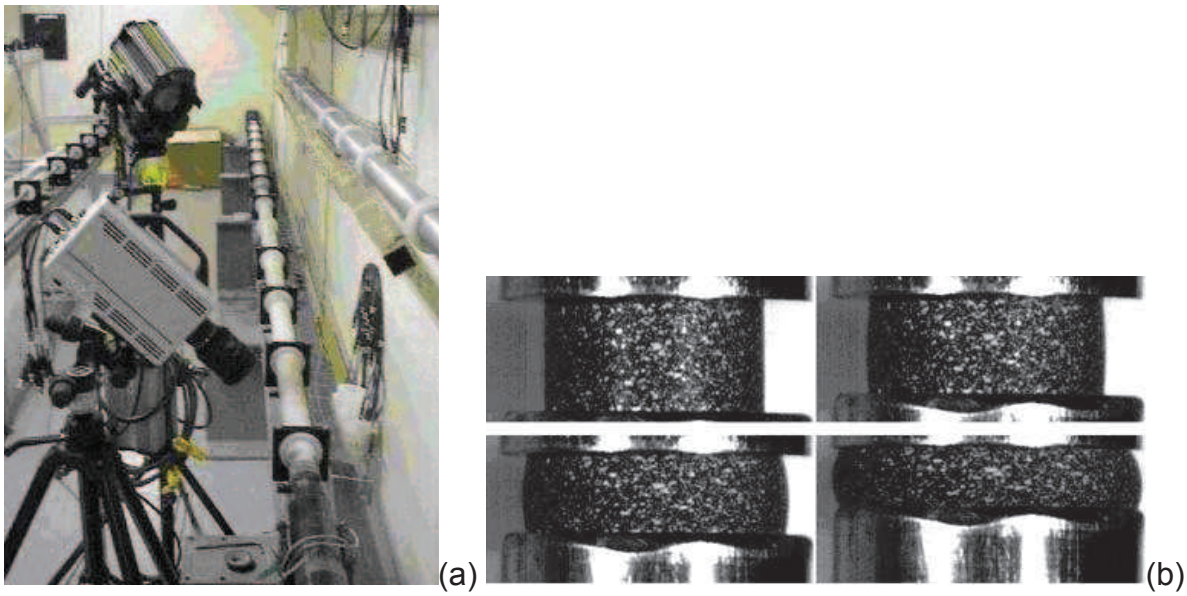
La valeur absolue de tout choix dépend de l'échelle du problème. En effet, il est recommandé de commencer à partir de λ_0 et avec un facteur $\nu > 1$. On pose alors au départ $\lambda = \lambda_0$ et on calcule S(p) après une itération, en utilisant le facteur d'amortissement $\lambda = \lambda_0$, puis en utilisant $\frac{\lambda}{\nu}$. Si les deux derniers renvoient un point moins bon que le point de départ, on augmente λ en le multipliant par ν, jusqu'à atteindre un point meilleur avec un nouveau facteur $\lambda.\nu.k$ pour un certain k. Si l'utilisation du facteur $\frac{\lambda}{\nu}$ donne une somme plus faible, alors il est pris comme nouvelle valeur de λ et l'algorithme continue. Si l'utilisation de $\frac{\lambda}{\nu}$ donne une somme plus importante, mais que l'utilisation de λ donne une somme plus faible, alors λ est conservé.

Annexe B

LES BARRES D'HOPKINSON

B.1 Principe

Il s'agit de soumettre une éprouvette positionnée entre deux barres, dite d'entrée et de sortie, à une onde de compression générée par l'impact d'un projectile sur la barre d'entrée (Figure 90). L'évolution temporelle de la déformation longitudinale des barres d'entrée et de sortie, due au passage de l'onde, est mesurée par des jauges de déformation. Elles permettent d'en déduire les valeurs de la contrainte normale aux interfaces barres/échantillon ainsi que la déformation longitudinale de l'éprouvette [KOL49, LEW72, VIC03, SYL03, JIA04]. Le matériau des barres peut être élastique (e.g., acier ou aluminium) ou visco-élastique (e.g., nylon).



(a) (b)

Figure 90 – *Barres d'Hopkinson*

a) Photo du montage expérimental du Laboratoire de Mécanique et Technologie de l'Ecole Nationale Supérieure de Cachan. b) Exemple de déformation d'un échantillon d'élastomère au cours d'un essai

Les jauges de déformation sont collées sur chacune des barres à égale distance des deux interfaces avec l'échantillon de matériau. Cette distance d est légèrement inférieure à la moitié de la longueur des barres (Figure 91).

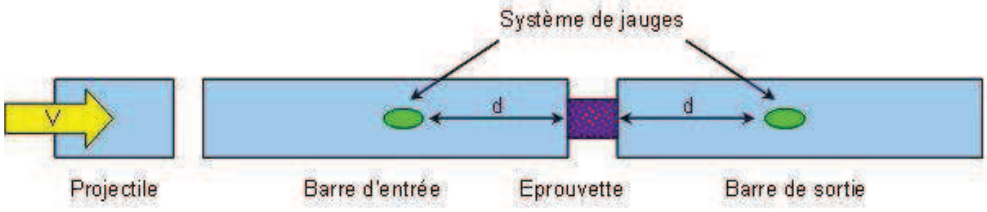


Figure 91 – *Schéma de principe d'un essai aux barres d'Hopkinson*

Le projectile est constitué du même matériau que celui des barres d'entrée et de sortie, et de longueur égale à la distance entre les deux systèmes de jauges. Il est lancé sur la barre d'entrée par un canon à gaz ou à air comprimé. Le lanceur comporte un système optique permettant de mesurer la vitesse d'impact du projectile. Un autre système similaire placé au point d'impact permet de déclencher l'enregistrement de la mesure des jauges.

A l'impact du projectile sur la barre d'entrée, une onde élastique, ou visco-élastique, de compression est générée en « arrière » dans le projectile et en « avant » dans la barre d'entrée [DOM00]. Cette onde se propage dans la barre d'entrée et donne lieu au signal incident, déformation longitudinale $\varepsilon_i(t)$, mesuré par le premier système de jauges. A l'interface entre la barre d'entrée et l'échantillon, cette onde de compression est partiellement réfléchie dans la barre d'entrée sous la forme d'une onde de détente. Cela donne lieu à la déformation $\varepsilon_r(t)$, mesurée par le même système de jauges. La seconde partie de l'onde est en partie transmise, par l'intermédiaire de l'éprouvette, à la barre de sortie, donnant lieu à la déformation de compression $\varepsilon_t(t)$ mesurée par le deuxième système de jauges (Figure 92).

Ces phénomènes de transmission et de réflexion d'onde sont pilotés par la différence entre les impédances acoustiques des matériaux constitutifs des différents éléments du montage expérimental.

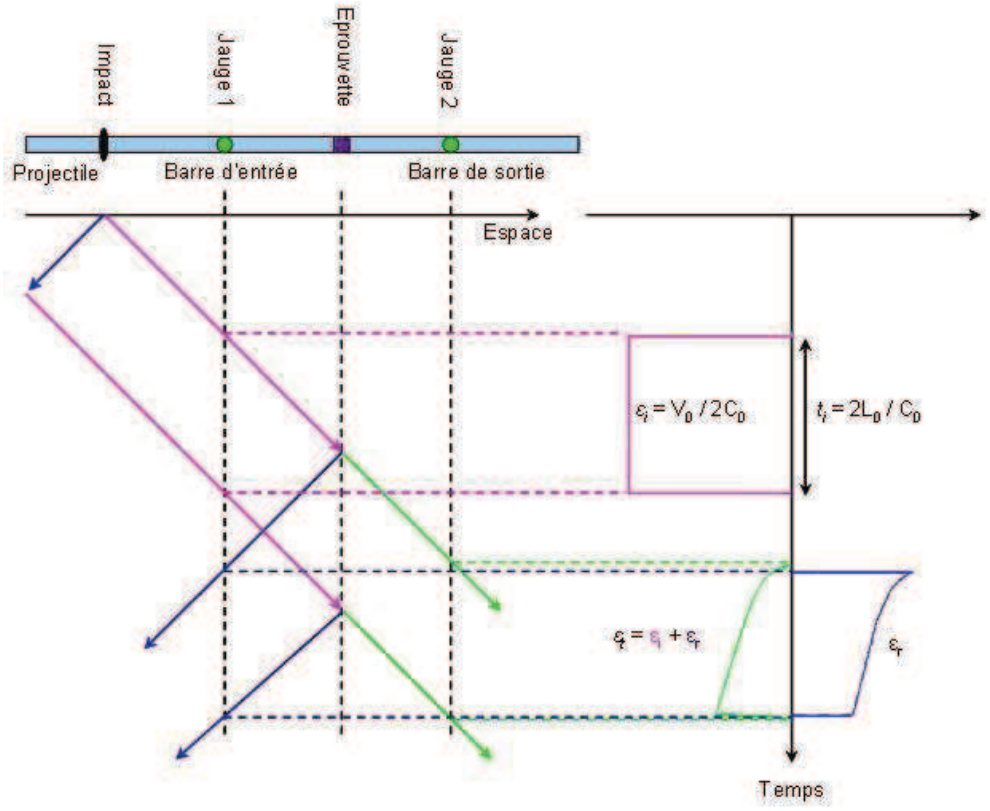


Figure 92 – *Principe de base des barres d'Hopkinson*

Déformation mesurée par les jauges et diagramme espace/temps de la propagation des ondes (ti est la durée de sollicitation sous choc et le temps mis par l'onde pour faire un aller-retour dans la barre d 'impact)

B.2 L'éprouvette

Elle est généralement de forme cylindrique (essai de traction/compression) avec des faces parallèles. Au cours de l'essai, sa section doit rester égale ou légèrement inférieure à celle des barres. Pour minimiser l'erreur due aux effets d'inertie radiale et longitudinale, sa hauteur Le doit s'approcher de la valeur :

$$L_e = \frac{\sqrt{3}}{3}.\nu.d \qquad (47)$$

avec ν le coefficient de Poisson du matériau testé et d le diamètre de l'échantillon.

B.3 Etalonnage des systèmes de mesures par jauges

Un essai périodique sans échantillon, appelé essai barre contre barre, doit permettre la vérification des valeurs théoriques de déformation fournies par les jauges. Dans ce cas, le niveau de la contrainte de compression est :

$$\sigma = \rho.c.\frac{V}{2} \qquad (48)$$

avec ρ la masse volumique du matériau des barres ; $c = \sqrt{\frac{E}{\rho}}$ la vitesse de propagation dans celui-ci de module d'élasticité E et V la vitesse de la barre d'impact. La durée de l'onde de compression est :

$$t = \frac{2L}{c} \qquad (49)$$

avec L la longueur du projectile.

L'insertion d'une éprouvette du même matériau que les barres permet de vérifier les déclenchements et décalages de temps des appareils mesurant les signaux de part et d'autre de l'échantillon.

B.4 Le dépouillement

Le signal des jauges, soumis à des paramètres correctifs (effet Pochammer-Chree, viscosité), fournit les valeurs de déformations des barres d'entrée et de sortie (incidente, réfléchie et transmise), qui sont traités par un logiciel.

Il s'agit d'obtenir la contrainte, calculée à l'aide de la section initiale de l'éprouvette, et la déformation, déterminée à l'aide de la hauteur initiale de cette même éprouvette, en fonction du temps.

Les valeurs instantanées de la contrainte de compression $\sigma(t)$, de la déformation longitudinale $\varepsilon(t)$ et de la vitesse de déformation $\dot{\varepsilon}(t)$ s'écrivent alors :

$$\sigma(t) = \frac{S_b}{S_e}.E.\varepsilon_t(t) \qquad (50)$$

$$\varepsilon(t) = -\frac{2.c}{L_e}.\int \varepsilon_r(t).dt \qquad (51)$$

$$\dot{\varepsilon}(t) = -\frac{2.c}{L_e}.\varepsilon_r(t) \qquad (52)$$

avec S_e et L_e, la section et la longueur de l'échantillon testé ; S_b, la section des barres ; E, le module d'élasticité des barres et c la vitesse du son dans les barres.

On peut également déterminer la vitesse des interfaces barres/échantillon et les forces exercées par les barres sur l'échantillon (**Erreur ! Source du renvoi introuvable.**) :

$$F_{entrante} = S_b.E.(\varepsilon_i + \varepsilon_r) \quad (53)$$

$$F_{sortante} = S_b.E.\varepsilon_t \quad (54)$$

$$V_{entrante} = c.(\varepsilon_i + \varepsilon_r) \quad (55)$$

$$V_{sortante} = c.\varepsilon_t \quad (56)$$

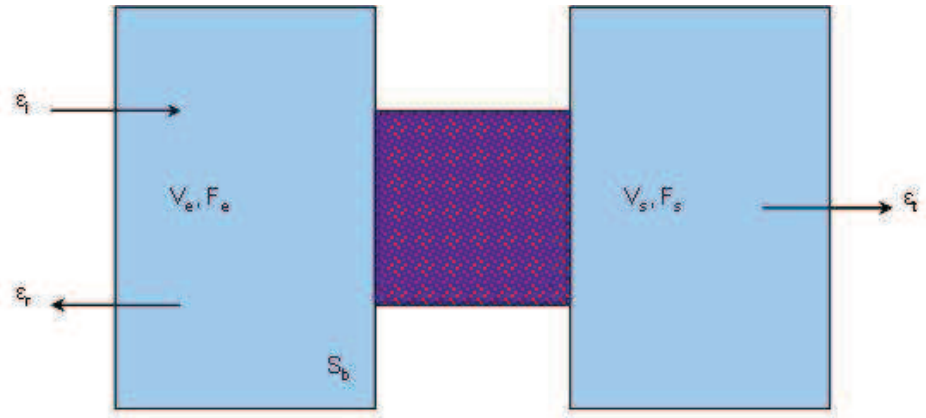


Figure 93 – *Principe de détermination des vitesses des interfaces barres/échantillon et des forces exercées par les barres sur l'échantillon*

Le raccourcissement de l'échantillon se calcule par intégration temporelle de la vitesse. Tout essai aux barres d'Hopkinson est précédé d'un essai dit « barre contre barre », permettant de calibrer les jauges et d'appliquer les facteurs correctifs adéquats.

Annexe C

LE CALORIMETRE DE COMBUSTION

L'appareil que nous utilisons a une température d'enceinte et de travail constante. Il permet de réaliser une mesure très précise du pouvoir calorifique d'une substance chimique donnée (Figure 94) [PAR10a].



Figure 94 – *Calorimètre de combustion isopéribole Parr 6200 avec sa bombe à oxygène et son sceau de refroidissement*

Dans ce calorimètre, la température de l'enceinte n'est pas asservie à la température de l'échantillon. En effet, elle reste constante au cours de l'expérience, grâce à la correction automatique des fuites thermiques entre le sceau calorimétrique et l'enceinte.

C.1 L'enceinte isotherme (Figure 94)

L'enceinte du calorimètre est rendue parfaitement isotherme par une circulation forcée d'eau à 35℃ dans une double paroi située au tour du sceau calorimétrique.
Pour minimiser les fuites thermiques, l'extérieur de l'enceinte est réalisée en fibre de verre renforcée de résine polyester. L'intérieur est, quant à lui, en alliage de Nickel, pour résister à la corrosion et permettre de meilleurs transferts de chaleur.

C.2 Le sceau colorimétrique (Figure 94)

Il a une forme ovale spécifique, permettant d'obtenir une bonne circulation de l'eau autour de la bombe qu'il contient, et d'atteindre le plus rapidement possible la température d'équilibre.

Cette circulation est produite par un agitateur dont la puissance mécanique perturbe peu les mesures thermiques par rayonnement.

Il est rempli avec deux litres d'eau, de manière à recouvrir entièrement la bombe.

La bombe à oxygène (Figure 95)

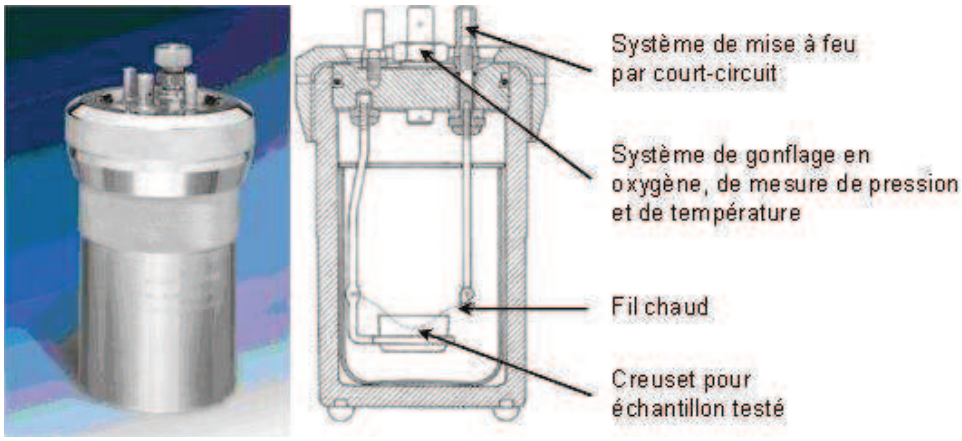


Figure 95 – *La bombe calorimétrique modifiée [PAR10b]*

Cette bombe complètement étanche est usinée dans un alliage d'acier inoxydable particulièrement résistant aux halogènes. Elle a une capacité de 342 ml et permet de contenir des surpressions de l'ordre de 40 bars et des températures dégagées par l'échantillon de 8000 calories.

Pour pouvoir effectuer différentes mesures au cours d'une expérience, un capteur de pression et trois thermocouples sont adaptés à la vanne de dépressurisation. Le capteur de pression est un capteur piézo-éléctrique céramique pouvant mesurer des pressions comprises entre 0 et 200 bars, avec une précision inférieur à 0,3%.

Annexe D

IDENTIFICATION DES PARAMETRES HYPER-ELASTIQUES C_{01} et C_{10} DU MODELE DE MOONEY-RIVLIN

Selon les hypothèses de la loi hyper-élastique de Mooney-Rivlin, la relation suivante doit être vérifiée :

$$G = 2.(C_{01} + C_{10}) \qquad (57)$$

Expérimentalement, nous ne pouvons pas déterminer les paramètres C01 et C10 de Mooney-Rivlin. Par contre, le module de cisaillement G est accessible grâce aux formules suivantes :

$$2.G = \frac{E}{1+\nu} \qquad (58)$$

$$3.K = \frac{E}{1-2.\nu} \qquad (59)$$

D.1 Détermination du module d'élasticité E

Le module d'élasticité E est obtenu en calculant la pente à l'origine de la courbe de compression de l'essai à 0,1 mm.s^{-1} (figure 1).

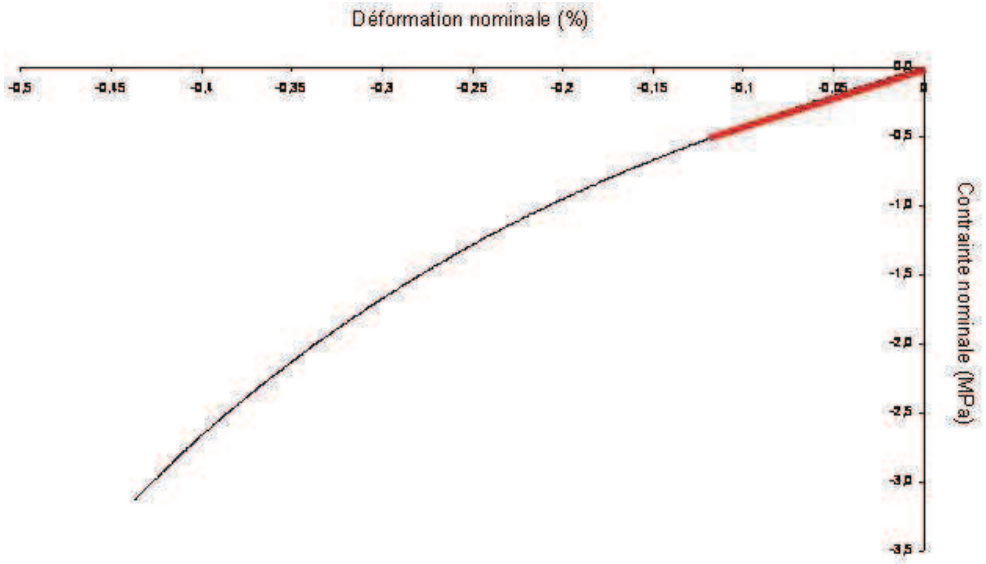


Figure 96 – *Détermination du module d'élasticité E sur l'essai de compression à 0,1mm.s^{-1}*

Nous obtenons alors E = 4,36 MPa.

D.2 Détermination du module de compressibilité K

Nous avons utilisé un essai de compression réalisé à la presse tri-axe du CEA Gramat, sur un échantillon de PBHT (diamètre 20 mm, hauteur 40 mm). Les jauges de déformations et de pression permettent alors d'enregistrer quoi ?
Lorsque l'on trace l'évolution de la pression P (en MPa) en fonction de la variation volumique $\frac{dV}{V}$ (en %), on obtient une courbe d'équation :

$$P = 3{,}6626.\left(\frac{dV}{V}\right)^2 - 40{,}815.\frac{dV}{V} + 63{,}394 \qquad (60)$$

On dérive cette expression de la pression en fonction de la variation volumique pour obtenir une droite d'équation :

$$\frac{\partial P}{\partial\left(\frac{dV}{V}\right)} = 7{,}3252.\frac{dV}{V} - 40{,}815 \qquad (61)$$

Le module de compressibilité K est « l'ordonnée à l'origine » de cette droite. Donc, nous avons K = 4,08 GPa.

D.3 Vérification du coefficient de Poisson ν

Nous pouvons alors vérifier la valeur du coefficient de Poisson que l'on obtient pour le PBHT. En théorie, un élastomère a un comportement quasi-incompressible, et possède donc un coefficient de Poisson légèrement inférieur à 0,5. Avec l'expression suivante :

$$\nu = \frac{1}{2}.\left(1 - \frac{E}{3.K}\right) \qquad (62)$$

Nous obtenons ν = 0,49983. Nous pouvons alors en déduire le module de cisaillement G = 1,37 MPa.

Annexe E

LE LOGICIEL DE CORRELATION D'IMAGE VIC-2D

E.1 Principe [VIC10]

Ce logiciel est un moyen non-intrusif, permettant d'obtenir à l'aide d'une caméra des données, ponctuelle ou globale, sur les champs de déplacements, de déformations, de vitesses, etc. en surface d'un matériau soumis à un essai mécanique.

La déformée entre deux images consécutives, l'une étant définie comme référence et l'autre comme déformée, d'une partie de la texture (aléatoire) de la surface d'un objet donne accès au champ de déplacements (Figure 97). Le motif aléatoire est généré soit par l'état de surface de l'échantillon soit par la réalisation d'un mouchetis (à l'aide de peintures par exemple).

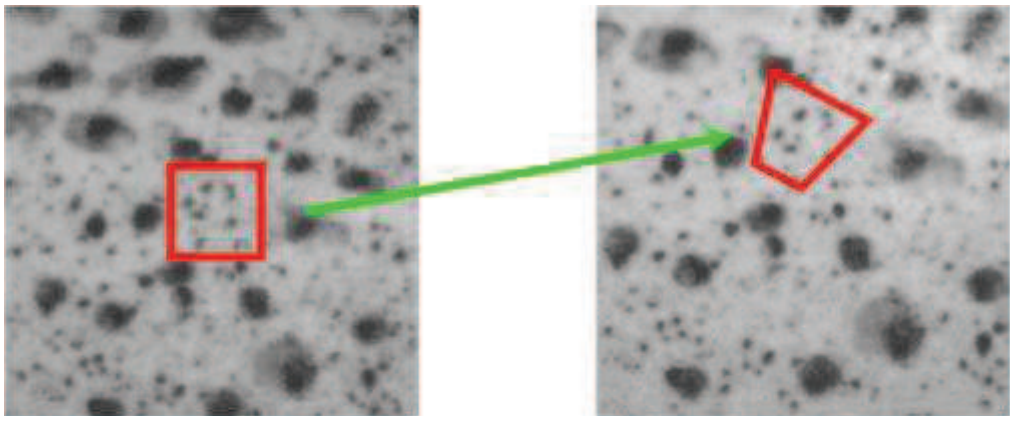


Figure 97 – *Principe de poursuite de proche en proche du motif aléatoire d'une image*

Obtention du champ de déplacements entre une image de référence et une image déformée

Pour se faire, on définit sur l'image de référence une zone d'intérêt, dans laquelle se feront les calculs, puis on précise la taille des motifs de base (zone de corrélation) sur lesquels sera effectuée la corrélation (rectangle rouge de la Figure 97 et Figure 98).

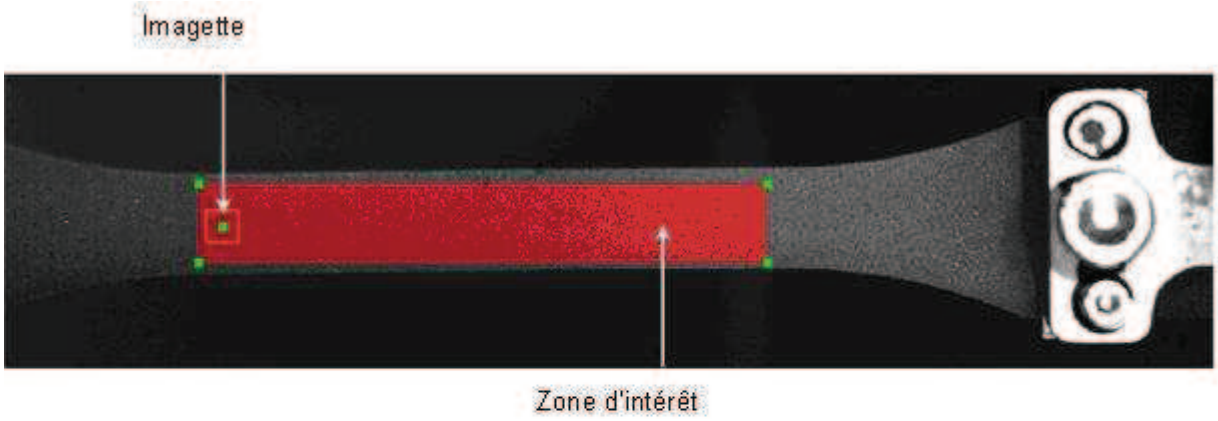


Figure 98 – *Définition de la zone d'intérêt et du motif (ou imagette) sur l'image de référence sur une éprouvette de traction*

Grâce aux méthodes classiques, utilisant éventuellement une transformée de Fourier, le logiciel va alors chercher à maximiser la fonction d'intercorrélation sur les niveaux de gris des pixels contenus dans les motifs entre l'image de référence et l'image déformée :

$$C(x,y,u,v) = \sum_{i,j=-\frac{n}{2}}^{\frac{n}{2}} [I(x+i,y+j) - I^*(x+u+i,y+v+j)]^2 \qquad (63)$$

où (x,y) les coordonnées du pixel central de l'image de référence, (u,v) les déplacements respectivement selon x et y, n la taille du motif, I l'image de référence et I* l'image déformée. Le maximum étant obtenu lorsque le motif de l'image déformée est déplacé d'une valeur (u,v) permettant la meilleure coïncidence avec le motif correspondant sur l'image de référence (Figure 99).

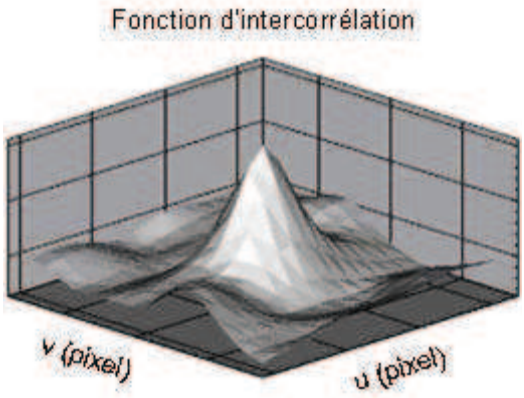


Figure 99 – *Fonction d'intercorrélation 2D et maximum correspondant au déplacement moyen du motif*

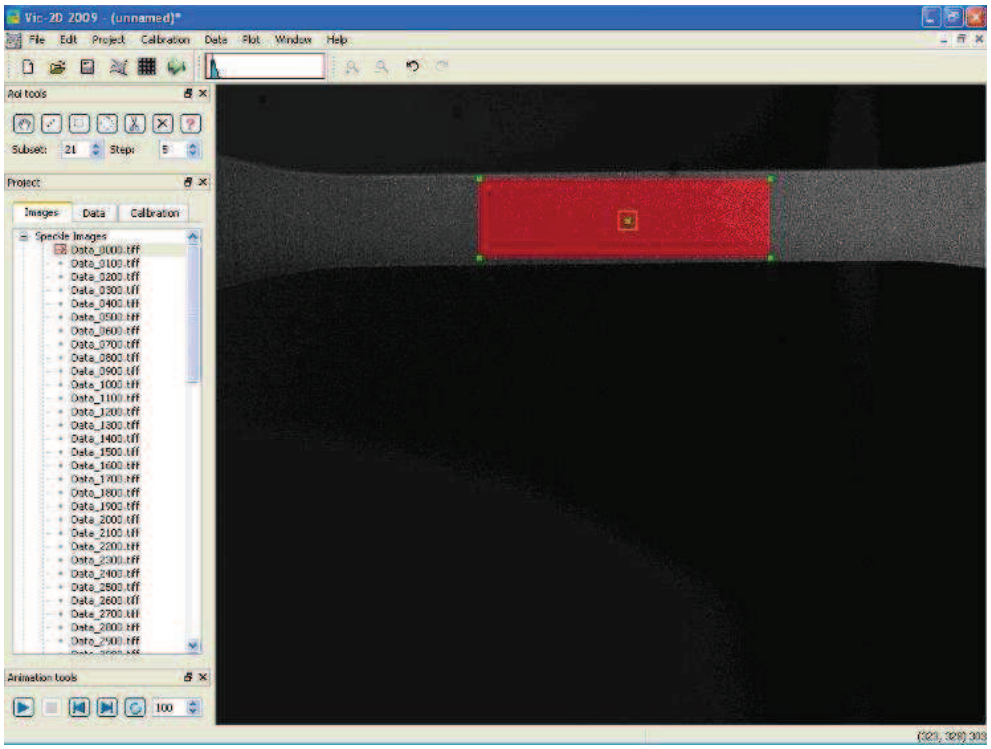
Les déformations sont alors obtenues en dérivant le champ de déplacements obtenu plus ou moins des solutions de filtrage du bruit ou en ajustant un champ de déplacement de type Eléments Finis par exemple. De même les vitesses de déformation sont obtenues par dérivation temporelle.

Annexe F

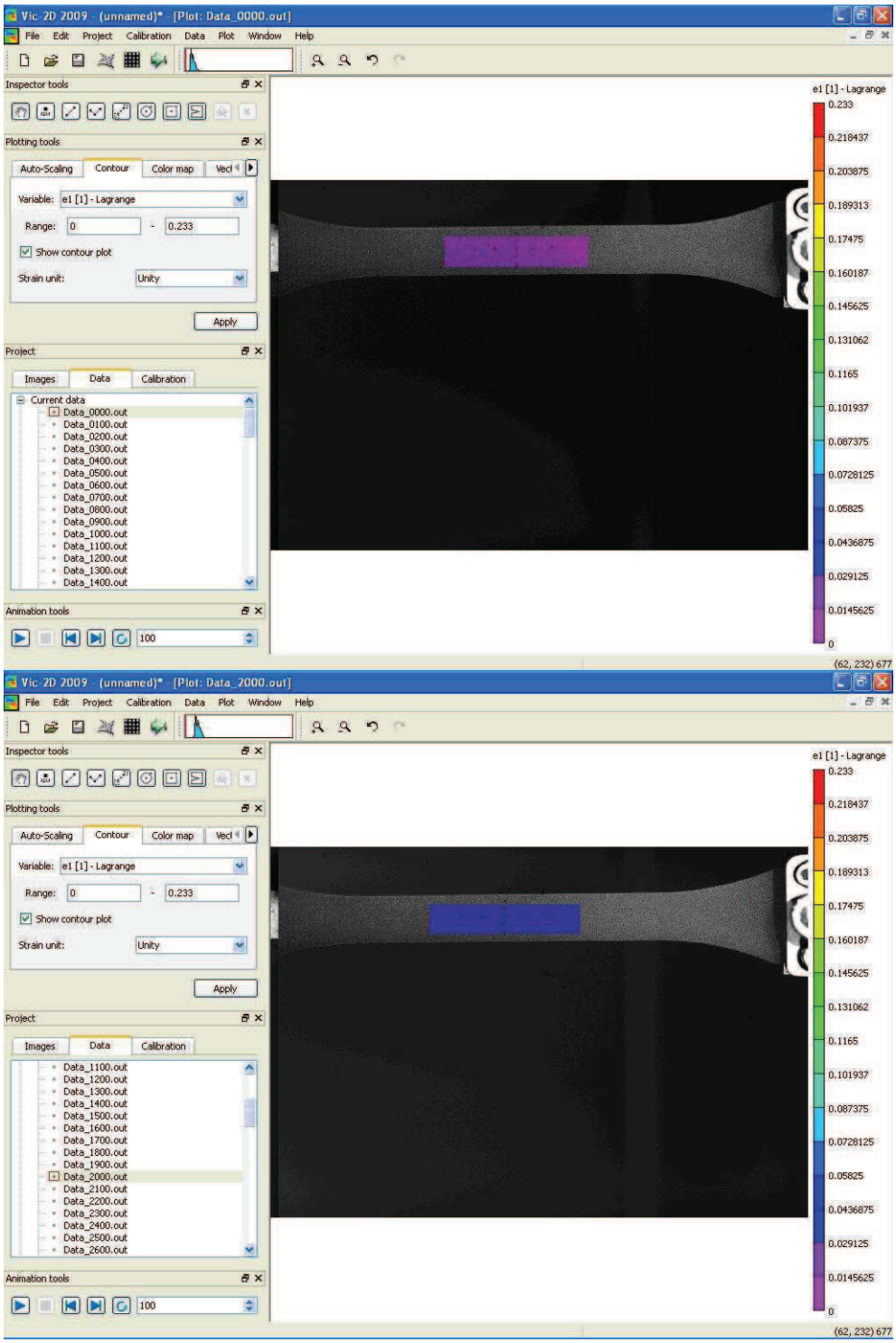
CORRELATION D'IMAGE SUR UN ESSAI DE TRACTION SIMPLE (PBHT)

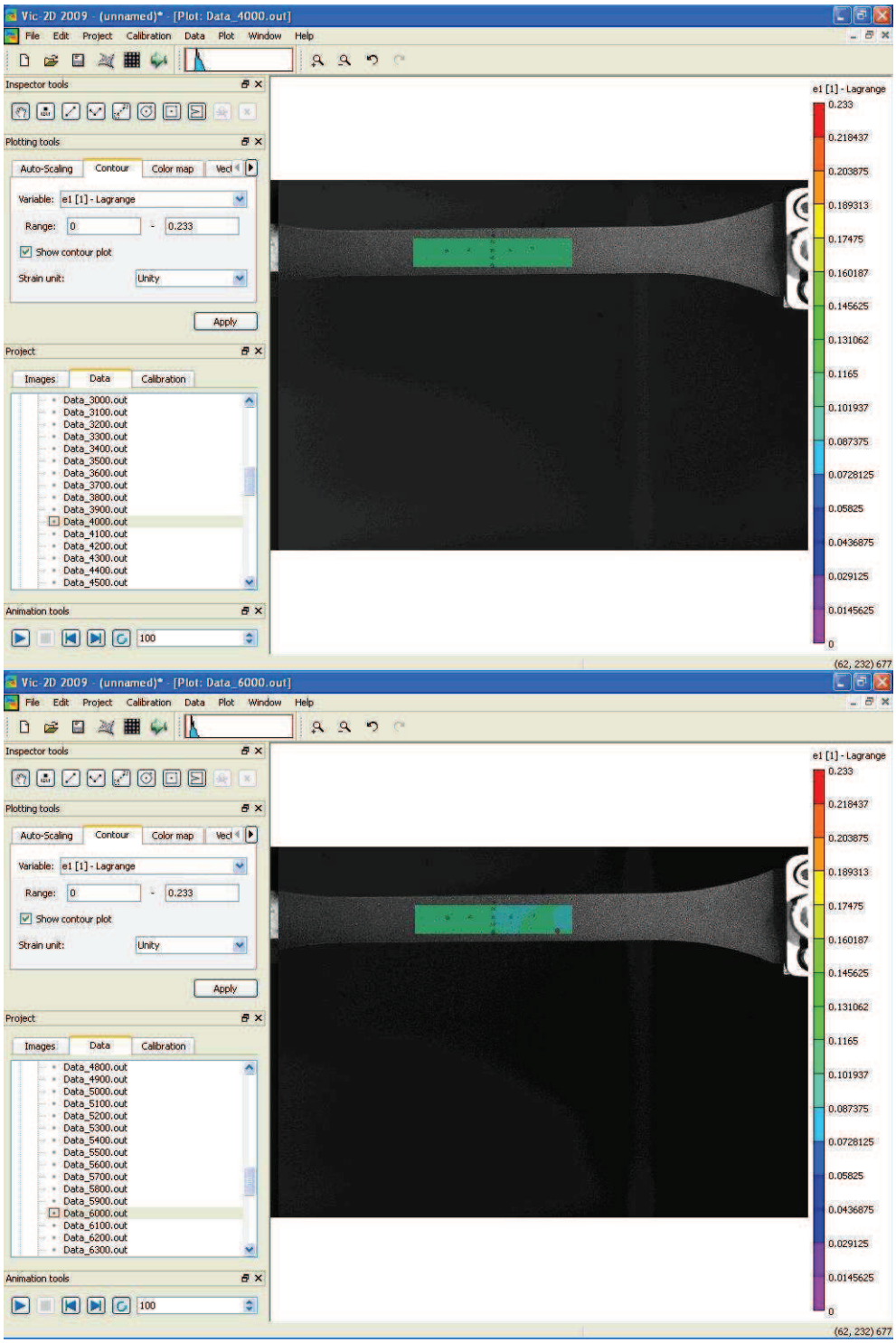
Condition de la corrélation :

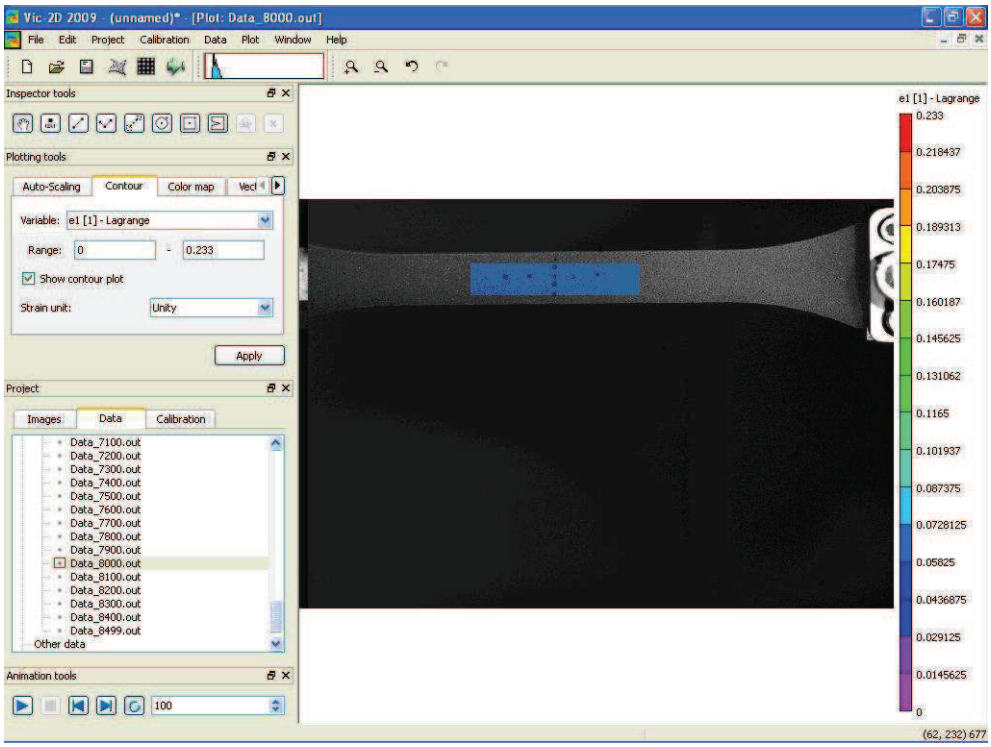
- lagrange non incrémental,
- amplitude 12 mm,
- vitesse de traction 1 $mm.s^{-1}$.



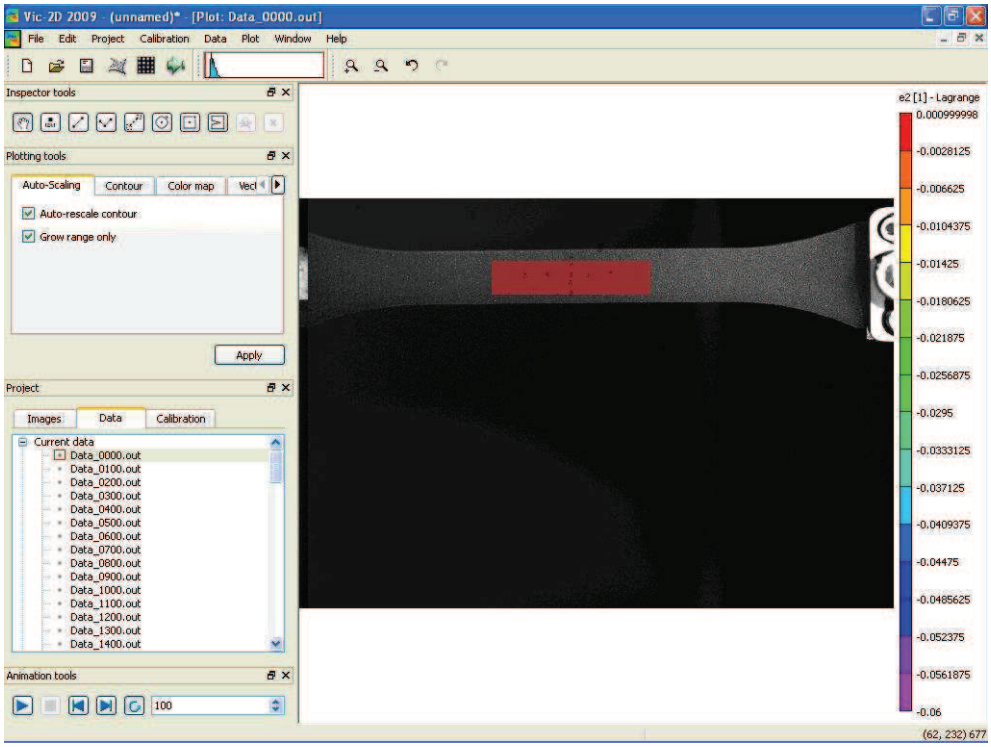
F.1 Déformation principale selon l'axe de traction x (E_{11})

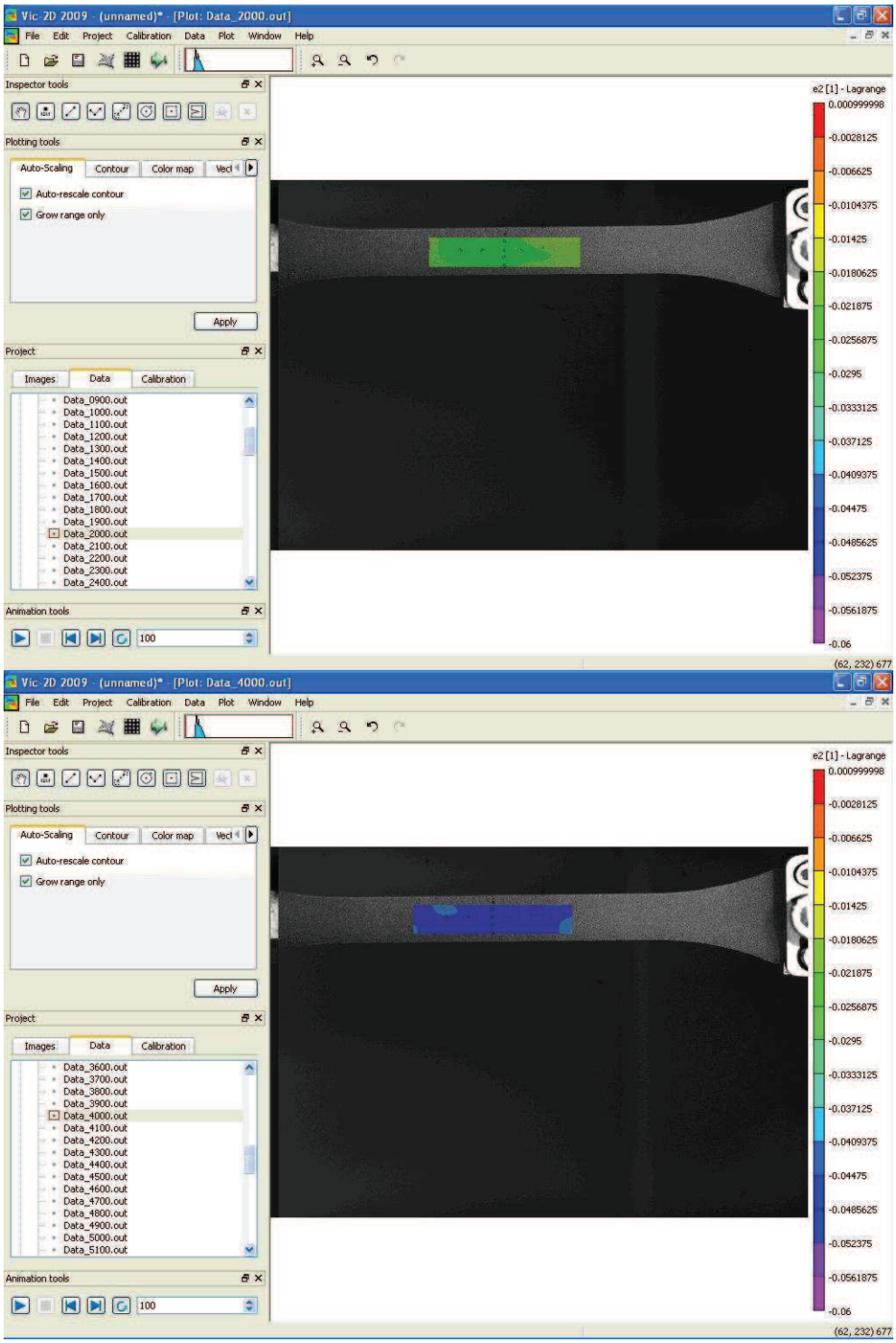

Vic-2D 2009 - (unnamed)* - [Plot: Data_0000.out]
File Edit Project Calibration Data Plot Window Help
Inspector tools
Plotting tools
Auto-Scaling Contour Color map Vect
Variable: e1 [1] - Lagrange
Range: 0 - 0.233
Show contour plot
Strain unit: Unity
Apply
Project
Images Data Calibration
Current data
Data_0000.out
Data_0100.out
Data_0200.out
Data_0300.out
Data_0400.out
Data_0500.out
Data_0600.out
Data_0700.out
Data_0800.out
Data_0900.out
Data_1000.out
Data_1100.out
Data_1200.out
Data_1300.out
Data_1400.out
Animation tools
100
e1 [1] - Lagrange
0.233
0.218437
0.203875
0.189313
0.17475
0.160187
0.145625
0.131062
0.1165
0.101937
0.087375
0.0728125
0.05825
0.0436875
0.029125
0.0145625
0
(62, 232) 677
Vic-2D 2009 - (unnamed)* - [Plot: Data_2000.out]
File Edit Project Calibration Data Plot Window Help
Inspector tools
Plotting tools
Auto-Scaling Contour Color map Vect
Variable: e1 [1] - Lagrange
Range: 0 - 0.233
Show contour plot
Strain unit: Unity
Apply
Project
Images Data Calibration
Data_1100.out
Data_1200.out
Data_1300.out
Data_1400.out
Data_1500.out
Data_1600.out
Data_1700.out
Data_1800.out
Data_1900.out
Data_2000.out
Data_2100.out
Data_2200.out
Data_2300.out
Data_2400.out
Data_2500.out
Data_2600.out
Animation tools
100
e1 [1] - Lagrange
0.233
0.218437
0.203875
0.189313
0.17475
0.160187
0.145625
0.131062
0.1165
0.101937
0.087375
0.0728125
0.05825
0.0436875
0.029125
0.0145625
0
(62, 232) 677

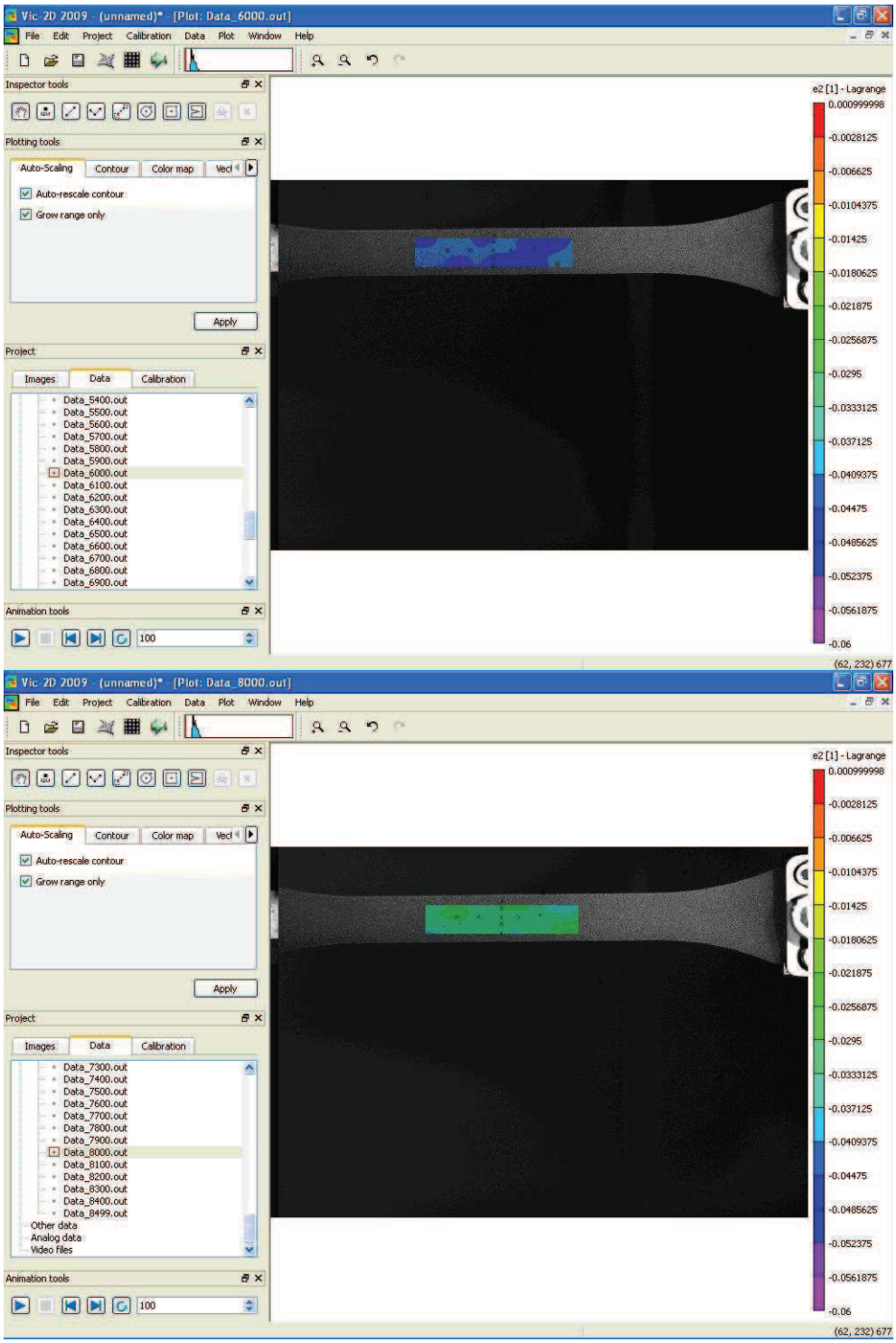

Vic-2D 2009 - (unnamed)* - [Plot: Data_4000.out]
File Edit Project Calibration Data Plot Window Help
Inspector tools
Plotting tools
Auto-Scaling Contour Color map Vect
Variable: e1 [1] - Lagrange
Range: 0 - 0.233
Show contour plot
Strain unit: Unity
Apply
Project
Images Data Calibration
Data_3000.out
Data_3100.out
Data_3200.out
Data_3300.out
Data_3400.out
Data_3500.out
Data_3600.out
Data_3700.out
Data_3800.out
Data_3900.out
Data_4000.out
Data_4100.out
Data_4200.out
Data_4300.out
Data_4400.out
Data_4500.out
Animation tools
100
e1 [1] - Lagrange
0.233
0.218437
0.203875
0.189313
0.17475
0.160187
0.145625
0.131062
0.1165
0.101937
0.087375
0.0728125
0.05825
0.0436875
0.029125
0.0145625
0
(62, 232) 677
Vic-2D 2009 - (unnamed)* - [Plot: Data_6000.out]
File Edit Project Calibration Data Plot Window Help
Inspector tools
Plotting tools
Auto-Scaling Contour Color map Vect
Variable: e1 [1] - Lagrange
Range: 0 - 0.233
Show contour plot
Strain unit: Unity
Apply
Project
Images Data Calibration
Data_4800.out
Data_4900.out
Data_5000.out
Data_5100.out
Data_5200.out
Data_5300.out
Data_5400.out
Data_5500.out
Data_5600.out
Data_5700.out
Data_5800.out
Data_5900.out
Data_6000.out
Data_6100.out
Data_6200.out
Data_6300.out
Animation tools
100
e1 [1] - Lagrange
0.233
0.218437
0.203875
0.189313
0.17475
0.160187
0.145625
0.131062
0.1165
0.101937
0.087375
0.0728125
0.05825
0.0436875
0.029125
0.0145625
0
(62, 232) 677



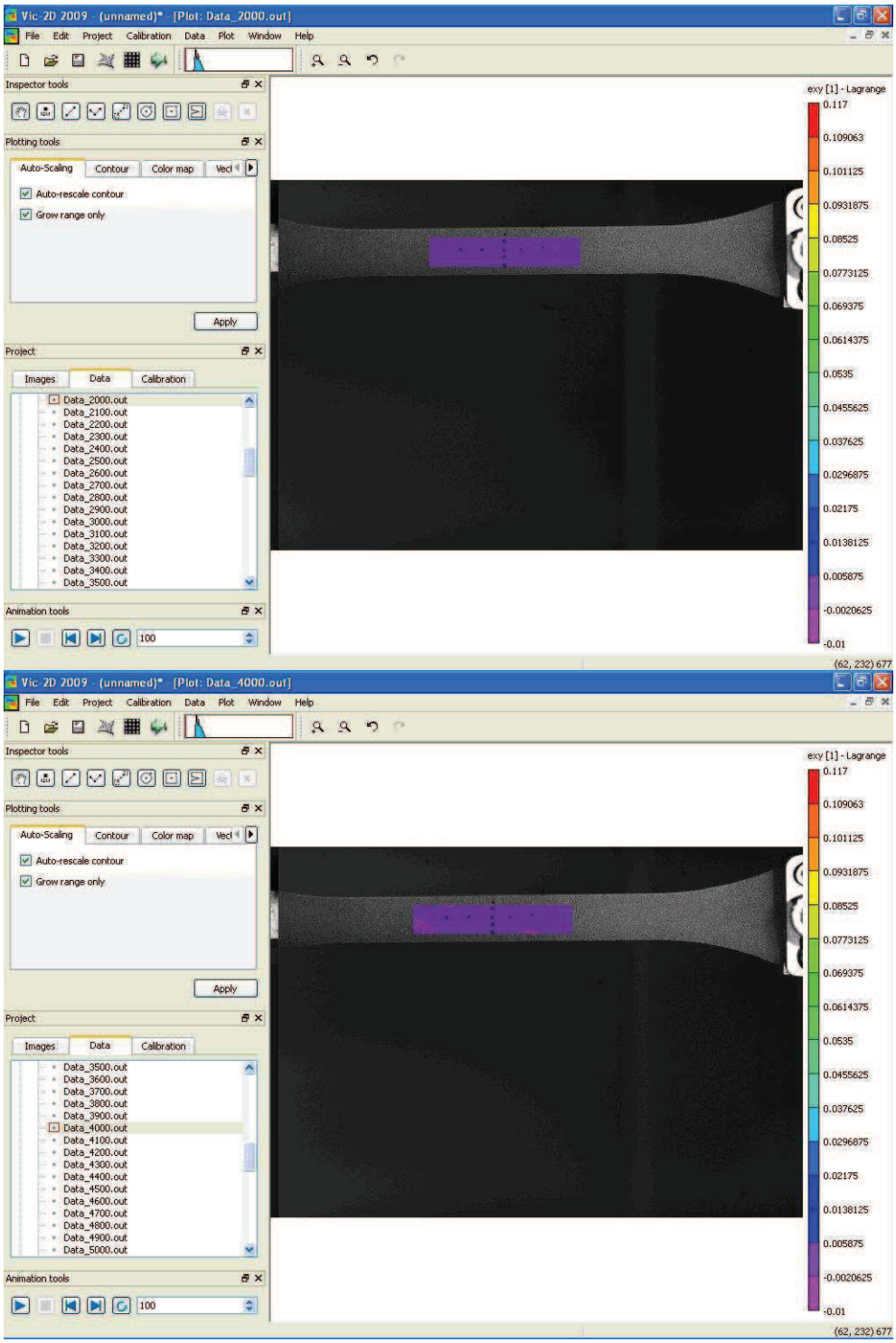
F.2 Déformation principale selon l'axe transversal (E_{22})

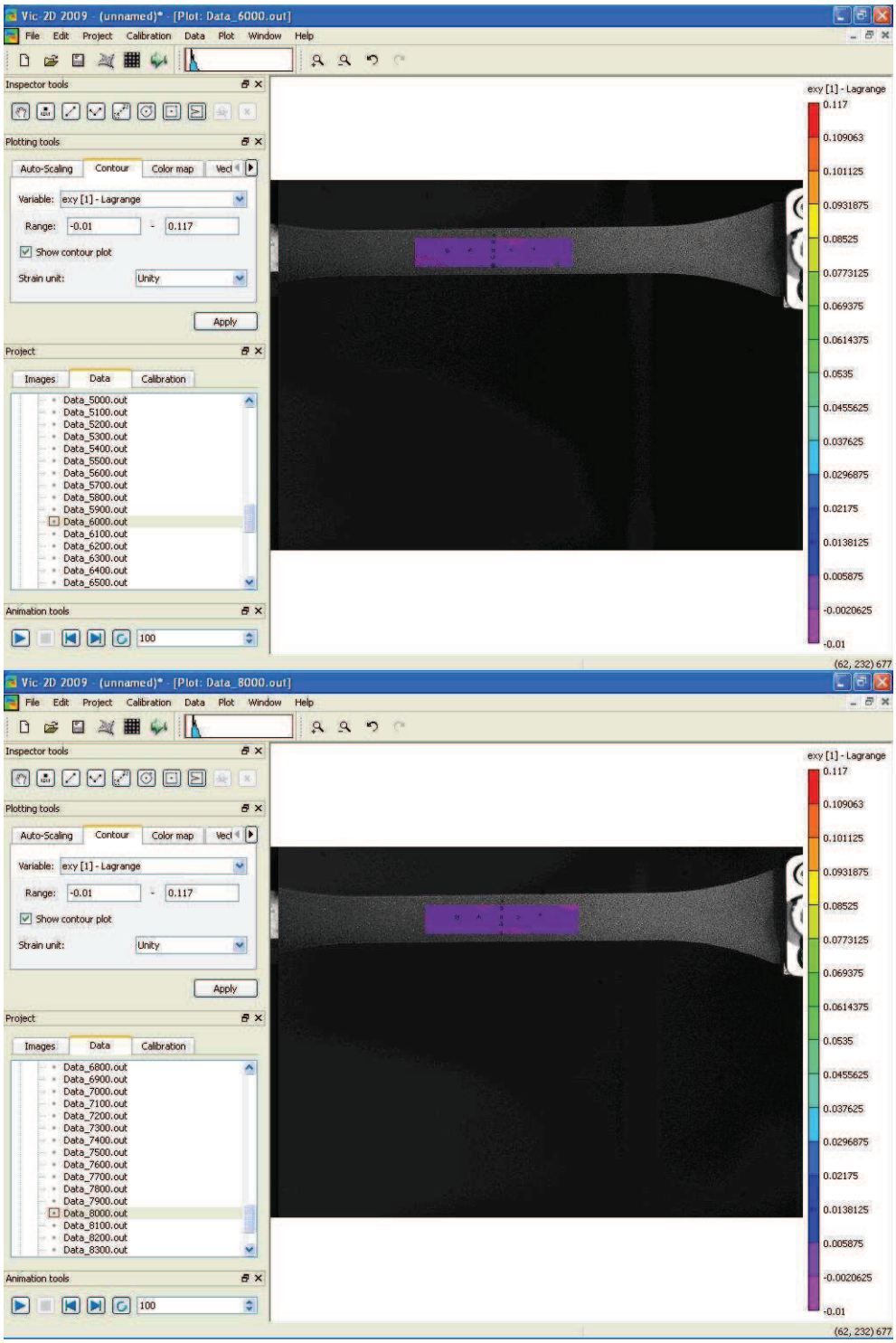



Vic-2D 2009 - (unnamed)* - [Plot: Data_2000.out]
File Edit Project Calibration Data Plot Window Help
Inspector tools
Plotting tools
Auto-Scaling Contour Color map Vect
Auto-rescale contour
Grow range only
Apply
Project
Images Data Calibration
Data_0900.out
Data_1000.out
Data_1100.out
Data_1200.out
Data_1300.out
Data_1400.out
Data_1500.out
Data_1600.out
Data_1700.out
Data_1800.out
Data_1900.out
Data_2000.out
Data_2100.out
Data_2200.out
Data_2300.out
Data_2400.out
Animation tools
100
e2 [1] - Lagrange
0.000999998
-0.0028125
-0.006625
-0.0104375
-0.01425
-0.0180625
-0.021875
-0.0256875
-0.0295
-0.0333125
-0.037125
-0.0409375
-0.04475
-0.0485625
-0.052375
-0.0561875
-0.06
(62, 232) 677
Vic-2D 2009 - (unnamed)* - [Plot: Data_4000.out]
File Edit Project Calibration Data Plot Window Help
Inspector tools
Plotting tools
Auto-Scaling Contour Color map Vect
Auto-rescale contour
Grow range only
Apply
Project
Images Data Calibration
Data_3600.out
Data_3700.out
Data_3800.out
Data_3900.out
Data_4000.out
Data_4100.out
Data_4200.out
Data_4300.out
Data_4400.out
Data_4500.out
Data_4600.out
Data_4700.out
Data_4800.out
Data_4900.out
Data_5000.out
Data_5100.out
Animation tools
100
e2 [1] - Lagrange
0.000999998
-0.0028125
-0.006625
-0.0104375
-0.01425
-0.0180625
-0.021875
-0.0256875
-0.0295
-0.0333125
-0.037125
-0.0409375
-0.04475
-0.0485625
-0.052375
-0.0561875
-0.06
(62, 232) 677



F.3 Déformation principale en cisaillement (E_{12})


Vic-2D 2009 - (unnamed)* - [Plot: Data_2000.out]
File Edit Project Calibration Data Plot Window Help
Inspector tools
Plotting tools
Auto-Scaling Contour Color map Vect
Auto-rescale contour
Grow range only
Apply
Project
Images Data Calibration
Data_2000.out
Data_2100.out
Data_2200.out
Data_2300.out
Data_2400.out
Data_2500.out
Data_2600.out
Data_2700.out
Data_2800.out
Data_2900.out
Data_3000.out
Data_3100.out
Data_3200.out
Data_3300.out
Data_3400.out
Data_3500.out
Animation tools
100
exy [1] - Lagrange
0.117
0.109063
0.101125
0.0931875
0.08525
0.0773125
0.069375
0.0614375
0.0535
0.0455625
0.037625
0.0296875
0.02175
0.0138125
0.005875
-0.0020625
-0.01
(62, 232) 677
Vic-2D 2009 - (unnamed)* - [Plot: Data_4000.out]
File Edit Project Calibration Data Plot Window Help
Inspector tools
Plotting tools
Auto-Scaling Contour Color map Vect
Auto-rescale contour
Grow range only
Apply
Project
Images Data Calibration
Data_3500.out
Data_3600.out
Data_3700.out
Data_3800.out
Data_3900.out
Data_4000.out
Data_4100.out
Data_4200.out
Data_4300.out
Data_4400.out
Data_4500.out
Data_4600.out
Data_4700.out
Data_4800.out
Data_4900.out
Data_5000.out
Animation tools
100
exy [1] - Lagrange
0.117
0.109063
0.101125
0.0931875
0.08525
0.0773125
0.069375
0.0614375
0.0535
0.0455625
0.037625
0.0296875
0.02175
0.0138125
0.005875
-0.0020625
-0.01
(62, 232) 677


Vic-2D 2009 - (unnamed)* - [Plot: Data_6000.out]
File Edit Project Calibration Data Plot Window Help
Inspector tools
Plotting tools
Auto-Scaling Contour Color map Vect
Variable: exy [1] - Lagrange
Range: -0.01 - 0.117
Show contour plot
Strain unit: Unity
Apply
Project
Images Data Calibration
Data_5000.out
Data_5100.out
Data_5200.out
Data_5300.out
Data_5400.out
Data_5500.out
Data_5600.out
Data_5700.out
Data_5800.out
Data_5900.out
Data_6000.out
Data_6100.out
Data_6200.out
Data_6300.out
Data_6400.out
Data_6500.out
Animation tools
100
exy [1] - Lagrange
0.117
0.109063
0.101125
0.0931875
0.08525
0.0773125
0.069375
0.0614375
0.0535
0.0455625
0.037625
0.0296875
0.02175
0.0138125
0.005875
-0.0020625
-0.01
(62, 232) 677
Vic-2D 2009 - (unnamed)* - [Plot: Data_8000.out]
File Edit Project Calibration Data Plot Window Help
Inspector tools
Plotting tools
Auto-Scaling Contour Color map Vect
Variable: exy [1] - Lagrange
Range: -0.01 - 0.117
Show contour plot
Strain unit: Unity
Apply
Project
Images Data Calibration
Data_6800.out
Data_6900.out
Data_7000.out
Data_7100.out
Data_7200.out
Data_7300.out
Data_7400.out
Data_7500.out
Data_7600.out
Data_7700.out
Data_7800.out
Data_7900.out
Data_8000.out
Data_8100.out
Data_8200.out
Data_8300.out
Animation tools
100
exy [1] - Lagrange
0.117
0.109063
0.101125
0.0931875
0.08525
0.0773125
0.069375
0.0614375
0.0535
0.0455625
0.037625
0.0296875
0.02175
0.0138125
0.005875
-0.0020625
-0.01
(62, 232) 677

Annexe G

LE VISCOANALYSEUR

Il permet de réaliser un essai mécanique dynamique (DMA), au cours duquel l'échantillon subit une déformation sinusoïdale, généralement de très faible amplitude (viscoélasticité linéaire). La contrainte résultante est mesurée et permet de déterminer plusieurs caractéristiques intrinsèques du matériau considéré :

- Le module d'Young complexe E^*, ou de cisaillement G^*, en fonction principalement de la température et de la fréquence de sollicitation ;
- Le facteur d'amortissement, ou de perte, $\tan\delta$ en fonction de la température et de la fréquence ;
- La température de transition vitreuse T_g ainsi que les températures de transition secondaire qui dépendent de la fréquence et de la pression pour les élastomères.

Contrairement aux métaux, les polymères thermoplastiques et les élastomères présentent des modules viscoélastiques et des facteurs de perte qui varient fortement avec la température et la fréquence. La technique DMA/DMTA permet dès lors de caractériser finement un échantillon de matériau viscoélastique et représente un outil d'évaluation bien adapté aux polymères. Elle s'intègre à l'ensemble des méthodes d'analyse thermique (DSC, TGA, TMA, thermodilatométrie, etc.).

G.1 Description [BOS10]

Apparus au début des années 1970, les viscoanalyseurs (ou rhéomètres ou DMA) sont composés (Figure 100) :

- d'un générateur de signaux sinusoïdaux à fréquence et amplitude programmables ;
- d'un amplificateur de puissance linéaire ;
- d'un pot d'excitation ou actionneur ;
- d'un capteur de déplacement ;
- d'un capteur de force dynamique ;

- d'une structure comprenant le porte-échantillon et l'échantillon (généralement de petite taille) à analyser.

Une fois enregistrés, les signaux délivrés par les capteurs subissent un traitement de façon à extraire les valeurs des grandeurs mécaniques.

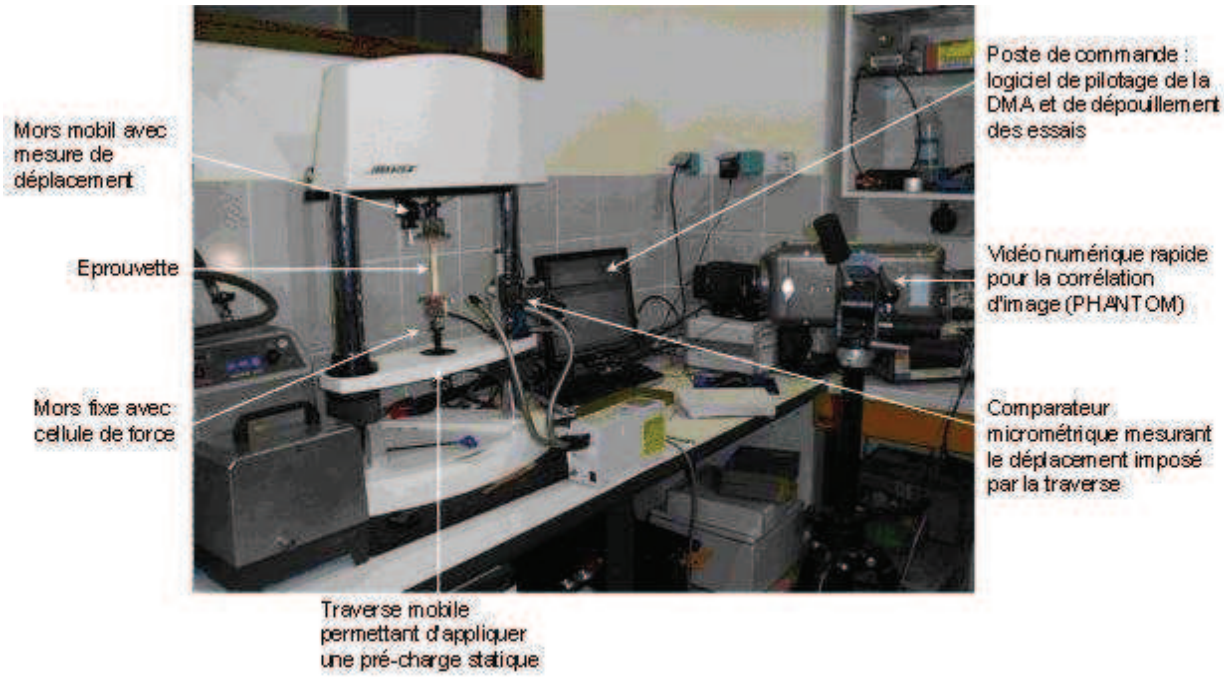


Figure 100 – *Viscoanalyseur de marque BOSE de type ELF3230*

L'échantillon (solide, pâteux ou liquide) et le porte-échantillon sont habituellement placés dans une enceinte thermostatée munie d'un ou plusieurs capteurs de température (e.g. thermocouples). L'enceinte peut être couplée à une source cryogénique (e.g. d'azote liquide) pour des essais en dessous de la température ambiante. Les multiples paramètres d'un essai sont gérés par ordinateur.

Les viscoanalyseurs couvrent généralement d'assez larges domaines d'étude. L'analyse continue d'un matériau sur une vaste plage de température est donc possible même s'il change d'état en cours de mesure, avec des variations de module sur plusieurs décades.

G.2 Principe général

Le viscoanalyseur utilise principalement les vibrations forcées en dehors de toute résonance. Il applique généralement un déplacement sinusoïdal (d'amplitude D_0) à

l'échantillon de matériau à analyser et mesure la force résultante (sinusoïdale en viscoélasticité linéaire, d'amplitude F_0). Les principes en viscoélasticité linéaire ne sont applicables qu'aux faibles niveaux de déformation de l'échantillon. Les essais en traction/compression ou en cisaillement sont généralement préférés pour l'obtention de données. Le logiciel de pilotage de ces machines d'essai propose deux possibilités : déplacement (proportionnel à une déformation) imposé ou, l'inverse, force imposée et mesure le déplacement nécessaire. Les mesures sont réalisées sur des rampes (mode « cinétique ») ou sur des paliers (mode stabilisé) de température.

Le déphasage entre les signaux sinusoïdaux d'excitation (entrée) et les signaux de sortie (eux aussi sinusoïdaux et de même fréquence dans le domaine viscoélastique linéaire, mais d'amplitude différente) est caractérisé par l'angle de déphasage δ. Le déphasage est lié aux propriétés viscoélastiques du matériau, en effet il représente la fraction d'énergie dissipée par viscosité sur celle restitué élastiquement. L'angle δ est généralement calculé à partir du traitement de ces signaux selon une transformée de Fourier rapide (notée FFT).

Si un déplacement sinusoïdal est appliqué à une fréquence *f*, la déformation longitudinale peut alors s'écrire :

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_0.\cos(\omega t) \qquad (64)$$

où ε_0 l'amplitude du cycle de déformation, $\omega = 2.\pi.f$ la pulsation en rad.s^{-1} et *t* le temps.

Le signal de réponse en contrainte de traction d'un matériau viscoélastique est déphasé (car ce dernier dissipe une partie de l'énergie en se déformant), soit :

$$\sigma(t) = \sigma_0.\cos(\omega t + \delta) \qquad (65)$$

où σ_0 l'amplitude du cycle de contrainte.

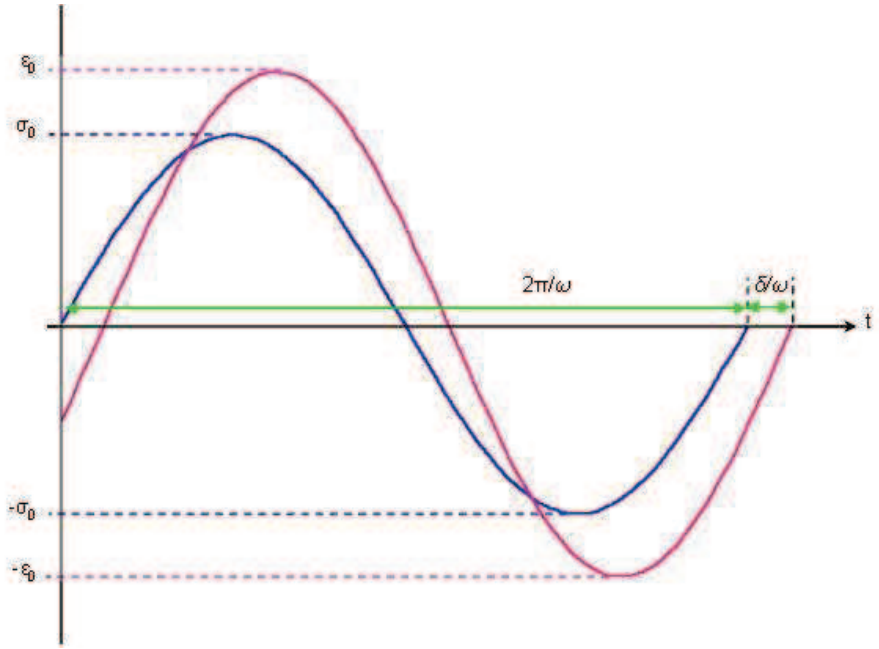


Figure 101 –*Représentation de la déformation imposée, de la contrainte mesurée et des grandeurs mesurées au cours d'un essai dynamique au viscoanalyseur*

Le facteur de perte du matériau est égal à la tangente de l'angle δ. La température de transition vitreuse T_g peut être déterminée à partir de la valeur maximale du facteur de perte. Connaissant le module complexe du matériau (i.e. $E^* = \sigma_0 / \varepsilon_0$) et l'angle de perte, on en déduit le module de conservation, $E' = E^*.\cos\delta$, et de perte, $E' = E^*.\sin\delta$.

L'évolution des caractéristiques intrinsèques du matériau est étudiée en réalisant un balayage en température et/ou en fréquence de sollicitation. Le principe d'équivalence température/temps, lorsqu'il s'applique, peut alors être utilisé pour corréler les propriétés du matériau pour toutes les températures et fréquences mesurées [NAS85].

G.3 Température de transition vitreuse T_g

De façon générale, c'est le signal d'amortissement, i.e., tan δ, qui permet de définir la température de transition vitreuse à une fréquence donnée. Sa valeur est déterminée en traçant la courbe à isofréquence tan δ. en fonction de la température T. La température à laquelle la valeur du facteur de perte est maximale est la

température de transition vitreuse. Il existe d'autres définitions, comme par exemple la température à laquelle la pente de *G'* est maximale.

La fréquence d'excitation est le deuxième facteur environnemental important après la température. Pour une température fixée, et hors phénomène de résonance, le module *E'* augmente de façon continue avec la fréquence. L'augmentation de module est la plus importante dans les zones de transition. Le facteur d'amortissement atteint sa valeur maximale dans la zone de transition vitreuse et est maximum à la transition. Une augmentation de fréquence a pour corollaire une rigidification d'un matériau.

G.4 Caractéristiques techniques

La machine utilisée est de marque BOSE et de type « ElectroForce 3230 » [BOS]. Elle a les caractéristiques suivantes :

- Fréquence : de 10^{-5} Hz à 200 Hz ;
- Amplitude du déplacement dynamique maximale : 6,5 mm ;
- Amplitude de la force dynamique maximale : 450 N ;
- Déplacement statique maximal : 360 mm ;
- Force statique maximale : 160 N ;
- Vitesse de sollicitation : de 6.10-4 µm.sec^{-1} à 3,2 m.sec^{-1}.

Les multiples paramètres d'un essai sont gérés par le logiciel « WinTest DMA », qui sert également à piloter un test en automatique.

Annexe H

LE MICROTOMOGRAPHE

H.1 Principe

Nous utilisons un microtomographe SKYSCAN [SKY01] ayant les caractéristiques techniques suivantes :

- taille maximale de l'échantillon : 20 x 20 x 20 mm^3 ;
- taille de l'image 1024 x 1024 sur 12 bits de niveau de gris ;
- résolution spatiale : 5 µm ;
- temps d'intégration : de 100 msec à 10 sec ;
- tension maximale du faisceau : 100kV.

Il nous permet d'obtenir un scanner complet de la pastille, sur le principe de la radiographie aux rayons X (Figure 102).

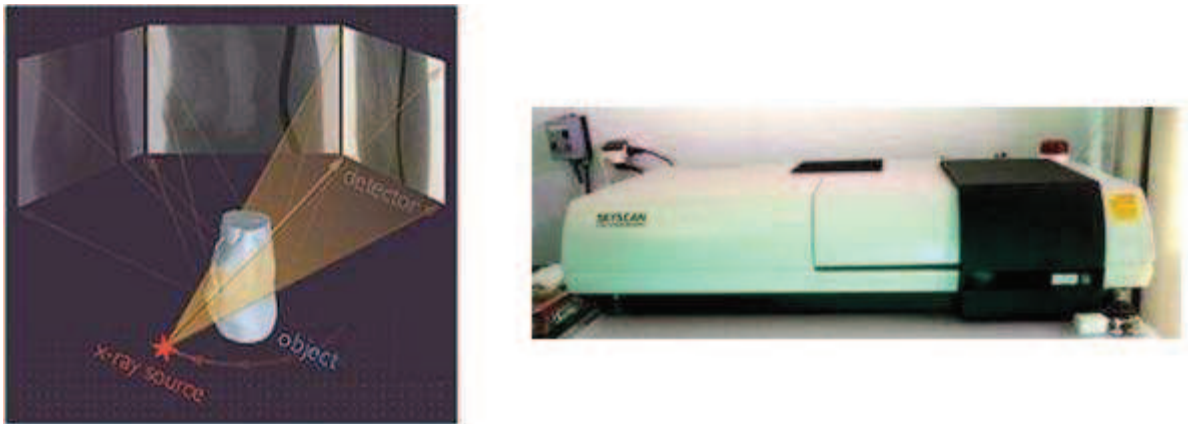


Figure 102 –*Le microtomographe et son principe de fonctionnement [SKY01]*

Annexe I

ESSAIS DE DIMENSIONNEMENT AUX BARRES D'HOPKINSON

Les pré-essais ont été faits sur un même échantillon de PBHT (diamètre 25 mm et épaisseur 5 mm), impacté 4 fois à des vitesses d'impact respectivement de 3,7 $m.s^{-1}$ (a), 8,8 $m.s^{-1}$ (b), 7,7 $m.s^{-1}$ (c) et 5,9 $m.s^{-1}$ (d).

Les essais ont été effectués sur un montage de compression, avec des barres en nylon de diamètre 40 mm et de longueur 3 m. Le projectile a le même diamètre que les barres et une longueur de1 m. Les mesures sont réalisée par deux jauges de déformation placées respectivement sur la barre d'entrée et sur la barre de sortie (Figure 103).

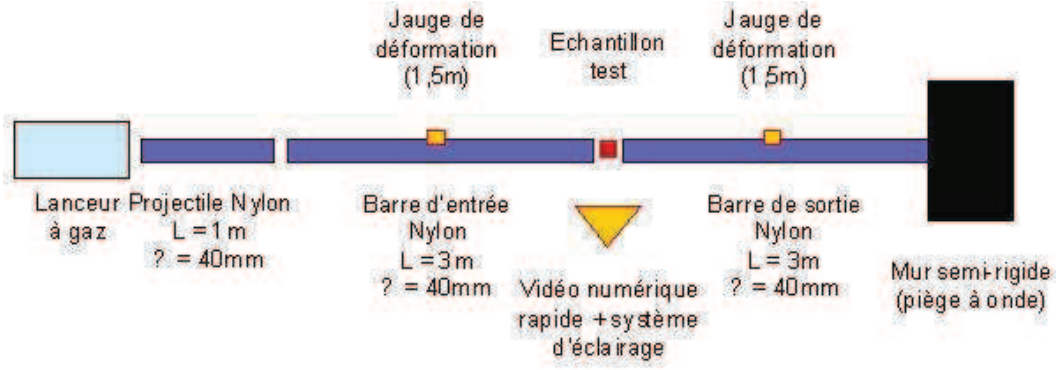


Figure 103 –*Schéma de la configuration expérimentale utilisée*

La durée d'écrasement dépend de la longueur du projectile. La vitesse des ondes élastiques dans les barres est de 1742 $m.s^{-1}$. La plus petite vitesse d'impact dépend de la pression nécessaire à faire sortir le projectile du fourreau du lanceur à gaz. Elle est estimée à environ 3 $m.s^{-1}$.

Pour le dépouillement, en utilisant le logiciel « DAVID », on tient compte du fait que les barres utilisées étant en nylon, elles ont donc un comportement visco-élastique dont il faut tenir compte à l'aide de facteurs correctifs. La contrainte nominale est calculée à partir de l'effort de sortie et du diamètre de l'échantillon.

La déformation nominale est calculée à l'aide de la hauteur de l'échantillon et par intégration temporelle de la vitesse de déformation, elle-même calculée à partir des vitesses aux interfaces entre les barres et l'échantillon. La Figure 104 montre les courbes de compression obtenues.

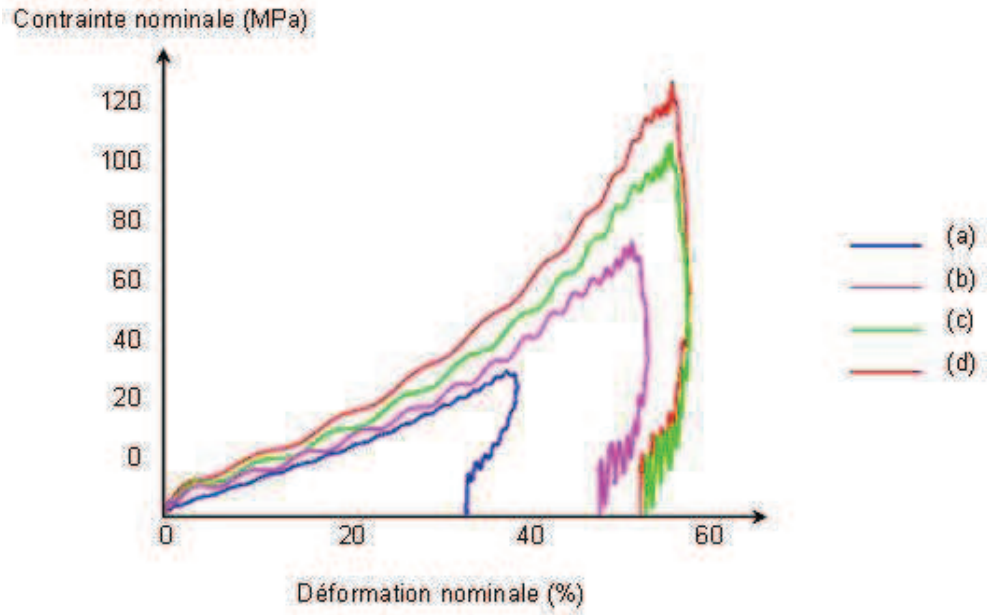


Figure 104 –*Courbes de compression*

On mesure un comportement rigidifiant, avec une contrainte maximale de 120 MPa et une déformation maximale de 60 %. L'analyse de la décharge est à prendre avec précaution car la qualité de la mesure est discutable dans ce domaine.

La Figure 105 montre les vitesses de déformation nominale.

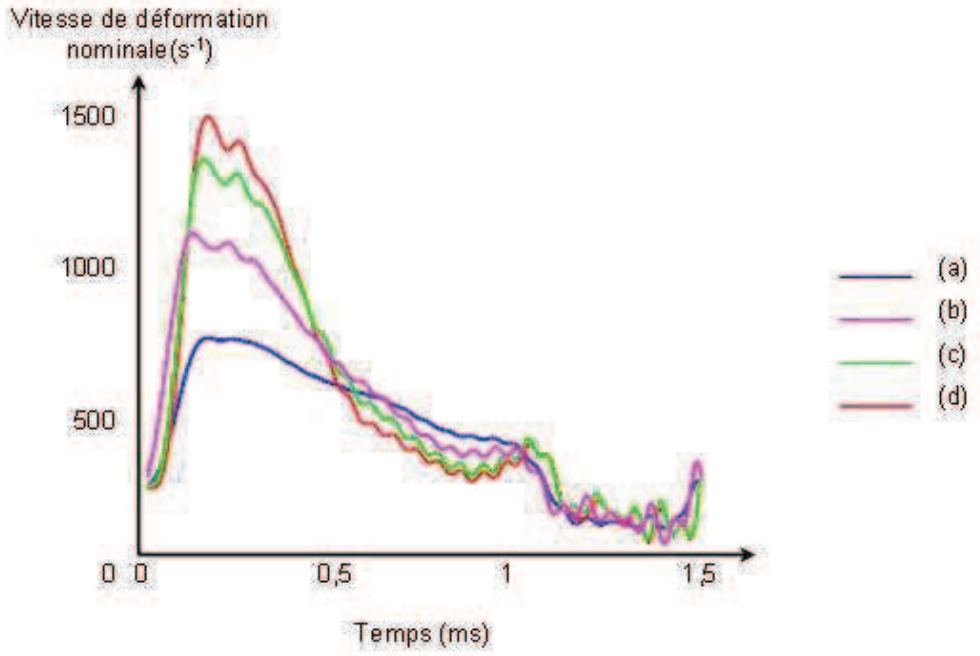


Figure 105 – *Vitesses de déformation nominale*

On remarque que la vitesse de déformation varie beaucoup pendant l'essai, car l'impédance de l'échantillon n'est pas très différente de celle des barres. De plus, le comportement étant rigidifiant, assez rapidement, l'impédance de l'échantillon augmente pour se rapprocher de celle des barres et la vitesse de déformation devient nulle.

La Figure 106 présente les efforts d'entrée et de sortie afin de juger qualitativement de la validité de l'hypothèse d'"équilibre" de l'échantillon.

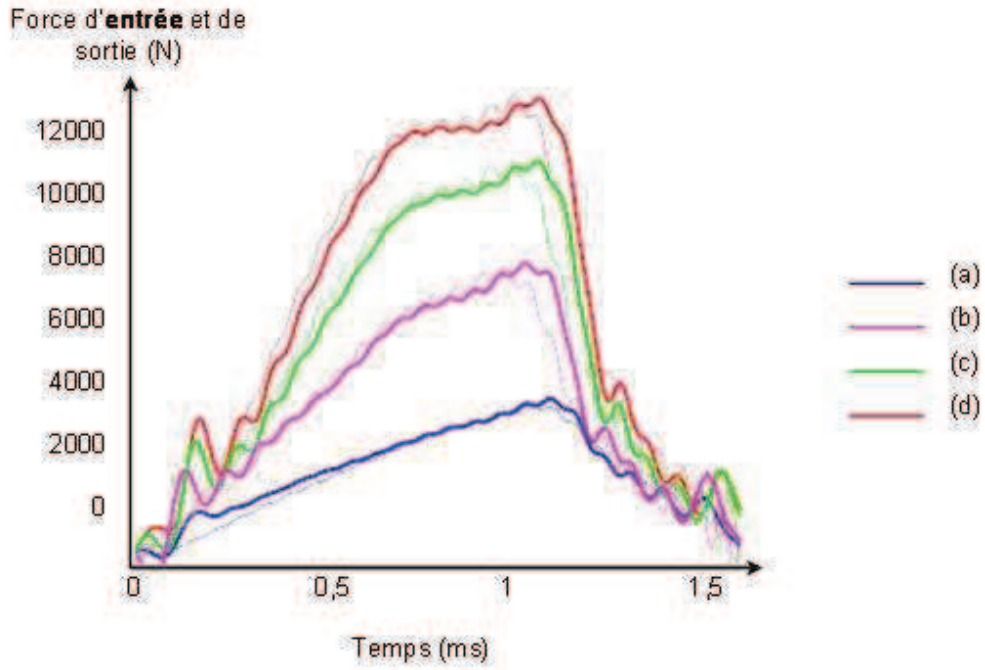


Figure 106 –*Notion d'équilibre*

L'équilibre entre la barre d'entrée et la barre de sortie est très bon sauf dans les premiers instants de l'essai (t < 0.3 ms) ce qui est usuel dans ce genre d'essai. La figure 5 présente les vitesses d'entrée et de sortie aux interfaces barres/échantillon.

La Figure 107 présente les vitesses d'entrée et de sortie aux interfaces barres/échantillon.

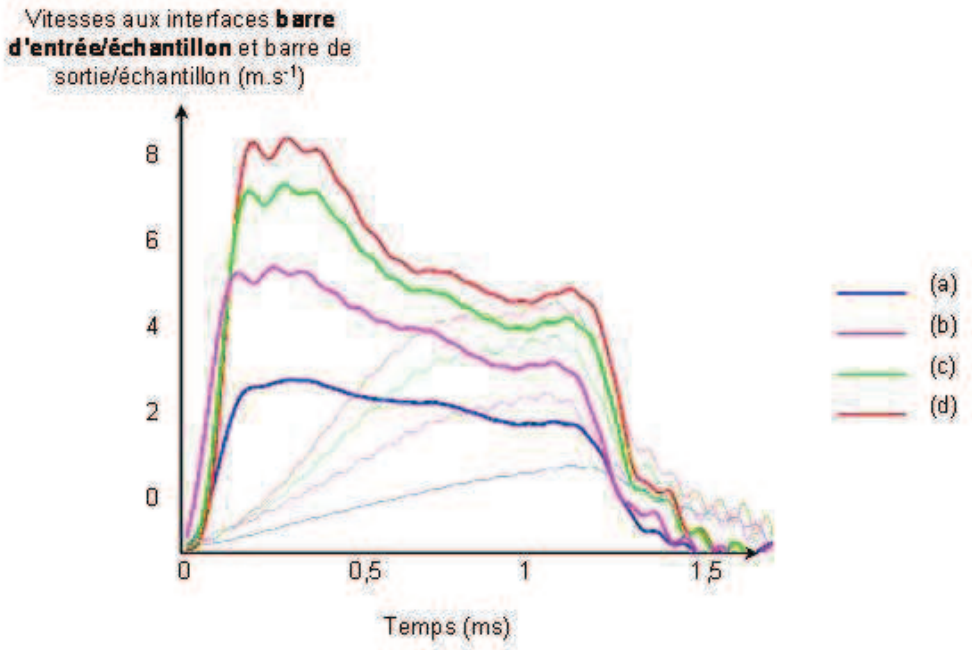


Figure 107 –*Vitesses aux interfaces*

On observe plusieurs choses :

- Sur la vitesse d'entrée, la valeur maximale est proche de la vitesse d'impact,
- Vers 1 ms, les vitesses d'entrée et de sortie sont pratiquement égales, donc la vitesse de déformation de l'échantillon est quasi-nulle (Figure 105).

Pour les prochains essais, afin d'abaisser l'impédance relative de l'échantillon par rapport à celle des barres, un diamètre plus faible de l'échantillon est préconisé.

Annexe J

LE STEVEN TEST

J.1 Généralités

Il s'agit de réaliser des impacts basse vitesse sur matériaux énergétiques [VAN02, JON06, WAL06]. Un projectile animé d'une vitesse comprise entre 25 et 100 $m.s^{-1}$ est lancé sur une cible contenant le matériau énergétique à tester.
Ce test a plusieurs objectifs :

- simuler divers scénarios d'agression représentatifs d'évènements accidentels que peut subir l'explosif ;
- réaliser des mesures de pression, de vitesse, de violence et de temps de réaction ;
- connaître et prédire les seuils d'initiation d'un grand nombre de matériaux énergétiques ;
- établir une base de données sur la vulnérabilité des matériaux à basse vitesse, suivant différents paramètres et différentes configurations expérimentales.

Deux laboratoires américains concurrents sont à l'origine du développement de ce test : Los Alamos National Laboratory (LANL) et Lawrence Livermore National Laboratory (LLNL). Le travail réalisé par ces deux organismes nous montre les difficultés rencontrées, inhérentes aux multiples mécanismes d'initiation des explosifs, et l'importance de la modélisation des phénomènes.
Un grand nombre de pistes sont explorées, visant à mettre en évidence divers paramètres influants :

- les dimensions de la cible,
- les dimensions et la forme du projectile,
- le niveau de confinement radial,
- l'effet du vieillissement (temporel),
- l'effet de la température,
- l'effet de plusieurs impacts consécutifs,
- etc.

J.2 Configuration expérimentale

Le Steven test met en œuvre un lanceur basse vitesse, une cible, plusieurs projectiles caractéristiques et des moyens de mesures de type jauge [OTA, GRE, IDA].

> La cible

La cible développée pour ce test est composée de trois disques concentriques (Acier-Explosif-Acier) et d'un confinement radial, le tout étant maintenu par un système de visserie (Figure 108). Il peut y avoir des variantes au niveau de dimensions géométriques et de la présence ou non de l'anneau de téflon.

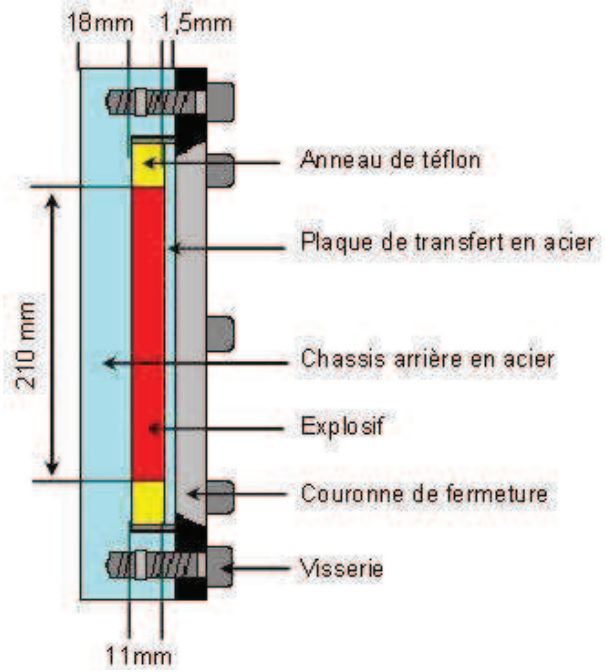


Figure 108 –*Coupe d'une cible*

> Les projectiles

Les 5 projectiles acier du Steven test permettent de simuler diverses agressions mécaniques que peut subir l'explosif, sous plusieurs niveaux de contrainte (**Erreur ! Source du renvoi introuvable.**).

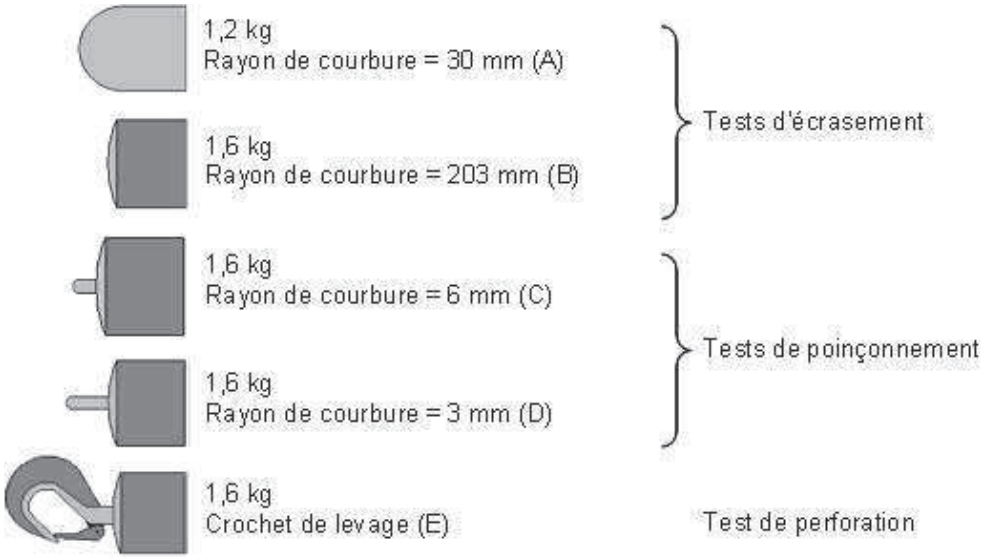


Figure 109 –*Caractéristiques des 5 projectiles du Steven test*

> Les moyens de mesures

Afin de mesurer les pressions internes et externes à la cible lors de l'impact, l'évolution de ces mêmes pressions dans la cible au cours de l'essai, les vitesses et les temps de réactions, ainsi que les niveaux de déformations et de contraintes atteints, nous disposons de jauges et de capteurs, ayant des caractéristiques précises [NIL01] (Tableau 11 et Figure 110).

Types de jauge	Zones de mesure	Plages de mesures de pressions (kbar)	Précision de mesure (%)	Résolution temporelle (sec)	Commentaires	
Jauge carbone	1D	0 – 30	5 – 10	25.10-9 – 115.10-9	Fragile	Non linéaire à haute pression car matériaux non élastique
Résistance carbone	1D ou 2D	0 – 30	8 – 15	1,4.10-6	Résistante	

Tableau 11 –*Tableau des caractéristiques des jauges de mesures de pressions internes*

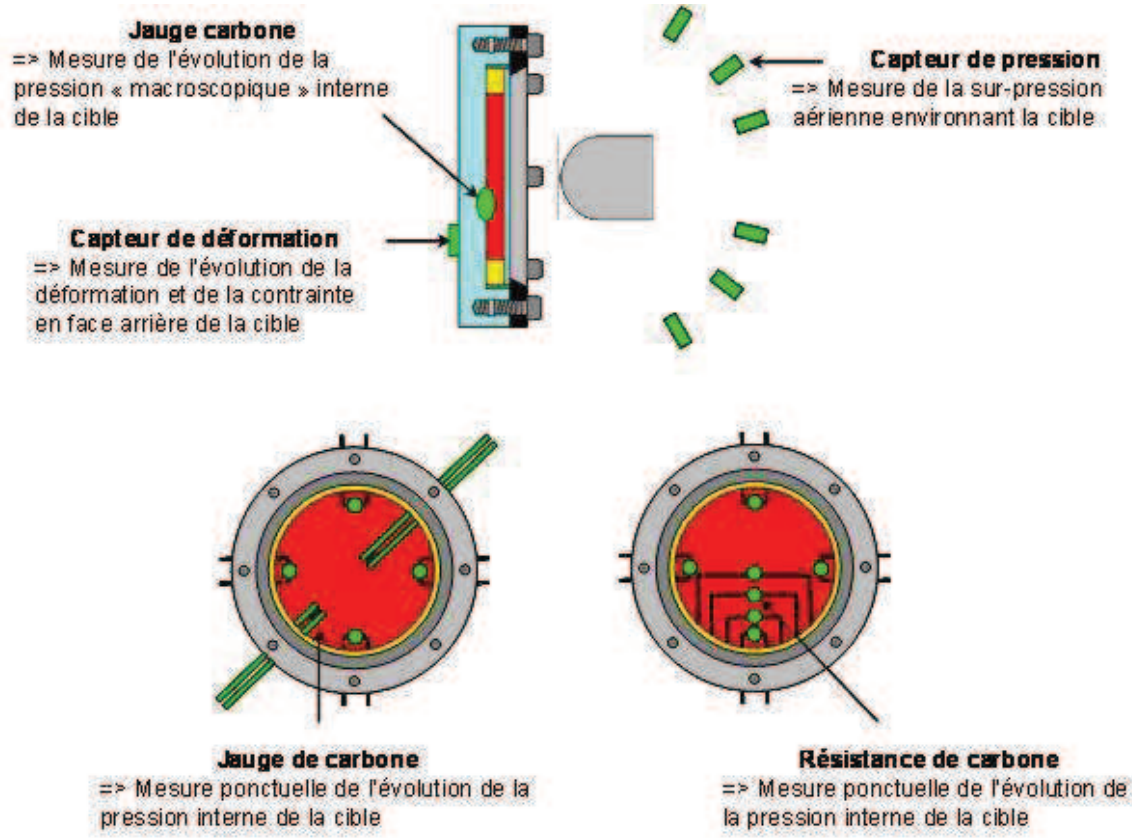


Figure 110 –*Disposition des divers points de mesures externes et internes à la cible*

Pour compléter ces mesures, on enregistre les essais avec une caméra rapide permettant de comparer les temps de réaction (Figure 111).

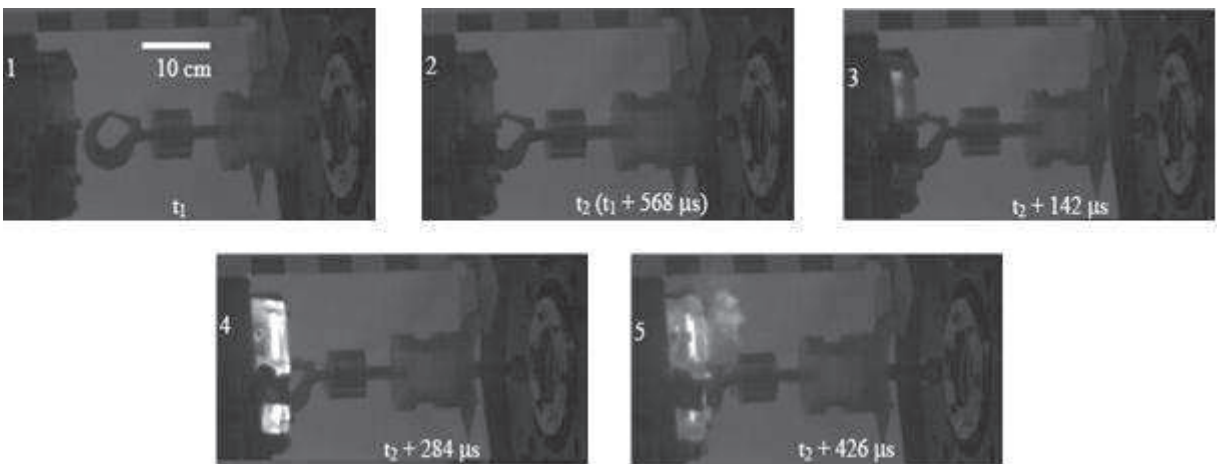


Figure 111 –*Exemple d'enregistrement d'images avec une caméra rapide, pour le test de perforation [VAN03]*

J.3 Observations et résultats

Un grand nombre d'expériences ont alors été réalisées de manière à fournir une base de données suffisamment complète sur les matériaux explosifs et leur seuil de réaction, selon des configurations expérimentales comparatives bien précises.
La majorité des résultats expérimentaux obtenus, ont été tirés de la bibliographie [CHI99, IDA00, WOR02, PRE06].

> Le rayon de courbure

Plus le rayon de courbure de la "surface d'attaque" du projectile sera grand, plus la vitesse seuil nécessaire à l'initiation de l'explosif sera grande (concentration de contraintes locales), et ce, quelque soit la nature du matériau énergétique testé (Tableau 12).

Projectiles	Rayons de courbure (mm)	Vitesses seuils ($m.s^{-1}$)
(A)	203	61,5
(B)	30	45
(C)	3	30,7

Tableau 12 – *Tableau de données de vitesses seuils d'initiation en fonction du rayon de courbure de la « surface d'attaque, pour le LX – 04*

> Le traitement thermique préalable

Pour un projectile donné, une cible ayant subit un traitement thermique préalable (élévation de la température avant essai) sera, dans certain cas, initiée pour une vitesse plus élevée que la même cible à température ambiante (Tableau 13).

Projectiles	Matériaux explosifs	Températures (°C) / Temps (min)	Vitesses seuils ($m.s^{-1}$)
(A)	PBX 9404	Ambiante	35
		150 / 40	50,5
	LX - 04	Ambiante	45
		150 / 40	>125,5
(C)	PBX 9404	Ambiante	29,1
		150 / 40	48,8
	LX - 04	Ambiante	30,5
		150 / 40	64,8

Tableau 13 – *Tableau de données de vitesses seuils d'initiation en fonction de la température, pour un projectile et un matériau donné*

> Le vieillissement naturel

Dans de rares cas, le vieillissement naturel du matériau explosif joue un rôle sur sa vulnérabilité face à un projectile. Le temps altère la matrice polymère qui se fragilise. Selon la nature de l'explosif, la vitesse seuil d'initiation est donc inférieur pour un matériau vieilli que pour un matériau sain, quelque soit le type de projectile (Tableau 14).

Projectiles	Matériaux	Vieillissement à température ambiante (jours)	Vitesses seuils ($m.s^{-1}$)
(A)	LX - 04	0	45
		270	43
(C)		0	30,7
		270	30,5
(B)		0	61,5
		270	61,9
	PBX 9404	0	50,1
		270	63,4

Tableau 14 – *Tableau de données de vitesses seuils d'initiation en fonction du vieillissement, pour un projectile et un matériau donné*

> Le niveau de confinement

Plus l'explosif sera confiné, plus la vitesse seuil d'agression du projectile menant à l'initiation du matériau énergétique sera basse, quelque soit l'explosif et le projectile (Tableau 15).

Niveau de confinement	Vitesses seuils ($m.s^{-1}$)
Avec l'anneau de téflon	56
Sans l'anneau de téflon	122

Tableau 15 – *Tableau de données de vitesses seuils d'initiation en fonction du niveau de confinement pour le PBX 9501 et pour le projectile (A)*

> Divers

D'autres observations ont été réalisées en rapport avec la présence d'un endommagement initial ou d'un champ de contraintes plus hétérogène (concentration de contraintes locale), à savoir :

- Plus l'explosif est hétérogène, plus la vitesse seuil du projectile pour l'initier est faible ;
- Pour un projectile donné, la vitesse seuil d'initiation est plus grande pour un matériau sain que pour un matériau ayant subit une pré-contrainte ;
- Un matériau explosif qui a déjà subit des impacts sans réagir est plus vulnérable qu'un matériau sain.

J.4 L'adaptation à nos besoins

Ce test normatif décrit dans la littérature a été modifié en fonction de nos besoins. En effet, au vue des données bibliographiques, nous sommes en mesure d'évaluer les limites des configurations expérimentales nominales du test : il s'agit d'un test « tout (il y a réaction) ou rien (il n'y a pas réaction) », permettant de bâtir une base de données sur la vulnérabilité des matériaux explosifs face à un type d'agression et un jeu de paramètres expérimentaux donnés, mais il est très difficile à exploiter dans ces configurations car l'agression de la cible est tridimensionnelle. De plus, aucune

analyse qualitative ou quantitative des phénomènes d'endommagement qui sont à l'origine de la réaction du matériau énergétique n'est effectuée.

Nous utilisons dans notre version du test le lanceur à gaz mono-étage Deimos dans sa configuration basse vitesse [LEG07, MAT08]. Ceci nous permet de mener une campagne d'essais sur cibles réactives, impactées par des projectiles animés d'une vitesse comprise entre 30 $m.s^{-1}$ et 100 $m.s^{-1}$ (ou plus si nécessaire, mais les basses vitesses sont plus difficiles à atteindre de manière reproductible), répondant à différents critères (**Erreur ! Source du renvoi introuvable.**) :

- Etre capable de tirer de manière reproductible à 30, 50 et 100 $m.s^{-1}$ avec une précision de 4% (nécessaire pour l'instrumentation de la cible),
- Pouvoir établir une courbe d'étalonnage entre la pression de gonflage du réservoir (culasse) et la vitesse du projectile,
- Obtenir une agression plane 1D ou 2D cylindrique de la cible,
- Soutenir le choc, c'est-à-dire augmenter son temps d'application,
- Éviter les phénomènes parasites (« pincement » de l'explosif entre la plaque avant et la plaque arrière en métal),
- Tester et calibrer d'autres moyens de mesure comme les jauges PVDF.

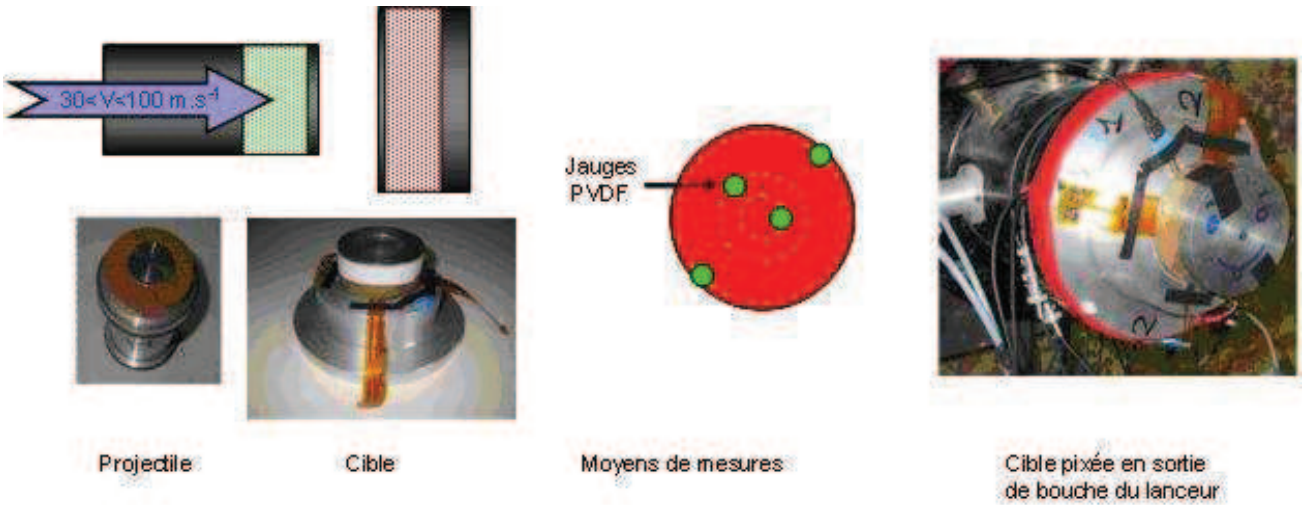


Figure 112 –*Configuration CEG modifiée du Steven Impact Test*

Après une phase de mise au point, nous avons réalisé une série de tirs d'étude, pour enregistrer des informations sur le comportement des matériaux énergétiques subissant différents types d'agression, en modifiant le projectile et sa vitesse d'impact. Nous avons défini 3 vitesses d'impact (30, 50 et 100 $m.s^{-1}$) et 3 diamètres

d'impacteur acier (20, 40 et 80 mm). Un complément d'information a été obtenu lors des tirs par l'ajout d'une vidéo numérique rapide permettant d'enregistrer la cinématique du tir (Figure 113).

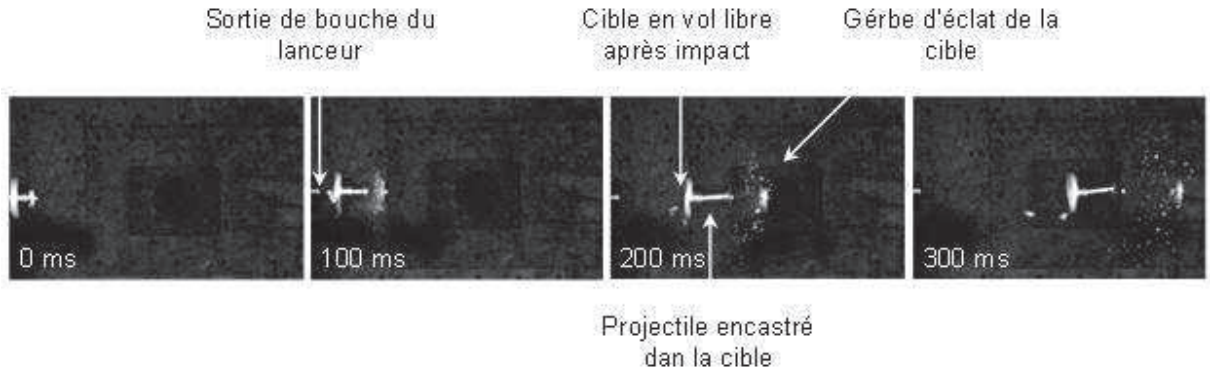


Figure 113 –*Extraits vidéo d'un Steven Test réalisé au CEA2 Gramat*

Les cibles tirées n'ont pas réagi « macroscopiquement ». Elles vont être analysées au microscope électronique à balayage et au microtomographe, pour essayer de trouver des zones de début de réaction ou plus généralement des zones d'endommagement significatives.

Pour compléter l'étude des matériaux énergétiques par le Steven Impact Test, nous pouvons réaliser différentes modifications :

- remplacer la plaque de confinement arrière en acier de la cible par la même plaque dans un matériau transparent, pour que l'on puisse filmer l'essai avec une caméra infrarouge, permettant d'analyser visuellement et en temps réel, les échauffements et les débuts de réactions,
- modifier la forme du projectile pour complexifier le mode d'agression de la cible.

Pour parfaire le travail de calage de la version basse vitesse du lanceur, aider à la mise en place des tirs basse vitesse et être sûr de la reproductibilité de ces derniers, nous allons établir un abaque et nous tenterons de développer un logiciel d'aide à la prédiction, plus performant que celui qui est fourni par le constructeur du lanceur, en modélisant le plus fidèlement possible ce qui se passe lors d'un tir et ainsi, pouvoir prédire la pression de gonflage du réservoir en fonction de la masse du projectile, du diamètre du gicleur et de la vitesse désirée.

Pour aller plus loin dans notre étude des matériaux énergétiques, nous nous sommes intéressés à un moyen expérimental beaucoup plus simple à mettre en œuvre car il ne demande pas une préparation aussi stricte que le Steven test. Il s’agit de la tour de chute.

Annexe K

LE SYSTEME DE MESURE OPTIQUE

K.1 Principe

Nous utilisons une caméra numérique rapide de type PHOTRON FASTCAM [PHO03] Noir et Blanc, ayant les caractéristiques techniques suivantes :

- fréquence d'acquisition : de 10^3 à 10^6 images.s^{-1} ;
- temps de pose minimal : 10^{-6} sec ;
- résolution maximale 1024 x 1024 sur 12 bits.

Pour répondre à nos besoins, nous choisissons de travailler avec une fréquence d'acquisition de 5.10^3 images.s^{-1} et un temps de pose de 1/40000 de seconde.

Elle est associée à un objectif QUESTAR de type catadioptre Maksutov Cassegrain ayant les caractéristiques suivantes [QUE01] :

- focale : entre 1400 mm et 3200 mm,
- résolution maximale : 6 µm,
- distance de travail minimale : 91 cm,
- diamètre de la lentille principale : 89 mm,
- grossissement correspondant : x 20.

Par ailleurs, la caméra est connectée à un ordinateur pour la gestion du logiciel d'acquisition. Son déclenchement est asservi à un système de trigger sonore.
Pour obtenir un compromis optimal entre le contraste, la vitesse d'acquisition et la netteté, l'échantillon est éclairé en lumière blanche par 4 fibres optiques de type LEICA ayant les caractéristiques suivantes :

- flux lumineux : 1500 lm,
- puissance : 150 W.

Tout le dispositif d'acquisition des images est posé sur un banc optique (figure 1) et le nombre d'images prises au cours d'un essai est de l'ordre de 5.

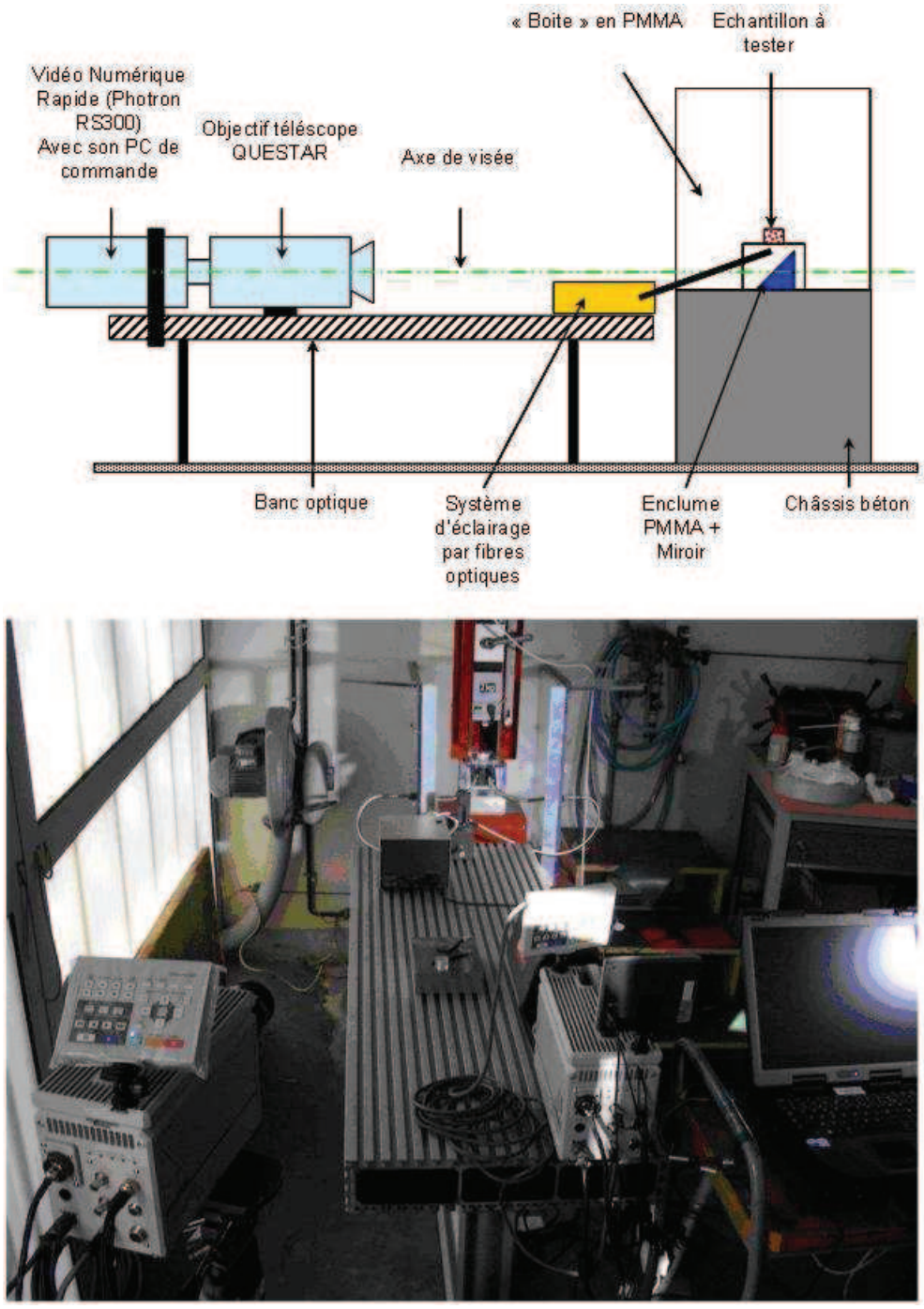


Figure 114 –*Schéma et photographie du banc d'essai à la tour de chute et de son système de mesure par vidéo numérique rapide*

La difficulté principale d'un tel dispositif est de trouver le bon compromis entre la cadence de prise d'image, le temps d'obturation (qui gère le flou dynamique), la quantité de lumière et la taille de la zone d'intérêt du phénomène à visualiser. En effet, la taille de la zone d'intérêt dépend du grossissement désiré. Par ailleurs, la vitesse du phénomène observé défini une cadence de prise de vue, qui définie elle-

même la dimension de la zone du capteur CCD qui est imprimée (limite du temps de vidage des pixels). De plus, cette vitesse impose, de manière indépendante, le choix d'un temps de pose ou temps d'obturation, sachant que le temps d'obturation minimal est égal à l'inverse de la vitesse d'acquisition des images. Enfin, plus la vitesse d'acquisition est élevée, plus le temps de pose est court et plus il faudra de la lumière.

Annexe L

LA TOUR DE CHUTE

Cet essai permet de mesurer la sensibilité au choc d'un matériau énergétique, soumis à l'impact et à l'écrasement d'une masse tombant en chute libre, d'une hauteur variable.

L.1 Généralités

Le premier test de tour de chute cité dans la bibliographie date de 1910 (Rotter-UK). Ce n'est que plus tard, dans les années 40, que l'« Explosive Research Laboratory (ERL)» de Bruceton a développé le test de tour de chute standard encore utilisé aujourd'hui [COF].

La tour de chute la plus couramment utilisée permet de réaliser un test normatif de réception des matières actives, permettant de faire une classification comparative des matériaux énergétiques entre eux, en fonction de leur niveau de sensibilité au choc [AFN04, OTA99] (Figure 115).

L'impact de la masse tombante sur l'échantillon de matériau énergétique à tester peut initier deux types de réaction :

- une réaction très rapide liée à l'impact ou au cisaillement des grains réactifs de l'échantillon,
- une réaction beaucoup plus lente, attribuée à la combustion de l'échantillon.

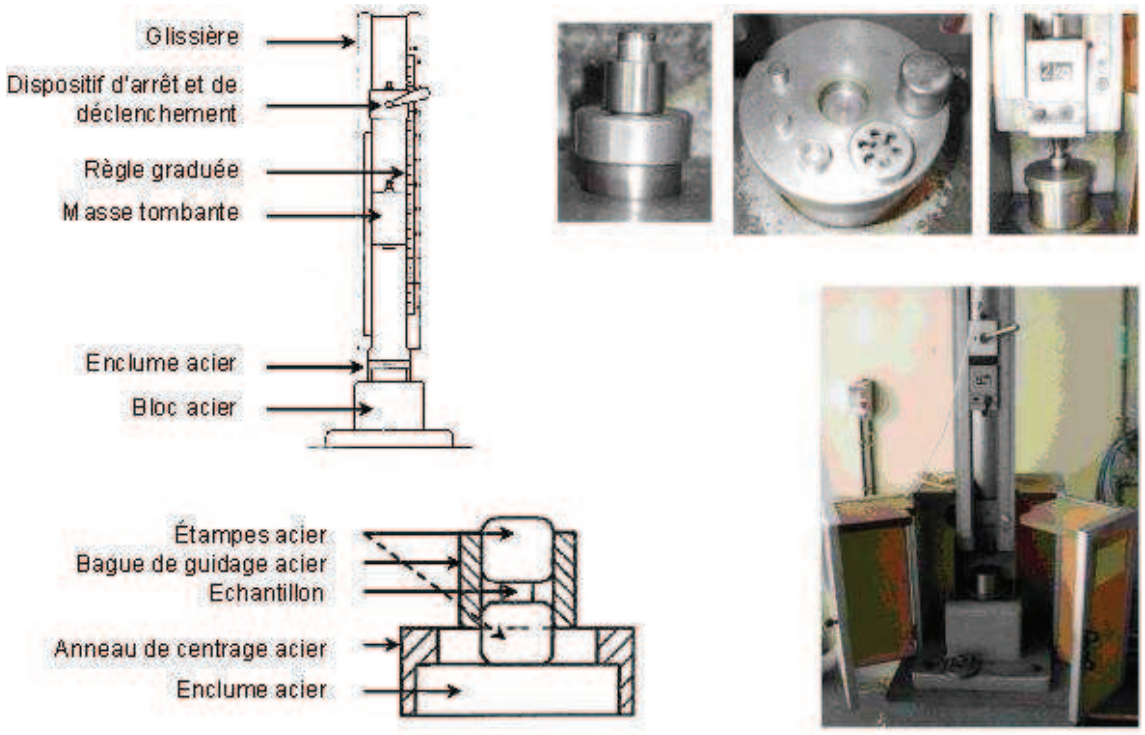


Figure 115 –*Description de la tour de chute du CEA Gramat dans sa configuration nominale*

L.2 Les différentes configurations expérimentales développées

A notre connaissance, deux laboratoires utilisent officiellement ce moyen d'essai pour étudier la physique des explosifs.

> Le Cavendish Laboratory of Cambridge (UK)

Leurs travaux portent principalement sur la détermination de la sensibilité des matériaux énergétiques aux faibles chocs, et l'influence des différents composants des propergols [MOH, SWA, WAL92, AGR98, BAL02, BAL03, CZE04, BAL04, WAL99] (Figure 116).

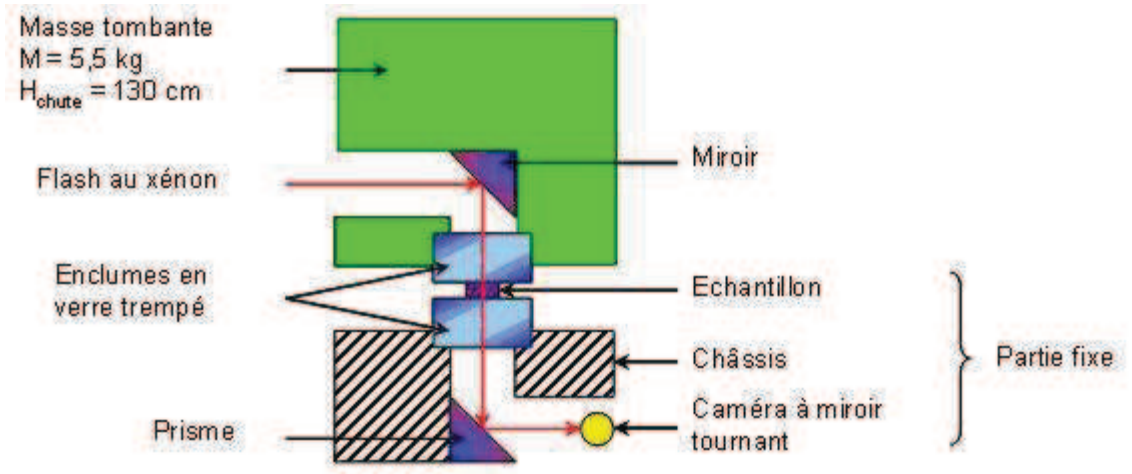


Figure 116 –*Adaptation de la tour de chute permettant d'enregistrer la déformation de l'échantillon pendant la phase de compression*

Une variante du dispositif expérimental présenté précédemment a été développée dans le but d'observer les changements de phases de l'hexogène au cours de l'impact (Figure 117) [CZE].

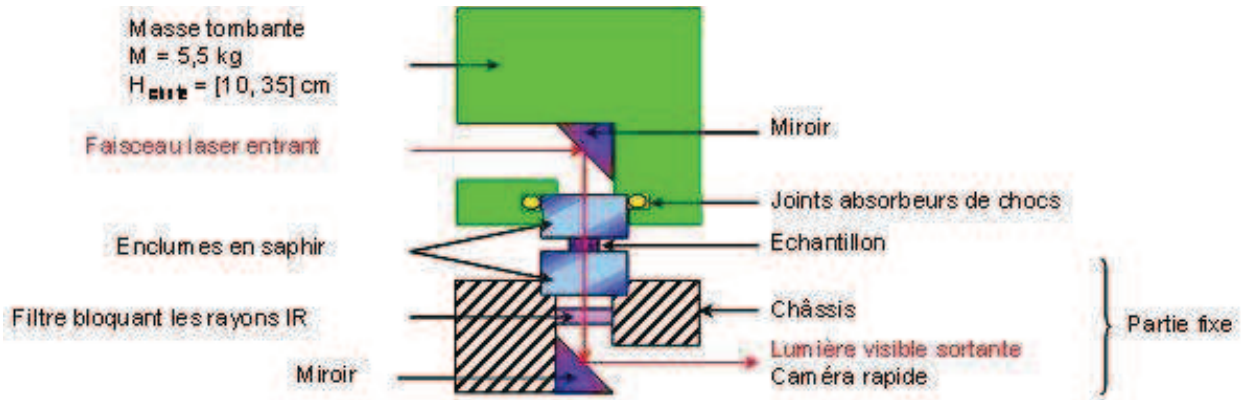


Figure 117– *Configuration expérimentale de la tour de chute permettant d'observer les changements de phases du HMX pendant l'impact*

Un système de barrières optiques est installé pour obtenir la vitesse d'impact et pour déclencher la caméra rapide. Pour observer les réactions d'initiation des échantillons durant l'impact, une photodiode permet de suivre l'émission de lumière visible lors de la réaction. Ce dispositif a également été employé pour tenter de comprendre l'allumage, et de définir le lieu et l'instant de cet allumage.

> Le White Oak Laboratory of the Naval Surface Warfare Center (Silver Spring - Maryland - USA)

Ses recherches portent principalement sur l'observation du cisaillement de l'explosif (Figure 118), et le développement de nouvelles méthodes de création des points chauds, permettant ainsi de déterminer l'énergie nécessaire à l'initiation de l'échantillon, de connaître le taux de réaction et l'énergie libérée [COF95].

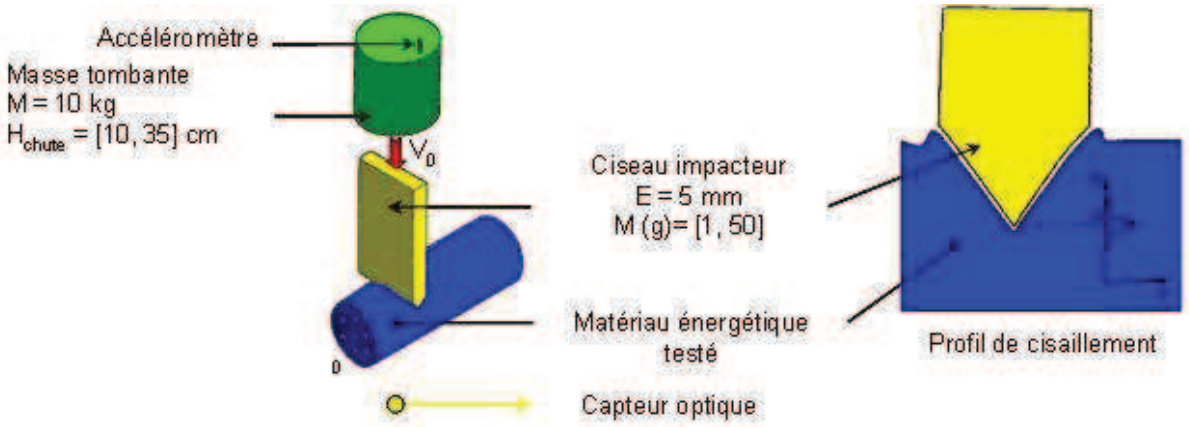


Figure 118 –*Test d'impact de cisaillement*

Lors de l'impact, le capteur à azote liquide permet de détecter une réaction dans l'infrarouge.

Les différents moyens de mesures permettent d'enregistrer la décélération de l'impacteur. Un capteur optique permet de suivre l'émission de lumière dans l'infrarouge ou le visible lors de l'impact (Figure 119).

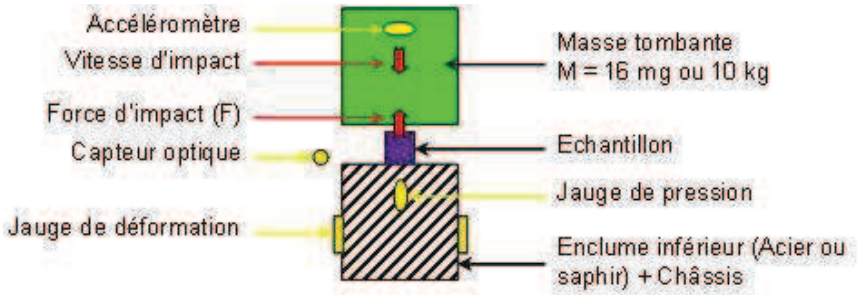


Figure 119 –*Dispositif d'essai permettant de déterminer l'énergie nécessaire à l'initiation de l'explosif*

Le dispositif représente un test d'impact quasi confiné. L'échantillon est placé entre deux feuilles de papier de verre afin d'assurer un cisaillement conduisant à l'initiation de l'échantillon. Un capteur de pression couplé à un barillet calibré à plomb permet de mesurer l'énergie mécanique libérée par la réaction des gaz chauds et de contrôler la pression dans un volume quasiment confiné (Figure 120).

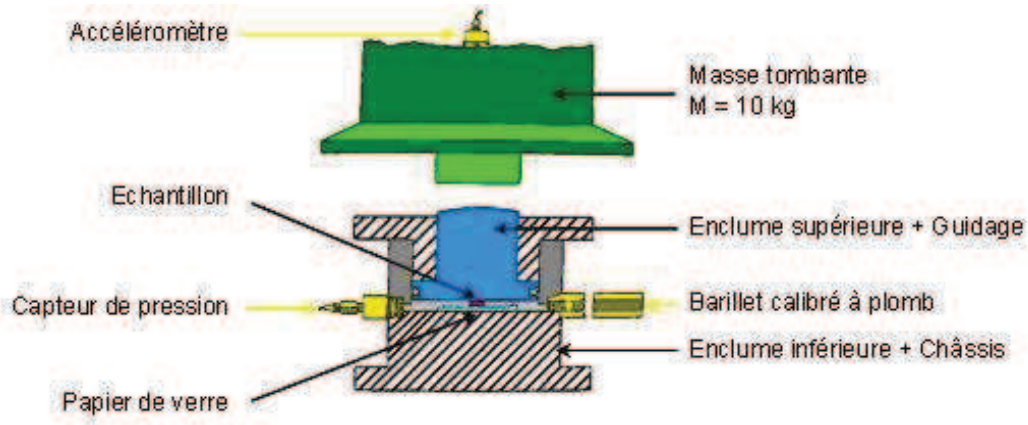


Figure 120 – *Test de la chambre d'impact balistique (BIC test)*

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

[ABA98] ABAQUS. Hibbitt, Karlsson and Sorensen. *ABAQUS Standard User's Manual*, 1998.

[ABA08] DASSAUT SYSTEM. Abaqus 6.8 analysis user's manual - Materials. III : 18.7.11. 2008.

[AIM98] R. AIMABLE. *Matériaux énergétiques*. P.U.F 259, 1998.

[AFN04] AFNOR. Matériaux énergétiques de défense Sécurité et Vulnérabilité : Sensibilité au choc - Epreuve au mouton de choc. *NF T 700-500*, 2004.

[AGR98] J.P. AGRAWAL, S.M. WALLEY et J.E. FIELD. A high speed photographic study of the impact initiation of hexanitro-hexaaza-isowurtzitane and nitrotriazolone. 1998.

[AGR98] J.P. AGRAWAL, S.M. WALLEY et J.E. FIELD. A high speed photographic study of the impact initiation of hexanitro-hexaaza-isowurtzitane and nitrotriazolone. 1998.

[ARR93] E.M. ARRUDA et M.C BOYCE. Evolution of plastic anisotropy in amorphous polymers during finite straining. *International Journal of Plasticity*, vol. 9 (6), pp. 697-720, 1993.

[AZO08] A. AZOUG. Etude des relations structure-propriétés d'un propergol solide. *Rapport d'avancement première année de thèse*, Laboratoire de Mécanique des Solides, Palaiseau, 2008.

[AZO08] A. AZOUG. Etude des relations structure-propriétés d'un propergol solide. *Rapport d'avancement première année de thèse*, Laboratoire de Mécanique des Solides, Palaiseau, 2008.

[BAL02] J.E. BALZER, J.E. FIELD, M.J. GIFFORD, W.G. PROUD et S.M. WALLEY. High speed photographic study of the drop weight impact response of ultrafine and conventional PETN and RDX. 2002.

[BAL03] J.E. BALZER, W.G. PROUD, S.M. WALLEY et J.E. FIELD. High speed photographic study of the drop weight impact response of RDX/DOS mixtures. 2003.

[BAL04] J.E. BALZER, C.R. SIVIOUR, S.M. WALLEY, W.G. PROUD et J.E. FIELD. Behaviour of ammonium perchlorate-based Propellants and a polymer-bonded explosive under impact loading. 2004.

[BAL02] J.E. BALZER, J.E. FIELD, M.J. GIFFORD, W.G. PROUD et S.M. WALLEY. High speed photographic study of the drop weight impact response of ultrafine and conventional PETN and RDX. 2002.

[BAL03] J.E. BALZER, W.G. PROUD, S.M. WALLEY et J.E. FIELD. High speed photographic study of the drop weight impact response of RDX/DOS mixtures. 2003.

[BAL04] J.E. BALZER, C.R. SIVIOUR, S.M. WALLEY, W.G. PROUD et J.E. FIELD. Behaviour of ammonium perchlorate-based Propellants and a polymer-bonded explosive under impact loading. 2004.

[BAR04] S.G. BARDENHAGEN et A.D. BRYDON. 3D Simulation of the Dynamic Compaction of Granular Materials and PBXS, 2004.

[BAR06] S.G. BARDENHAGEN, A.D. BRYDON, T.O. WILLIAMS et C. BOUTRY. Coupling Grain Scale and Bulk Mechanical Response for PBX using numerical simulations of real microstructures. Dans : *8th Mesomechanics*, 2006.

[BEL92] R. BELMAS. *Chocs*. CEA, 1992.

[BEL96] T. BELYTSCHKO, Y. KRONGAUZ, D. ORGAN, M. FLEMING et P. KRYSL. Meshless Methods : An Overview and recent developments. *Computational Methods in Applied Mechanics Engineering*, vol. 139 pp. 3-47, 1996.

[BER05] A. BERTRAM. *Elasticity and Plasticity of Large Deformations*. Springer, 2005.

[BER05] J. BERGSTROM. Calculation of Prony Series Parameters from Dynamic Frequency Data. *Polymer FEM*, 2005.

[BEU56] F. BEUCHE. The ultimate properties of simple elastomers. *Journal of Polymer Science*, vol. 19, 1956.

[BEU57] F. BEUCHE. Tensile strength of rubbers. *Journal of Polymer Science*, vol. 24, 1957.

[BEU64] F. BEUCHE et J.C. HALPIN. Molecular Theory for the Tensile Strength of Gum Elastomers. *Journal of Applied Physics*, vol. 35 (1), 1964.

[BOU01] P. BOULANGER et M.A. HAYES. Finite amplitude waves in Money-Rivlin and Hadamard materials, Dans : *Topics in Finite Elasticity*. M.A. Hayes and G. Soccomandi éd., International Center for Mechanical Sciences, 2001.

[BOS10] BOSE. ElectroForce® 3230 Biomaterials Test Instrument. *www.bose-electroforce.com*, 2010.

[BOW09] A. BOWER. *Applied Mechanics of Solids*. CRC Press, http://solidmechanics.org/, 2009.

[BOW94] M.V. BOWER, D.F. GANT. Stress Relaxation Functions: Method of Approximation. *Rapport interne NASA-CR-195830*, 1994.

[CAN01] M.E. CANGA et E.B. BECKER. Constitutive Modeling of Viscoelastic Materials with Damage-Computational Aspects. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, vol. 190 pp. 2207-2226, 2001.

[CAM03] L. CAMPAGNE. *Modélisation et simulation de la visco-plasticité et de l'endommagement en grandes vitesses de déformation*. Thèse de doctorat, Institut de Mécaniques des Fluides et des Solides de l'Université Louis Pasteur de Strasbourg 1, 2003.

[CHE00] T. CHEN. Determining a Prony Series for a Viscoelastic Material from Time Strain Data. *Rapport interne NASA TM-2000-210123*, 2000.

[CHI99] S.K. CHIDESTER, C.M. TARVER, A.H. DePIERO et R.G. GARZA. Single and multiple impact ignition of new and aged high explosives. 1999.

[CHR83] J. CHRISTOFFERSEN. Bonded granulates. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, vol. 31 (1) pp. 55-83, 1983.

[CHA91] P. CHABIN, P. GIMENEZ, P. PERELSTEIN, D. HOUDUSSE et J.F. GUERY. *PV SNPE Propulsion N° 268/91/CRB-S/TS/NP* , 1991.

[CLE01] B. E. CLEMENTS et E. M. MAS. Modeling high explosives with method of cells and Mori-Tanaka effective medium theories. *Shock Compression of Condensed Matter* , 2, 2001.

[COF] C.S. COFFEY, V.F. DEVOST et D.L. WOODY. Towards developing the capability to predict the hazard response of energetic materials subjected to impact.

[COF95] C.S. COFFEY et V.F. DEVOST. Impact testing of explosives and Propellants. 1995.

[COR01] J. CORLEY. *Characterization and Modelling of the Dynamic Mechanical Properties of a Particulate Composite Material*. Thèse de doctorat, Fraunhofer Institut für Kurzzeitdynamik, 2001.

[CRI82] R.M. CRISTENSEN. *Theory of Viscoelasticity*. 2nd Edition, Academic Press, 1982.

[CUR87] D.R. CURRAN, L. SEAMAN et D.A. SHOKEY. Dynamic Failure of Solids. *Physics Reports*, vol. 147 pp. 253-388, 1987.

[CZE04] H. CZERSKI, M.W. GREENWAY, W.G. PROUD et J.E. FIELD. β-δ phase transition during drop weight impact on HMX. 2004.

[CZE] H. CZERSKI, W.L. PERRY et P.M. DICKSON. Solid state phase change in HMX during drop weight impact.

[CZE04] H. CZERSKI, M.W. GREENWAY, W.G. PROUD et J.E. FIELD. β-δ phase transition during drop weight impact on HMX. 2004.

[CZE] H. CZERSKI, W.L. PERRY, P.M. DICKSON. Solid state phase change in HMX during drop weight impact.

[DAR08] S. DARTOIS. *Prise en compte de l'évolution de l'endommagement anisotrope dans une modélisation par transition d'échelle pour les composites particulaires fortement chargés*. Thèse de doctorat, Université de Poitiers – ENSMA, 2008.

[DAV89] A. DAVENAS. *Technologie des propergols solides*. Masson, 1989.

[DEL07] F. DELMAIRE-SIZES, R. BELMAS, D. PICART et H. TRUMEL. Low velocity impact tests on an HMX-based explosive. Dans : *Proceedings of the 34th International Pyrotechnics Seminar* (Beaune, France), Association Française de Pyrotechnie ed., 2007.

[DOM00] F. DOMINIQUE. Essais mécaniques des métaux-détermination des lois de comportement. Les techniques de l'ingénieur, MB2-M120-7, 2000.

[DRA96] A. DRAGON et D. HALM. Modélisation de l'endommagement par méso-fissuration : comportement unilatéral et anisotropie induite. *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences*, vol. 1, 1996.

[DUB81] G. DUBROCA. *Contribution au dimensionnement mécanique des blocs de propergol solide*. Thèse de doctorat, Université de Bordeaux I, 1981.

[FAN04] A. FANGET. *Mecadymat* (Metz, France), 2004.

[FAN09] A. FANGET, C. NADOT, A. DRAGON et D. JEULIN. Presentation of an approach for the analysis of the mechanical response of propellant under a large spectrum of loadings: numerical and experimental issues. Dans : *16th APS Topical Conference on Shock Compression of Condensed Matter* (Nashville, TE, USA), Bulletin of the American Physical Society, vol. 54 (8), 6 p., 28/06 – 03/07/2009.

[FAR68] R.J. FARRIS. The Influence of Vacuole Formation on the Response and Failure of Filled Elastomers. *Transactions of the society of Rheology*, vol. 1 pp. 315-334, 1968.

[FAR64] R.J. FARRIS. Dilatation of granular filled elastomers under high rates of strain. *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 8 pp. 25-35, 1964.

[FAR73] R.J. FARRIS et R.A. SCHAPERY. Development of a solid rocket propellant non-linear viscoelastic constitutive theory. *Rapport interne*, *Air Force Rocket Propulsion Laboratory*, 1973.

[FER80] J. FERRY. *Viscoelastic properties of polymers*. 3rd Edition, John Wiley and Sons Inc., 1980.

[FIE92] J.E. FIELD, G.M. SWALLOWE et S.M. HEAVENS. Ignition mechanisms of explosives during mechanical deformation. *Proceedings of the Royal Society of London,* A382 pp. 231-244, 1992.

[FIE92] J.E. FIELD, N.K. BOURNE, J.P. PALMER et S.M. WALLEY. Hot-Spot Ignition Mechanisms for Explosives and Propellants. *Philosophical Transactions : Physical Sciences and Engineering, Energetic Materials,* vol. 339 (1654) pp. 269-283, 1992.

[FLU75] W. FLUGGE. *Viscoelasticity*. Blaisdell Publishing Co., 1975.

[FRA96] M. FRANCOIS. *Etude du comportement en déchirement de trois liants PBHT*. Thèse de doctorat, INSA Lyon, 1996.

[FRE85] R.B. FREY. Cavity collapse in energetic materials. Dans : *8th symposium (international) on detonation* (Albuquerque, USA), 1985.

[GIL78] P.E. GILL, W. MURRAY. Algorithms for the solution of the nonlinear least-squares problem. *SIAM J. Numer. Anal. 15(5) 977-992*, 1978.

[GRE] L.G. GREEN, E. JAMES, E.L. LEE, E.S. CHAMBERS, C.M. TARVER et C. WESTMORELAND. Delayed detonation in propellants from low velocity impact

[GUR77] A. GURSON. Continuum theory of ductile rupture by void nucleation and growth. *Journal of Engineering Materials and Technology*, vol. 1 pp. 2-15, 1977.

[GUE95] J.F. GUERY et L. SEAMAN. Simulation of microfractures in solid rocket propellant. *Shock Compression of Condensed Matter*, 1995.

[GUI05] B GUIOT. *Contribution à la transition d'échelle en visco-hyperélasticité pour une classe de composites particulaires fortement chargés*. Thèse de doctorat, Université de Poitiers – ENSMA, 2005.

[GUI06] B. GUIOT, C. NADOT et A. DRAGON. Towards a non-linear micromechanics-based analysis for particulate composites. *Composites Science and Technology*, vol. 66 pp. 2726-2735, 2006.

[HEN06] B.F. HENSON, L. SMILOWITZ, B.W. ASAY, M.M. SANDSTROM et J.J. ROMERO. An ignition law for PBX9501 from thermal explosion to detonation. Dans : *13th International Symposium on Detonation* (Portland, OH, USA), 2006.

[HEN98] B.F. HENSON, B.W. ASAY, P.M. DICKSON, C. FUGARD et D.J. FUNK. Measurement of explosion time as a function of temperature for PBX 9501. Dans : *11th International Symposium on Detonation* (Snowmass, CO, USA), 1998.

[HIL93] S.A. HILL. The Analytical Representation of Viscoelastic Material Properties Using Optimization Techniques. *Rapport interne NASA TM-108394*, 1993.

[IDA00] D.J. IDAR, J.W. STRAIGHT, M.A. OSBORN, W.L. COULTER, C.B. SKIDMORE, D.S. PHILLIPS, M.E. DECROIX, G.A. BUNTAIN et P.M. HOWE. Low amplitude impact testing of baseline and aged, pristine and damaged PBX. 2000.

[IDA] D.J. IDAR, R.A. LUCHT, J.W. STRAIGHT, R.J. SCAMMON, R.V. BROWNING, J. MIDDLEDITCH, J.K. DIENES, C.B. SKIDMORE et G.A. BUNTAIN. Low amplitude insult project: high explosive violent reaction experiments. 1998.

[JIA04] T. JIALIN, C.T. S. Dynamic compressive strength of polymeric composites. International Journal of Solids and Structures, 41 :3211-3224, 2004.

[JOH92] A.R. JOHNSON, C.J. QUIGLEY. A Viscohyperelastic Maxwell Model for Rubber Viscoelasticity. *Rubber Chemistry and Technology,* vol. 65 (1) pp. 137-153, 1992.

[JOH93] A.R. JOHNSON, C.J. QUIGLEY, D.G. YOUNG, J.A. DANIK. Viscohyperelastic Modeling of Rubber Vulcanizates. *Tire Science and Technology,* vol. 21 (3) pp. 179-199, 1993.

[JOH99] A.R. JOHNSON. Modeling Viscoelastic Materials Using Internal Variables. *The Shock and Vibration Digest*, vol. 31 (2) pp. 91-100, 1999.

[JOH97] A.R. JOHNSON, A. TESSLER, M. DAMBACH. Dynamics of thick viscoelastic beams. *ASME Journal of Engeneering Material and Technology*, vol. 119 pp. 273-278, 1997.

[JON06] A.G. JONES, A.J. DALE, C.T. HUGHES et M. CAERTWRIGHT. Low velocity impacts on explosive assemblies. 2006.

[JUN00] G.D. JUNG, S.K. YOUN et B.K. KIM. A three-dimensional non-linear viscoelastic constitutive model of solid propellant. *International Journal of Solids and Structures*, vol. 37 pp. 4715-4732, 2000.

[KHA85] KHASAINOV, A.A. BORISOV et B.S. ERMOLAYEV. Shock wave predetonation processes in porous high explosives. Dans : *8th symposium (international) on detonation* (Albuquerque, USA), 1985.

[KOL49] H. KOLSKY. An investigation of the mechanical properties of materials at a very high rate of loading. Proceedings of the Physical Society of London, B62: 676-701, 1949.

[KNO01] G.M. KNOTT, T.L. JACKSON et J. BRUCKMASTER. The Random Packing of Heterogeneous Propellants. *AIAA Journal*, vol. 39 (4) pp. 678-686, 2001.

[KRA99] P. KRAWCZAK. Essais mécaniques des plastiques Caractéristiques instantanées. Les Techniques de l'Ingénieur, AM 3 510, 20 p., 1999.

[LAC04] D. LACERDA., Identification sur courbes maîtresses des séries de Prony de modules et de capacités de la butalane C1570-3 96-4032. *Note interne SME N°12/04/CRB/DRT/B/ENS* , 2004.

[LAC05] D. LACERDA et R. NEVIERE. Explosifs et propergols à performances améliorées. *Note interne SME N°24/05/CRB/DPS/CRA/DR* , 2005.

[LAT08] F. LATOURTE, A. SAMIDA, A. CHRYSOCHOOS, S. PAGANO et B. WATTRISSE. An inverse method applied to the determination of deformation energy distributions in the presence of pre-hardening stresses. *Journal of Strain Analysis*, vol. 43, 14 p., 2008.

[LEG07] C. LE GALLIC. Adaptation du lanceur DEIMOS au Steven Test. Rapport interne, 2007.

[LEI00] C.O. LEIBER. Aspects of the Mesoscale of Crystalline Explosives. *Propellants, Explosives, Pyrotechnics*, vol. 25 pp. 288-301, 2000.

[LES96] G.A. LESIEUTRE, K. GOVINDSWAMY. Finite elements modeling of frequency dependent and temperature dependent dynamic behavior of viscoelastic materials in simple shear. *International Journal of Solids Structures*, vol. 33 (3) pp. 419-432, 1996.

[LEV44] K. LEVENBERG. A Method for the Solution of Certain Problems in Least Squares. *Quart. Appl. Math. 2, 164-168*, 1944.

[LEW72] J.L. LEWIS, J.D. CAMPBELL. The development and use of a torsional Hopkinson bar apparatus. Experimental Mechanics, 12 :520-524, 1972.

[MAC94] C.W. MACOSKO. *Rheology : principles, measurement and applications.* VCH Publishers, 1994.

[MAI87] D.E. MAIDEN. A hot spot model for calculating the threshold for shock initiation of pyrotechnics and explosives. Dans : *3ème congrès de pyrotechnie spatiale* (Juan-Les-Pins, France), 1987.

[MAR63] D. MARQUARDT. An Algorithm for Least-Squares Estimation of Nonlinear Parameters. *SIAM J. Appl. Math. 11, 431-441*, 1963.

[MAR80] C. MARTIN, P. RACIMOR, M. LEROY et M. QUIDOT. Représentation par les lois de Farris du comportement viscoélastique non-linéaire d'un matériau chargé. *Groupe français de rhéologie*, 1980.

[MAR99] C. MARTIN. *Contribution à l'homogénéisation du comportement visco-élastique et de la détérioration d'une classe d'élastomères fortement chargés*. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique de la Faculté des Sciences Fondamentales, 1999.

[MAT08] P. MATEILLE, L. DARIDON, O. ARNOULD, E. LAPEBIE et A. FANGET. Impact basse vitesse «Tour de chute» - Modélisation & Lois de comportement. *Rapport technique N°T2008-00051/CEG/NC*. 2008.

[MAT08] P. MATEILLE, D. CAPDEVILLE et F. DAVOINE. Rapport d'avancement de la thèse à T0 + 6 mois : Essais d'impacts, Steven Test. Rapport Technique N°T2008-00052/CEG/NC , CEG, Gramat, France. 2008.

[MIN45] M.A. MINER. Cumulative damage in fatigue. *JAMT, ASME*, vol. 67 pp. 159-164, 1945.

[MOH] V.K. MOHAN, V.C. JYOTHI BHASU et J.E. FIELD. Role of adiabatic shear bands in initiation of explosives by drop weight impact.

[MUL47] L. MULLINS. *Effect of stretching on the properties of rubber*. The Research Association of British Rubber Manufacturers, vol. 12 pp. 275-289, 1947.

[MUL69] L. MULLINS. Rubber Chem. Technol., vol. 42 pp. 339, 1969.

[NAD03] C. NADOT-MARTIN, H. TRUMEL, A. DRAGON et A. FANGET. Morphology-based homogenization for viscoelastic particulate composites : Part 1 : Viscoelastic sole. *Journal of Applied Mechanics*, vol. 22 pp. 89-106, 2003.

[NAS85] A.D. NASHIF, D.I.G. JONES, J.P. HENDERSON. Vibration Damping, *John Wiley and Sons* (New York), vol. 303, pp. 90-92, 1985.

[NEV04] R. NEVIERE. Evaluation de l'impact de la porosité des propergols sur la déformée au tir des chargements. *PV n°24/CRB-DRT-BCFM/2004* , 2004.

[NIL01] A.M. NILES, F. GARCIA, D.W. GREENWOOD, J.W. FORBES, C.M. TARVER, S.K. CHIDESTER, R.G. GARZA et L.L. SWIZTER. Mesurement of low level explosives reaction in gauged multi-dimensional. 2001.

[OGD84] R.W. OGDEN. *Nonlinear elastic deformations*, 1984

[OLS98] E. OLSON, J.T. ROSENBERG, J.D. KAWAMOTO, C.F. LIN et L. SEAMAN. XDT Investigation by Computational Simulations of Mechanical Response Using a New Viscous Internal Damage Model. Dans : *11th Detonation Symposium*, 1998.

[ORI07] ORIGINLAB CORPORATION. Origin 8 user guide. pp. 444-445, 2007.

[OTA] OTAN. Non-detonative response.

[OTA99] OTAN. Explosives, impact sensitivity tests. 1999.

[OZU92] S. OZUPECK et E.B. BECKER. Constitutive Modeling of High-elongation Solid Propellants. *Journal of Engineering Materials Technologies*, vol. 114 pp. 111-115, 1992.

[OZU97] S. OZUPECK. *Constitutive Equations for Solid Propellants*. Thèse de doactorat, The University of Texas at Austin, 1997.

[OZU97] S. OZUPECK et E.B. BECKER. Constitutive Equations for Solid Propellants. *Journal of Engineering Materials Technologies*, vol. 119 pp. 125-132, 1997.

[PRA] J.-L. PRADEL et E. BONNET. Oligomères hydroxytéléchéliques de butadiène PBHT. *Les techniques de l'ingénieur, traité plastiques et composites*, AM 3 430.

[PAR10a] PARR. 6200 automatic isoperibol calorimeter. *www.parrinst.com*.

[PAR10b] PARR. Oxygen combustion bomb, Bulletin 4700. *www.parrinst.com*.

[PRE06] H.J. PRENTICE, W.G. PROUD. Experimental investigation of ignition mechanisms in confined energetics. 2006.

[PHO03] PHOTRON LIMITED. Caméra rapide FASTCAM-ultima APX, Manuel du materiel. *www.photron.com*, 2003.

[QUE01] QUESTAR CORPORATION. FR-1 MKIII, Manuel du matériel, 2001.

[QUI01] M. QUIDOT. Comportement mécanique et critère de rupture en dynamique des explosifs composites. *SNPE Propulsion*, 2001.

[QUI03] M. QUIDOT. Numerical Simulation of the Dynamic Brazilian Test on a High filled Polymer. Dans : *7th International Conference on Mechanical and Physical Behaviour of Materials under Dynamic Loading* (Porto, Portugal), 2003.

[RAN04] A. RANGANATHAN. The Levenberg-Marquardt Algorithm., 2004.

[RAP97] T. RAPHENNE. *Modélisation de l'endommagement d'un explosif agrégataire soumis à l'impact d'un projectile*. Thèse de Doctorat, Ecole Normale Supérieure de Cachan, 1997.

[RAV95] G. RAVICHANDRAN et C.T. LIU. Modeling Constitutive Behaviour of Particulate Composites Undergoing Damage. *International Journal of Solids and Structures*, vol. 32 (6/7) pp. 979-990, 1995.

[RIC07] J. RICHETON, S. AZHI, K.S. VECCHIO, F.C. JIANG et A. MAKRADI. Modelling and validation of the large deformation inelastic response of amorphous polymers over a wide range of temperatures and strain rates. *International Journal of Solids and Structures*, vol. 44 (24), pp. 7938-7954, 2007.

[SAL81] M. SALVIA. *Propriétés dynamiques des propergols solides composites*. PhD thesis, Université de Lyon. 1981.

[SCH74] R.A. SCHAPERY. Titre. Dans : *Mechanics of Composite Materials Academic Press.*, G.P. Sendeckyj éd., , vol. 2 pp. 85-169. 1974.

[SCH86] R.A. SCHAPERY. *A micromechanical model for nonlinear viscoelastic behavior of particle-reinforced rubber with distributed damage*. Engng. Fract. Mech., vol. 25 (516) pp. 845-867, 1986.

[SEA85] L. SEAMAN, D.R. CURRAN et W.J. MURRI. A Continuum Model for Dynamic Tensile Microfracture and Fragmentation. *Journal of Applied Mechanics*, vol. 52 pp. 593-600, 1985.

[SEA98] L. SEAMAN, J.W. SIMONS, D.C. ERLICH, E. OLSON, J.T. ROSENBERG et E.R. MATHESON. Developement of a Viscous Internal Damage Material Based on the BFRACT Microfracture Model. Dans : *11th Detonation Symposium*, 1998.

[SIM98] J.C. SIMO et T.J.R. HUGHES. *Computational Inelasticity*. Springer, 1998.

[SKY01] SKYSCAN. Desktop X-Ray microtomographe SkyScan 1072. *www.skyscan.be*, 2001.

[SNP] SNPE MATERIAUX ENERGETIQUES. A propos des matériaux énergétiques.

[STA86] F. STANKIEWICZ. Travaux sur les propriétés mécaniques en dynamique des explosifs composites à liant inerte, 1986.

[STE96] D.J. STEINBERG. Equation of state and strength properties of selected materials. *Rapport interne, UCRL-MA-106439, Lawrence Livermore National Laboratory*, 1996.

[STE97] A.C. STEENBRINK, E. VAN DER GIESSEN et P.D. WU. Void Growth in Glassy Polymers. *Journal of Mechanics and Physics of Solids*, vol. 45 (3) pp. 405-437, 1997.

[SYL03] N.N. SYLVANUS, H. DAVID, K.D. PIYUSH. Dynamic mode II delamination fracture of unidirectional graphite/epoxy composites. Composites, 34(B) :303- 316 ,2003.

[SWA] G.M. SWALLOWE et J.E. FIELD. Effect of polymers on the drop weight sensitiveness of explosives.

[TAN04] H. TAN, Y. HUANG, C. LIU et P.H. GEUBELLE. The Mori-Tanaka method for composite materials with non linear interface debonding. *International Journal of Plasticity*, vol. 21 pp. 1890-1918, 2004.

[TAN05] H. TAN, C. LIU, Y. HUANG et P.H. GEUBELLE. The cohesive law for the particle/matrix interfaces in high explosives. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, vol. 53 pp. 1892-1917, 2005.

[TAU03] J.M. TAUZIA. *A propos des matériaux énergétiques*. Société des Matériaux Energétique, 2003.

[TAV69] P. TAVERNIER. *Poudres et explosifs*. P.U.F 259, 1969.

[TOR01] S. TORQUATO. *Random Heterogeneous Materials*. Springer, 2001.

[TOU07a] M. TOUBOUL. *Approche multi-échelle morphologique et directe pour une classe de composites particulaires fortement chargés hyperélastiques et visco-hyperélastique*. Thèse de doctorat, Université de Poitiers – ENSMA, 2007.

[TOU07b] M. TOUBOUL, C. NADOT, A. DRAGON et A. FANGET. A multi-scale “morphological approach” for highly filled particulate composites : evaluation in hyperelasticity and first application to viscohyperelasticity. *Arch. Mech.*, vol. 59 pp. 403-433, 2007.

[TRU08] H. TRUMEL. Etude de faisabilité du spectre de relaxation d’explosifs composites en cisaillement par DMA. *Note technique ETU SEXSO-YMO NT-P07 04 LME A*. 2008.

[TRA95] Y. TRAISSAC. *Comportement en grandes déformations d'un propergol solide : Application au dimensionnement mécanique sous pression du tir d'un chargement*. Thèse de doctorat, Université de Bordeaux I, 1995.

[TRU10] H. TRUMEL et J.-L. BRIGOLLE. Mise au point de la mesure de spectres de relaxation en cisaillement par DMA. *Note technique ETU ESTB-YMO NT-P10 02 LME A*. 2010.

[TRU96] H. TRUMEL. *Un modèle viscoélastique-viscoplastique pour un composite particulaire. Application à un problème de pénétration dynamique*. Thèse de doctorat, Université de Poitiers, 1996.

[VAN02] K.S. VANDERSELL, S.K. CHIDESTER, J.W. FORBES, F. GARCIA, D.W. GREENWOOD, L.L. SWITZER et C.M. TARVER. Experimental and modelling studies of crush, puncture, and perforation scenarios in the Steven Impact test. *Rapport interne, Lawrence Livermore National* Laboratory (Livermore, CA, USA), 2002.

[VAN03] K.S. VANDERSALL, S.S. MURTY, S.K. CHIDESTER, J.W. FORBES, F. GARCIA, D.W. GREENWOOD et C.M. TARVER. Investigation using a transportation hook projectile with gauged experiments and 3D modelling. 2003.

[VIC03] M.F.E. VICTOR, S. ARUN. Fabrication, characterization and dynamic behavior of polyester/TiO2 nanocomposites. Materials Science and Engineering, A361 :358-366, 2003.

[VIC10] CORRELATED SOLUTIONS. Dynamic Deformation Measurement. *www.correlatedsolutions.com*, 2010.

[VRA93] L.A. VRASANOS et R.J. FARRIS. A Predictive Model for the Mechanical Behavior of Particulate Composites. Part I : Model Derivation. *Polymer Engineering and Science*, vol. 33 (22) pp. 1458-1465, 1993.

[WAL92] S.M. WALLEY, J.E. FIELD et S.J.P. PALMER. Impact sensitivity of propellants. 1992.

[WAL99] S.M. WALLEY, J.E. BALZER, W.G. PROUD et J.E. FIELD. Response of thermites to dynamic high pressure. 1999.

[WAL06] I.G. WALLACE, M. CARTWRIGHT, M. WILLIAMS et A. JONES. The vulnerability of explosives to low velocity impact. 2006.

[WOR02] S. WORTLEY, A. JONES, M. CARTWRIGHT et J. ALLUM. Low speed impact of pristine and aged solid high explosive. 2002.

[WIN99] J.M. WINEY, Z.A. DREGER, Y.A. GRUDKOV, B.J. JENSEN et Y.M. GUPTA. Equation of State and Temperature Measurements for Shocked Ammonium Perchlorate. Dans : *Conference on Shock Compression of Condensed Matter* (New York, USA), 1999.

RESUME

Les explosifs sont des matériaux qui, bien que potentiellement sensibles, sont conçus pour être stables en conditions normales, ainsi que lors de sollicitations mécaniques, chimiques ou thermiques « faibles ». Pourtant, sous sollicitations mécaniques de faible intensité, comme les impacts basse vitesse, ils peuvent réagir de manière intempestive. Les propergols, et plus particulièrement la butalite, objet de notre étude, présentent ce caractère : on observe des « réactions » pour des vitesses d'impacts inférieurs à 100 $m.s^{-1}$, dont l'origine est probablement liée à l'endommagement microstructural du matériau.
Dans ce contexte, le but ultime du CEA^2 Gramat est d'obtenir un outil de prédiction de la vulnérabilité des matériaux énergétiques pour les impacts à basse vitesse de type tour de chute. Pour ce faire, il est essentiel de disposer de données sur la morphologie et le comportement (thermo)mécanique macroscopique du matériau considéré, de ses phases constitutives à l'échelle mésoscopique et de ses interfaces.
Ainsi l'objectif de la thèse est de déterminer le type et le niveau de(s) endommagement(s) apparaissant(s) dans une « butalite inerte » suite à un impact mécanique dit « à basse vitesse » (i.e., inférieure à 100 $m.s^{-1}$) réalisé à l'aide d'un dispositif de type tour de chute modifié, associant un suivi par vidéo numérique rapide et une analyse microtomographique ante- et post-essai, en étudiant le ou les phénomènes physiques à l'origine des réactions sous « faibles » sollicitations, leur évolution et leur(s) origine(s) physique(s). Les grains sont modélisés par une loi de comportement purement élastique et la matrice en PBHT est décrite par une loi visco-hyper-élastique (couplage d'une série de Prony et du modèle de Mooney-Rivlin).

SUMMARY

Mesoscale Analysis of dynamic loading and their physical consequences on a propellant: numerical and mechanical modelisations issues

Although they are potentially sensitive, energetic materials are designed to be stable under normal conditions, as well as "weak" mechanical, chemical or thermal loadings. However, under low mechanical loadings, such as low velocity impacts, they may react untimely. Propellants and especially the butalite, object of our study, show "reactions" to impact velocities below 100 $m.s^{-1}$, whose origin is probably related to the material microstructural damage.
In this context, the ultimate goal of CEA2 Gramat is to obtain a predicting tool for the vulnerability of energetic materials for low velocity impacts as drop weight test. So it is essential to have data on the morphology and macroscopic thermo-mechanical behavior, its component phases at the mesoscopic scale and its interfaces.
Thus, the objective of the thesis is to determine the type and the damage(s) level(s) generating in an "inert butalite", during a low velocity mechanical impact (i.e., less than 100 $m.s^{-1}$), using a fast camera recording and ante- and post-test microtomographic analysis, or by studying the physical phenomena which are at the origin of reactions, their evolution and physical origin(s). Grains are represented by a purely elastic model and HTPB matrix is described by a visco-hyper-elastic model (coupling a Prony serie and Mooney-Rivlin model).

DISCIPLINE

Modélisation Mathématique en Mécanique

MOTS-CLES

Propergol, PBHT, Endommagement, Microstructure, Comportement visco-hyper-élastique, Impact basse vitesse

INTITULE ET ADRESSE DE L'U.F.R. OU DU LABORATOIRE

Université Montpellier II
Sciences et Techniques du Languedoc
Laboratoire de Mécanique et de Génie Civil
Place Eugène Bataillon
34095 Montpellier Cedex 5