

Essais mécaniques cycliques sous MEB pour des matériaux élastomères, à température ambiante et à 100°C.

Bertrand HUNEAU

Doctorants : Jean-Benoît LE CAM (2005), Stéphanie BEURROT (2012),
Pierre RUBLON (2013), Isaure MASQUELIER (2014)

GeM, UMR 6183 CNRS, Ecole Centrale de Nantes, Nantes



Plan

1. Contexte industriel des études présentées
2. Cadre scientifique : un problème multi-échelle
3. Technique d'observation
4. Observations de la microstructure *ex situ*
5. Observations de la microstructure *in situ*

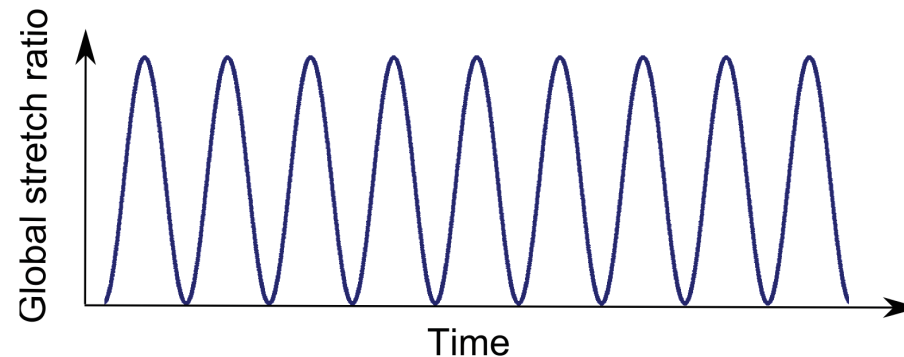
1. Contexte industriel

- Industrie automobile : pièces anti-vibratoires et pneumatiques en élastomères



1. Contexte industriel

- Endommagement en **fatigue** (solicitation mécanique cyclique) du caoutchouc naturel



- **Amorçage** de fissures
- **Propagation** des fissures de fatigue
- Pourquoi le caoutchouc naturel (NR : Natural Rubber) ?
Très bon comportement en fatigue du NR (+ charges)
→ **Attribué à la cristallisation sous tension (CST)**

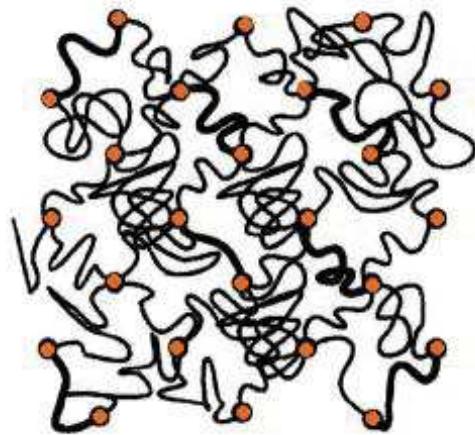
Plan

1. Contexte industriel des études présentées
2. Cadre scientifique : un problème multi-échelle
3. Technique d'observation
4. Observations de la microstructure *ex situ*
5. Observations de la microstructure *in situ*

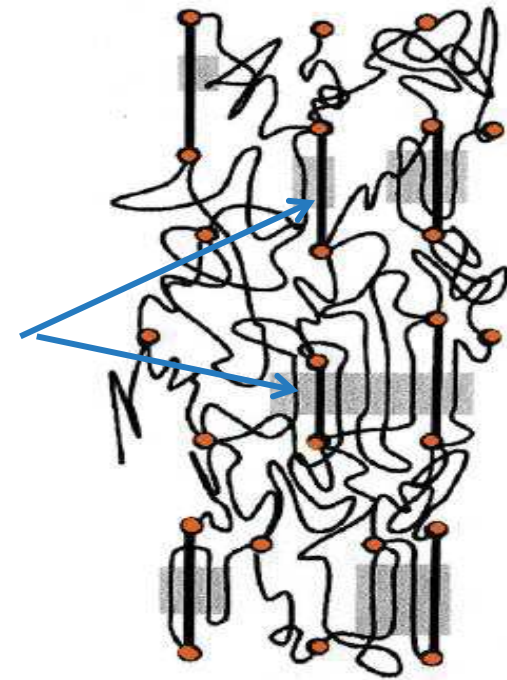
2. Cadre scientifique de l'étude

Cristallisation sous tension (ou cristallisation induite par la déformation) **des polymères**

Caoutchouc Naturel (NR)
(à température ambiante)



Cristallites

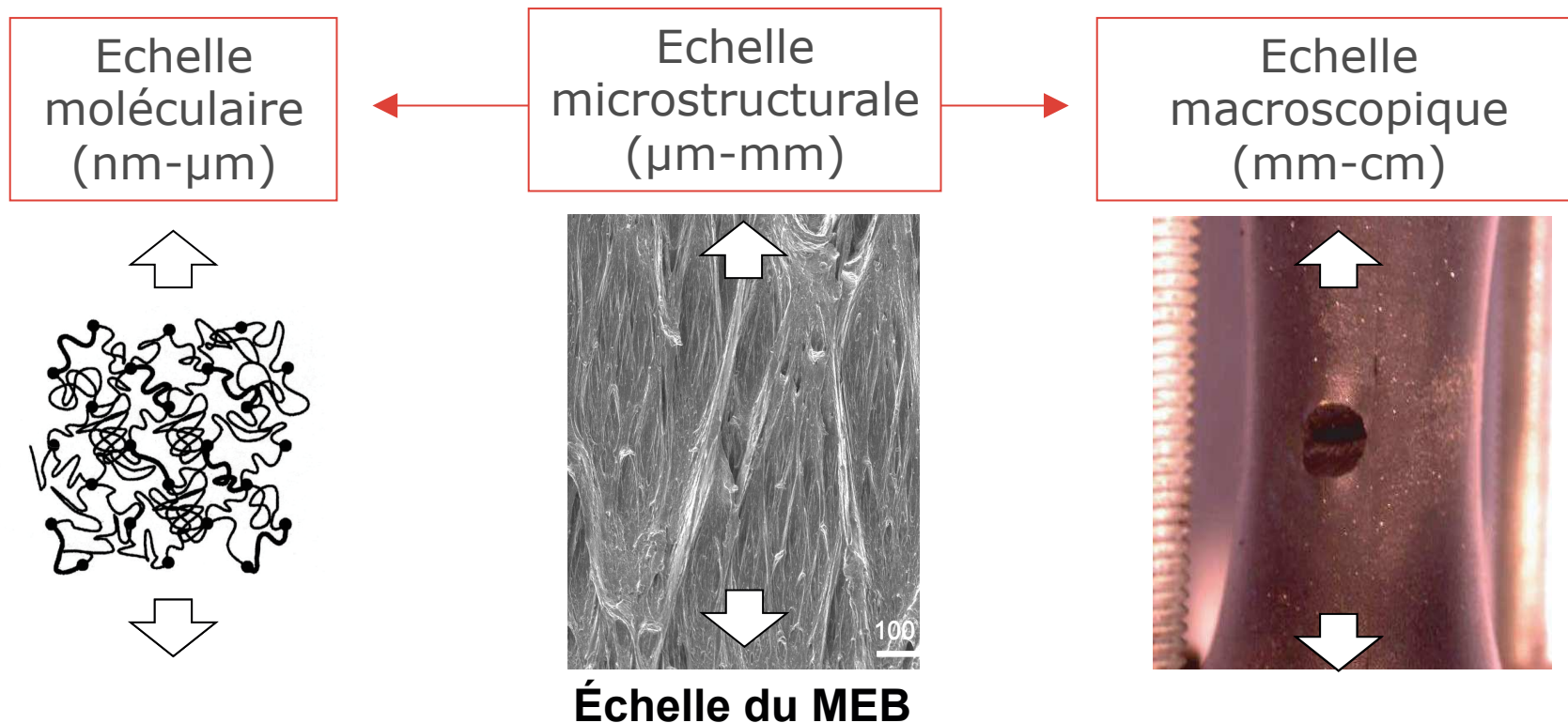


J.R. Katz, *Naturwissenschaften*, 13: 410-416, 1925
M. Tosaka *et al.*, *Rubber Chemistry and Technology*, 77: 711-723, 2004
B. Huneau, *Rubber Chemistry and Technology*, 84: 425-452, 2011

2. Cadre scientifique de l'étude

Besoin d'étudier les phénomènes d'endommagement en fatigue et la CST à plusieurs échelles :

- Echelle macroscopique
- Echelle de la macromolécule
- Echelle de la microstructure (échelle mésoscopique)




2. Cadre scientifique de l'étude

▪ A l'échelle macroscopique

- Effet sur l'endommagement macroscopique (thèse J.B. Le Cam 2005)

▪ A l'échelle microstructurale (mésoscopique)

- ex situ*
- 
- Mécanismes **d'amorçage des fissures de fatigue** (thèses J.B. Le Cam 2005 & I. Masquelier 2014)
 - Observation de fissures de fatigue au MEB (thèse J.B. Le Cam)
 - Observation de la **propagation des fissures de fatigue** (thèse S. Beurrot 2012 & P. Rublon 2013)

▪ A l'échelle macromoléculaire (par DRX au synchrotron)

- En fatigue uniaxiale et en quasi statique sous sollicitation biaxiale (thèse S. Beurrot, 2012)
- **Propagation** : en pointe de fissure de fatigue (thèse P. Rublon, 2013)

Plan

1. Contexte industriel des études présentées
2. Cadre scientifique : un problème multi-échelle
- 3. Technique d'observation**
4. Observations de la microstructure *ex situ*
5. Observations de la microstructure *in situ*

3. Technique d'observation

- **MEB** : JEOL 6360-LA
- **Matériau** : caoutchouc naturel chargé au noir de carbone (conducteur), pas de métallisation
- Observations en **électrons secondaires** (High vacuum)
- Tension d'accélération entre 5 et 20 kV
- Exposition au faisceau d'électrons à « limiter » sinon endommagement



3. Technique d'observation

Observation des faciès de rupture

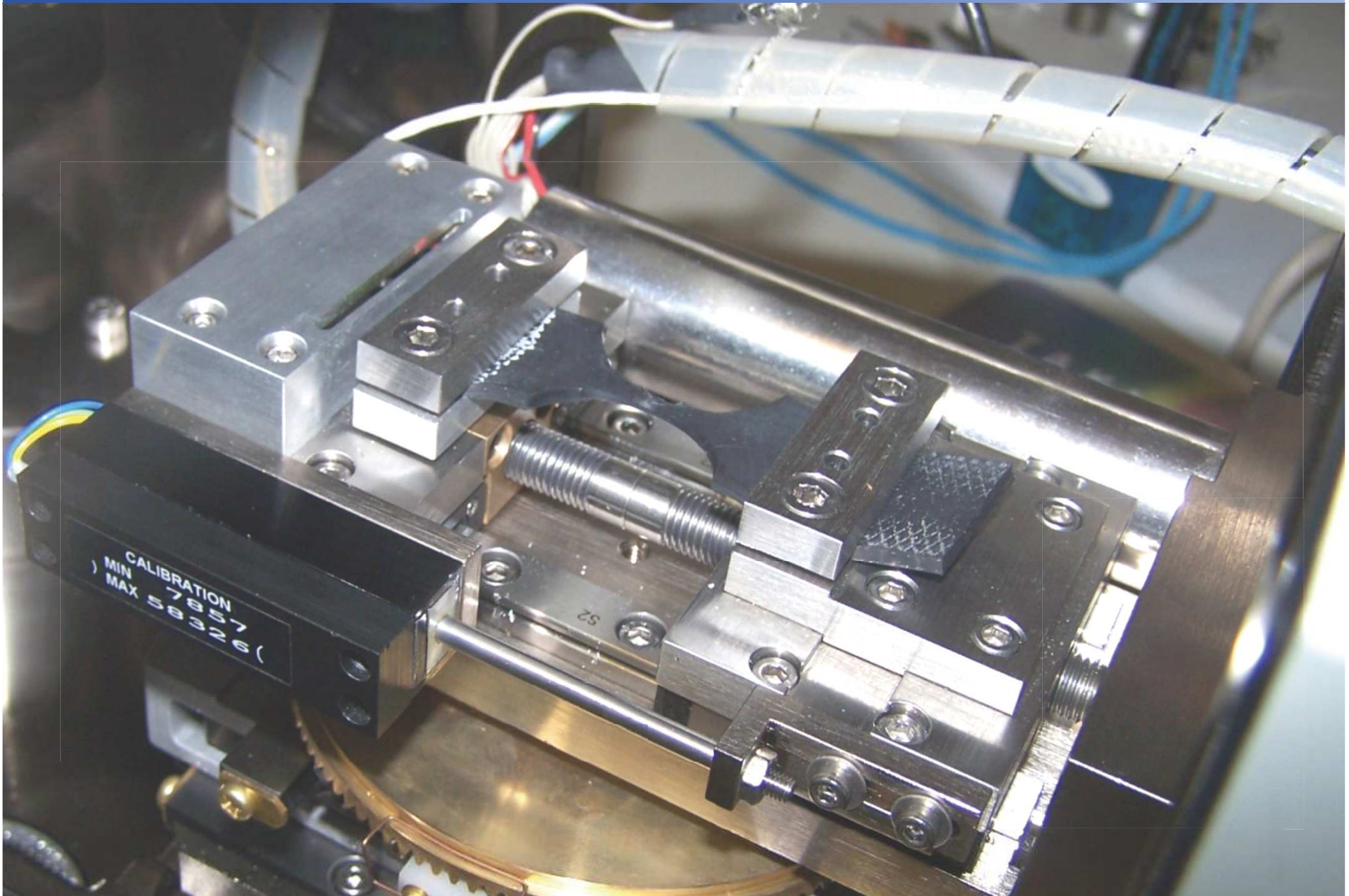


Ou avant rupture sur éprouvettes
« fatiguées » :

- On étire les éprouvettes pour observer les **fissures**
- Essai de sollicitation cyclique **hors du MEB** puis observations sur échantillons étirés (= *ex situ*)
- Essai de sollicitation cyclique **dans le MEB** puis observations sur échantillons étirés (= *in situ*)



3. Technique d'observation

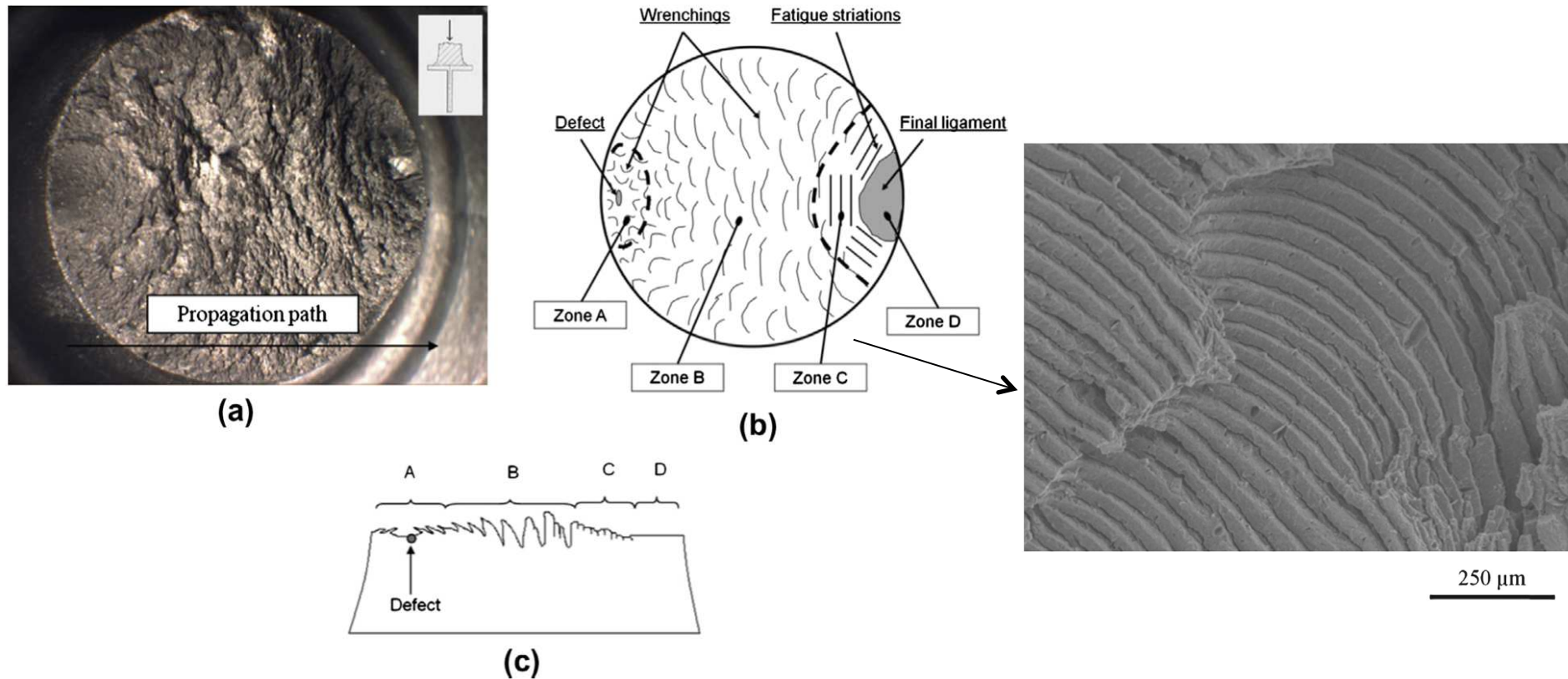


Plan

1. Contexte industriel des études présentées
2. Cadre scientifique : un problème multi-échelle
3. Technique d'observation
4. Observations de la microstructure *ex situ*
5. Observations de la microstructure *in situ*

4. Observations lors d'essais *ex situ*

Premières études au MEB : observations des **faciès de rupture : amorçage + propagation**



Ref : J.-B. Le Cam, B. Huneau, E. Verron. *International Journal of Fatigue* 52, pp. 82–94, 2013.

4. Observations lors d'essais *ex situ*

Premières études au MEB : **amorçage**

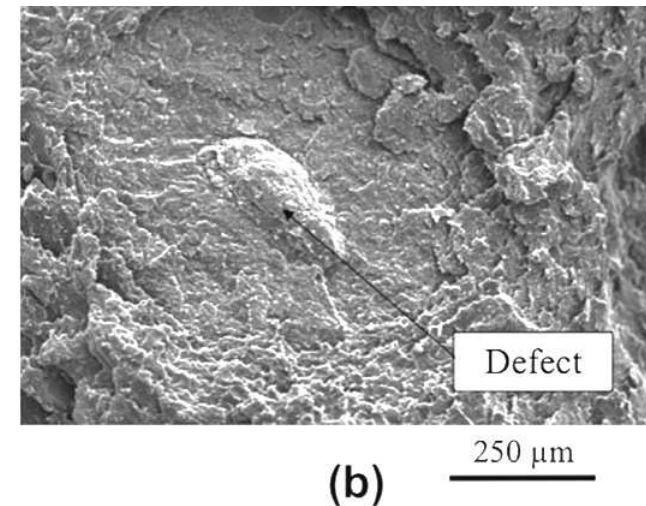
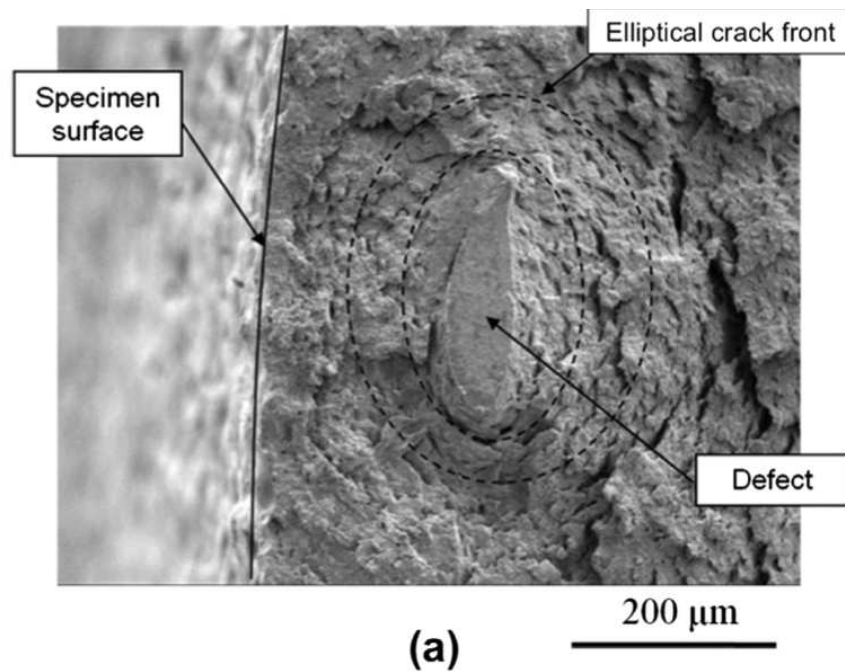


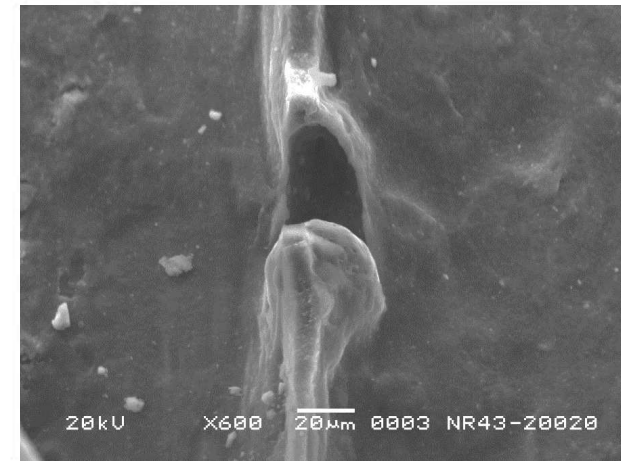
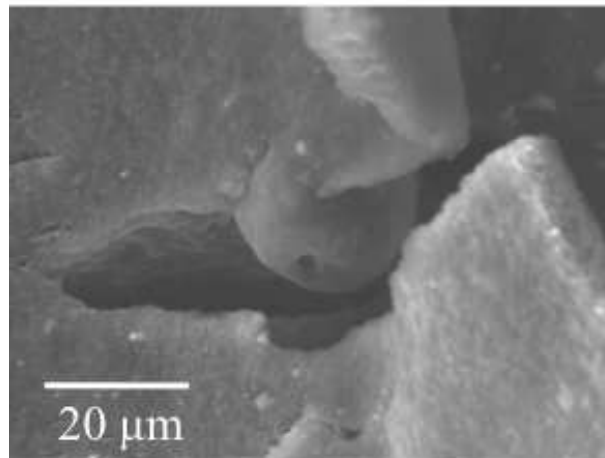
Fig. 9. (a) Carbon black agglomerate broken into two parts and (l) agglomerate covered with rubber.

Ref : J.-B. Le Cam, B. Huneau, E. Verron. *International Journal of Fatigue* 52, pp. 82–94, 2013.

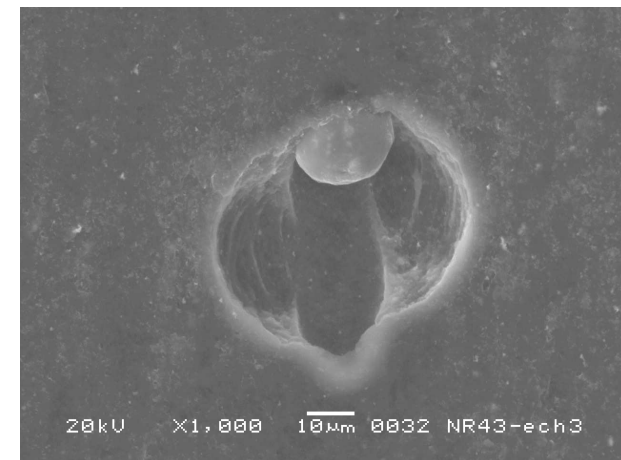
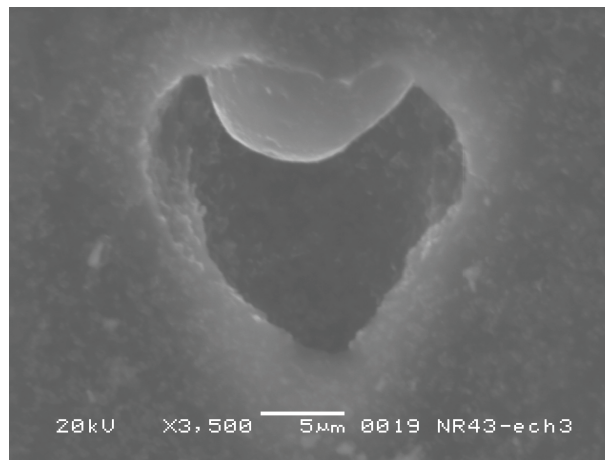
4. Observations lors d'essais *ex situ*

Premiers stades d'amorçage sur des éprouvettes "fatiguées" mais non rompues

Au plan de joint (bavure)



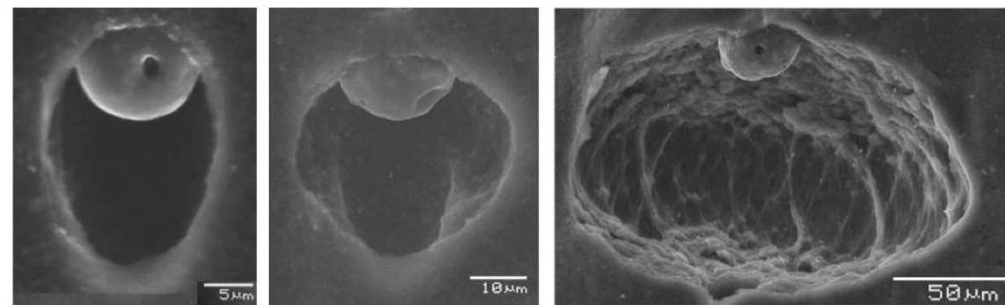
Hors plan de joint



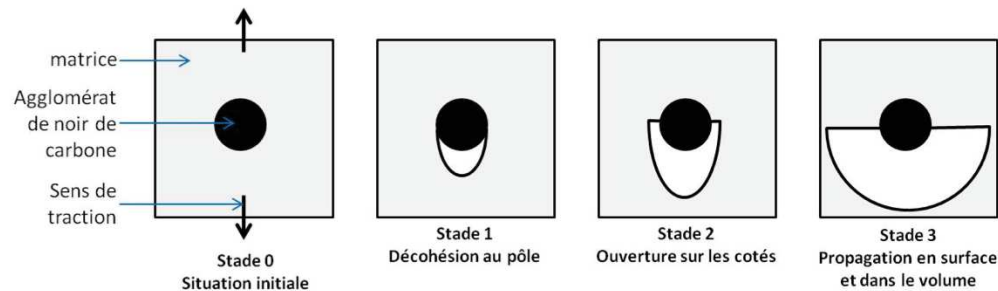
4. Observations lors d'essais *ex situ*

Etude approfondie de l'**amorçage** autour d'inclusions
MEB et microtomographe :

Mécanisme
d'amorçage
d'une fissure de
fatigue autour
d'un agglomérat
de noir de
carbone



Stade 1 Décohésion au pôle
Stade 2 Ouverture sur les cotés
Stade 3 Propagation en surface et dans le volume



Ref : B. Huneau, I. Masquelier, Y. Marco, V. Le Saux, S. Noizet, C. Schiel, P. Charrier, *Rubber Chemistry and Technology* 89, pp.126-141, 2016

4. Observations lors d'essais *ex situ*

Phase de **propagation** des fissures de fatigue

Etudes au MEB avec un système d'étirage rudimentaire

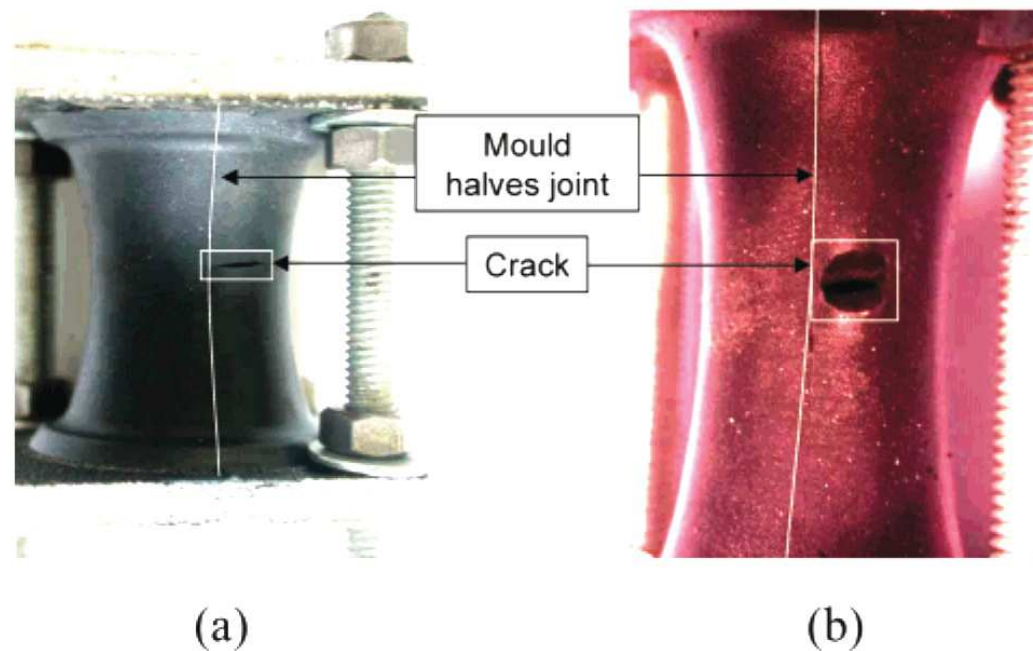


Figure 2. Sample and fatigue crack in the (a) undeformed and (b) deformed configurations.

Ref : J.-B. Le Cam, B. Huneau, E. Verron, L. Gornet. *Macromolecules* 37, pp. 5011-5017, 2004

4. Observations lors d'essais *ex situ*

Phase de **propagation** des fissures de fatigue

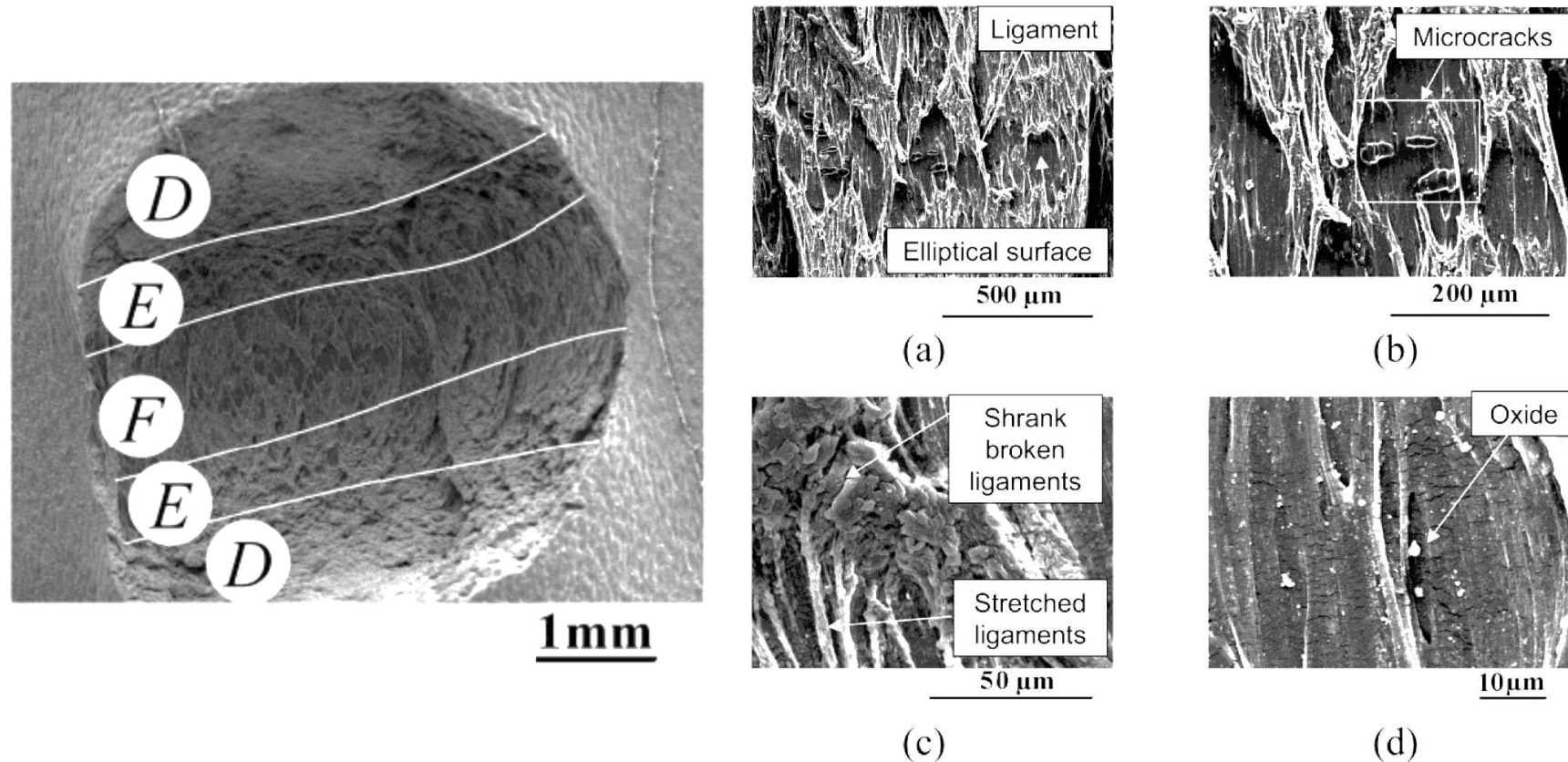


Figure 5. Details of the crack tip for four magnifications.

Ref : J.-B. Le Cam, B. Huneau, E. Verron, L. Gornet. *Macromolecules* 37, pp. 5011-5017, 2004

4. Observations lors d'essais *ex situ*

Phase de **propagation** des fissures de fatigue

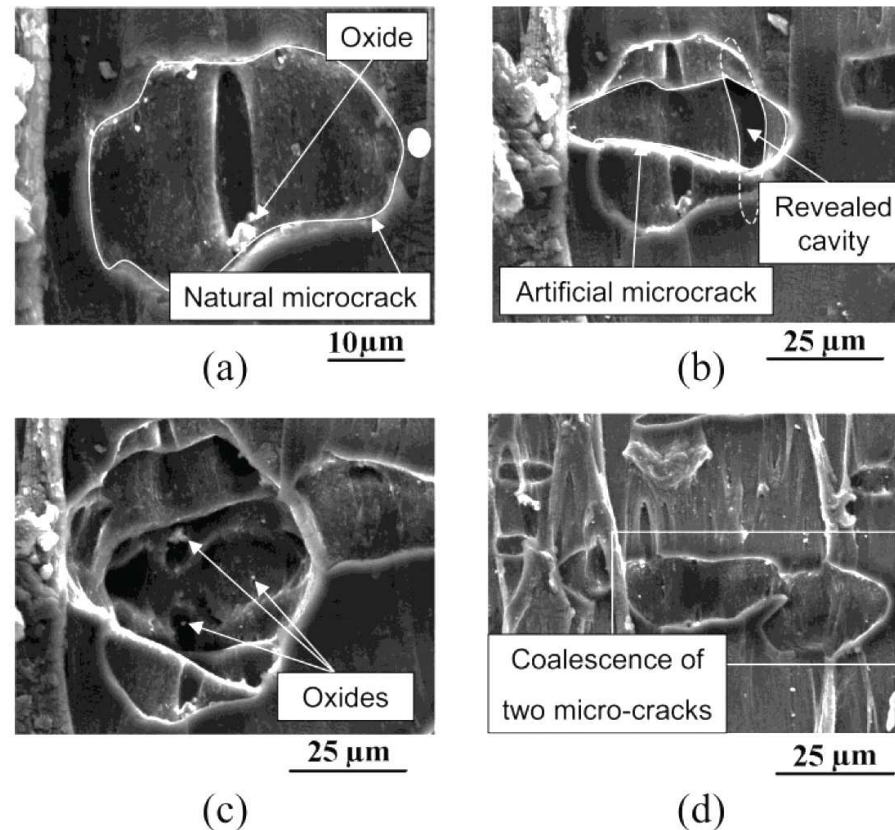


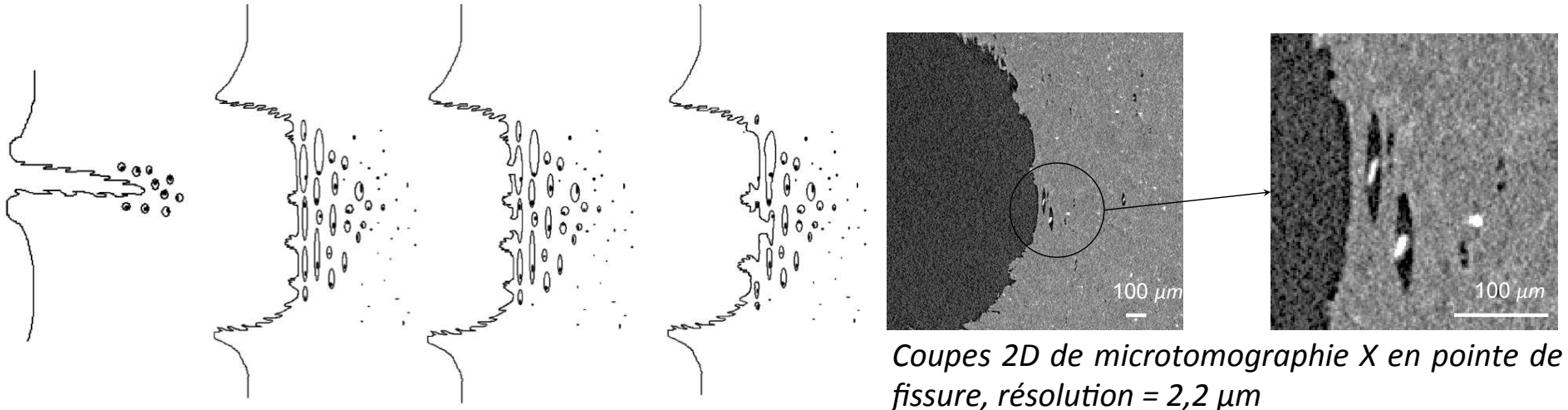
Figure 6. Chronology of the microcut experiment.

Ref : J.-B. Le Cam, B. Huneau, E. Verron, L. Gornet. *Macromolecules* 37, pp. 5011-5017, 2004

4. Observations lors d'essais *ex situ*

- **Bilan : mécanisme de propagation de fissures en fatigue par** observation d'une fissure de fatigue au MEB (éprouvette étirée)

- J.B. Le Cam *et al.*, *Macromolecules*, 2004.



- Perspective : observation d'une fissure de fatigue au MEB (essai *in-situ*) et enrichissement du mécanisme de fissuration.
- S. Beurrot *et al.*, *Journal of Applied Polymer Science*, 2010.

Plan

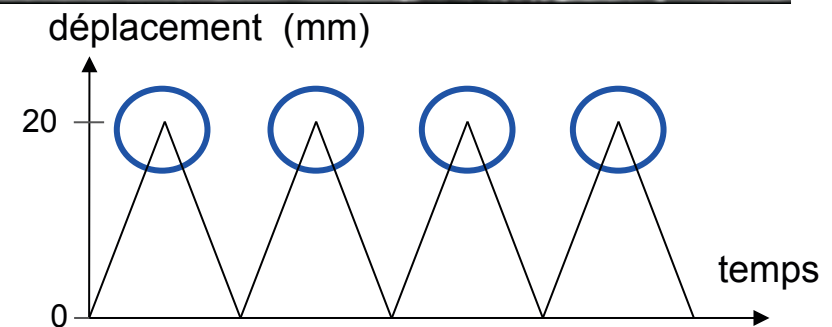
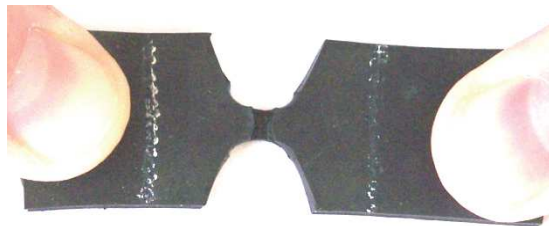
1. Contexte industriel des études présentées
2. Cadre scientifique : un problème multi-échelle
3. Technique d'observation
4. Observations de la microstructure *ex situ*
5. Observations de la microstructure *in situ*

5. Observations lors d'essais *in situ*

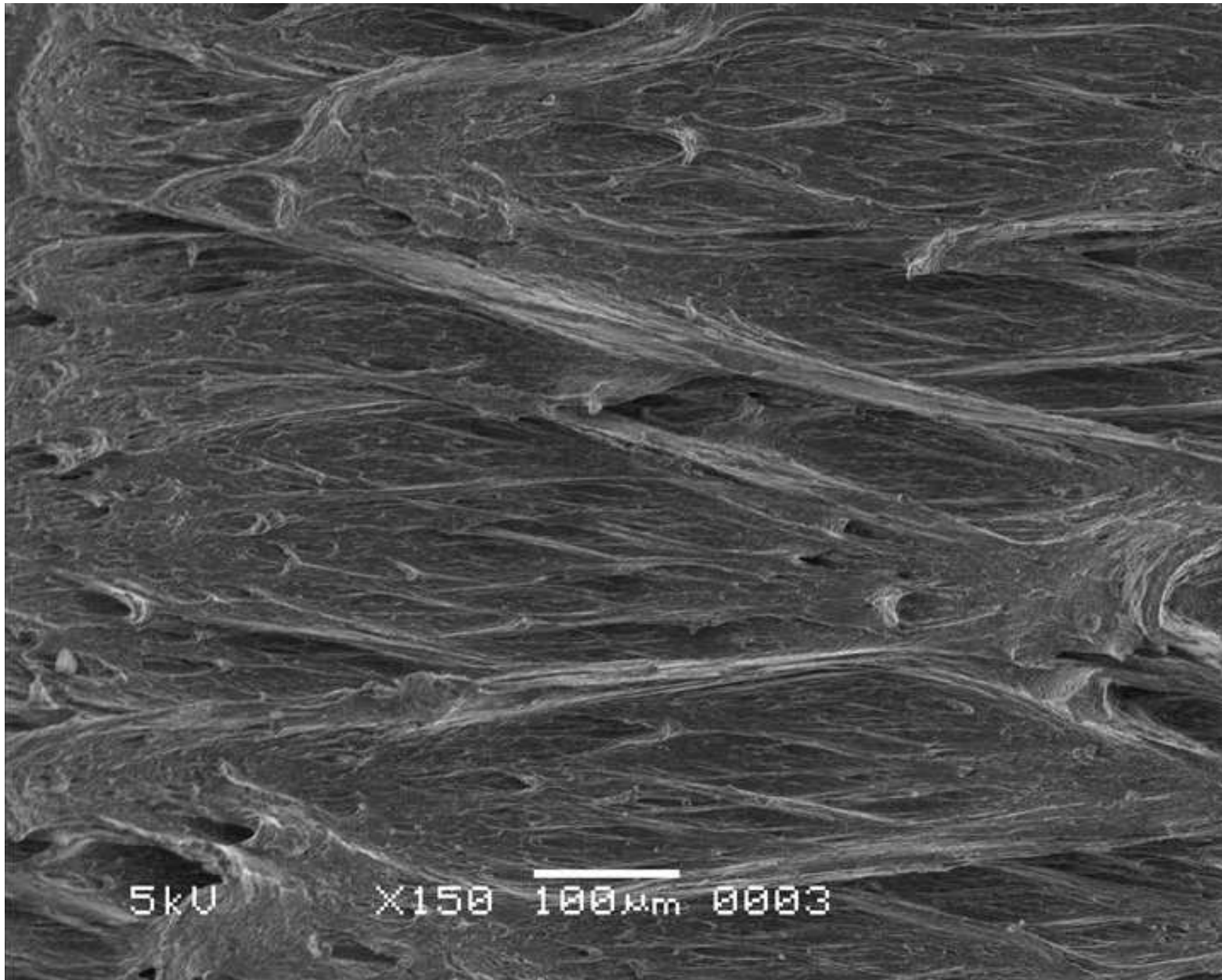
- Mise en place d'un protocole expérimental original pour observer la **propagation de fissure de fatigue dans un MEB.**

3 étapes :

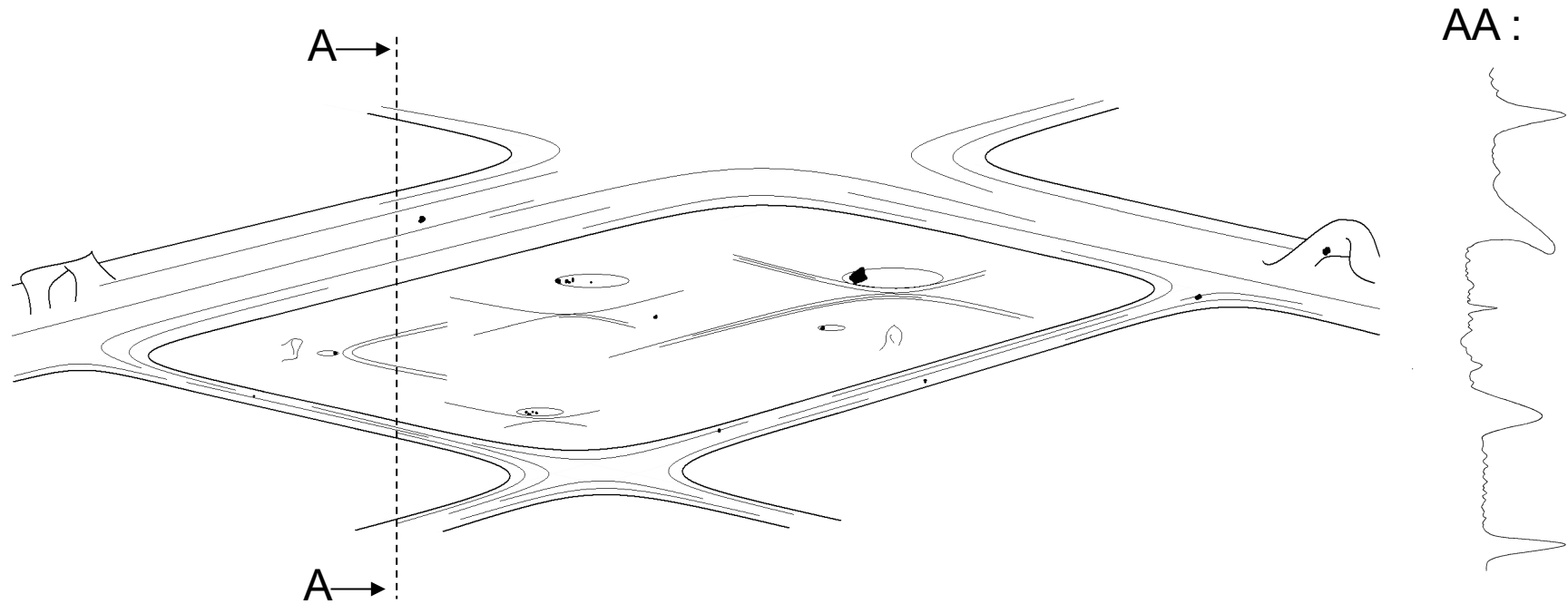
- entaille au cutter
- propagation dans une machine conventionnelle
- propagation dans le MEB
- **Pause de 10 -20 sec pour la photo**
- **1 cycle = 20 min...**



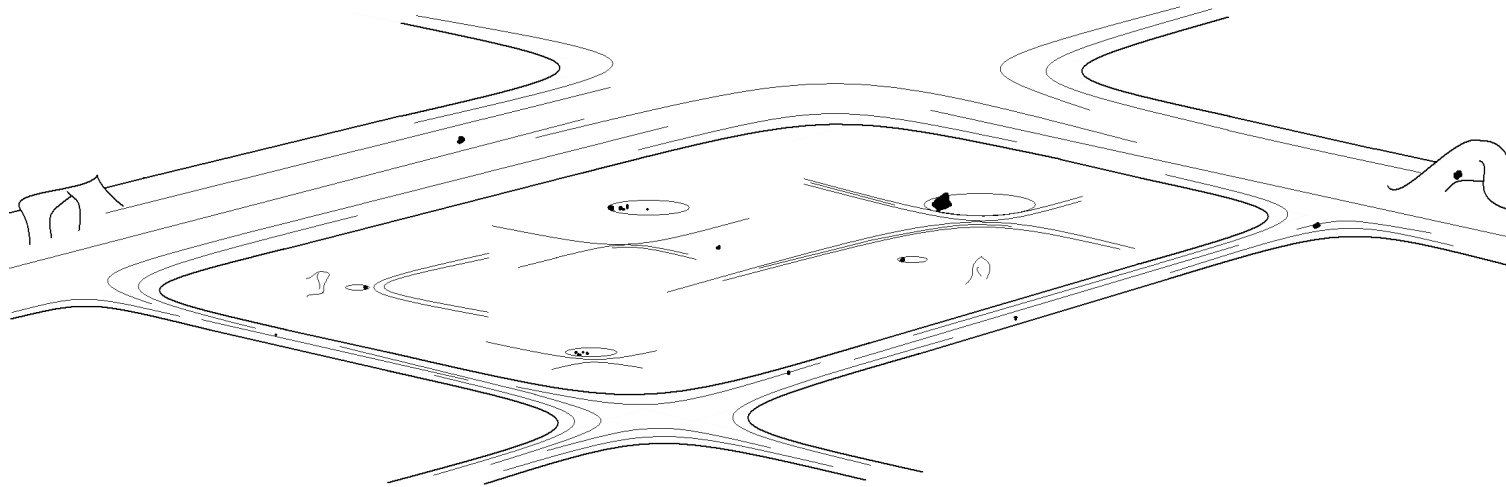
5. Observations lors d'essais *in situ*



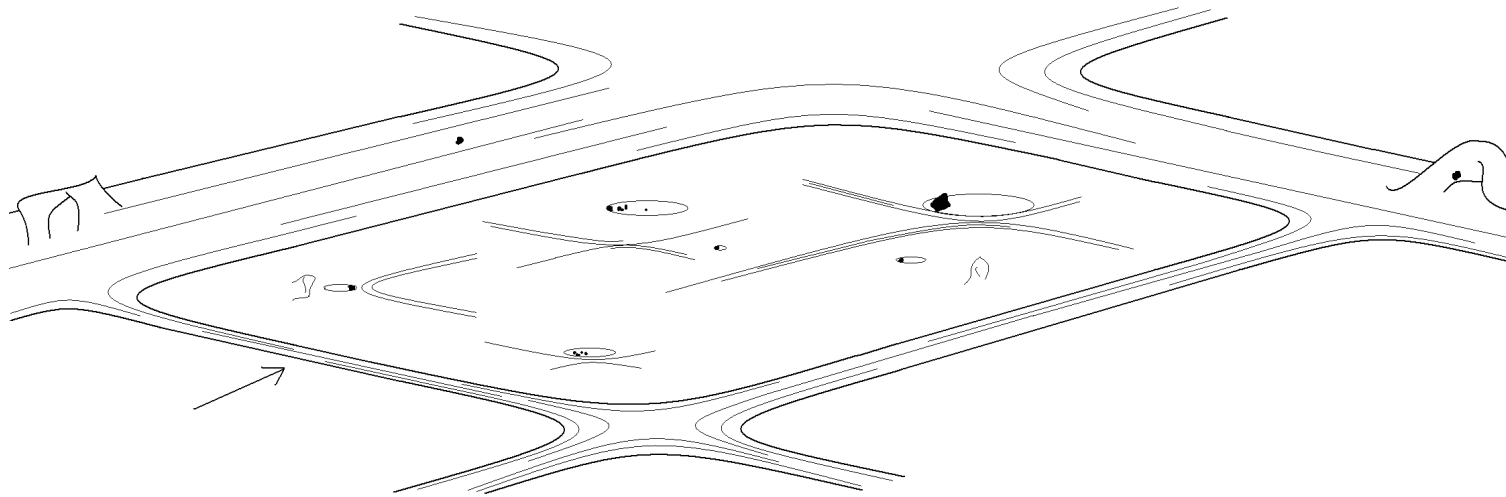
5. Observations lors d'essais *in situ*



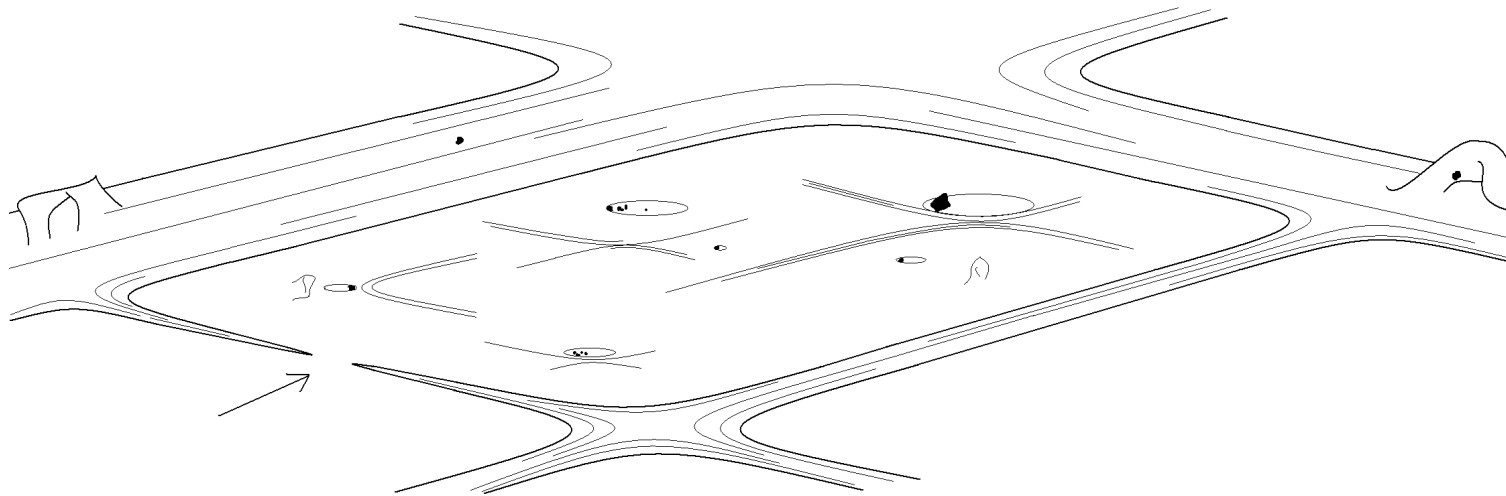
5. Observations lors d'essais *in situ*



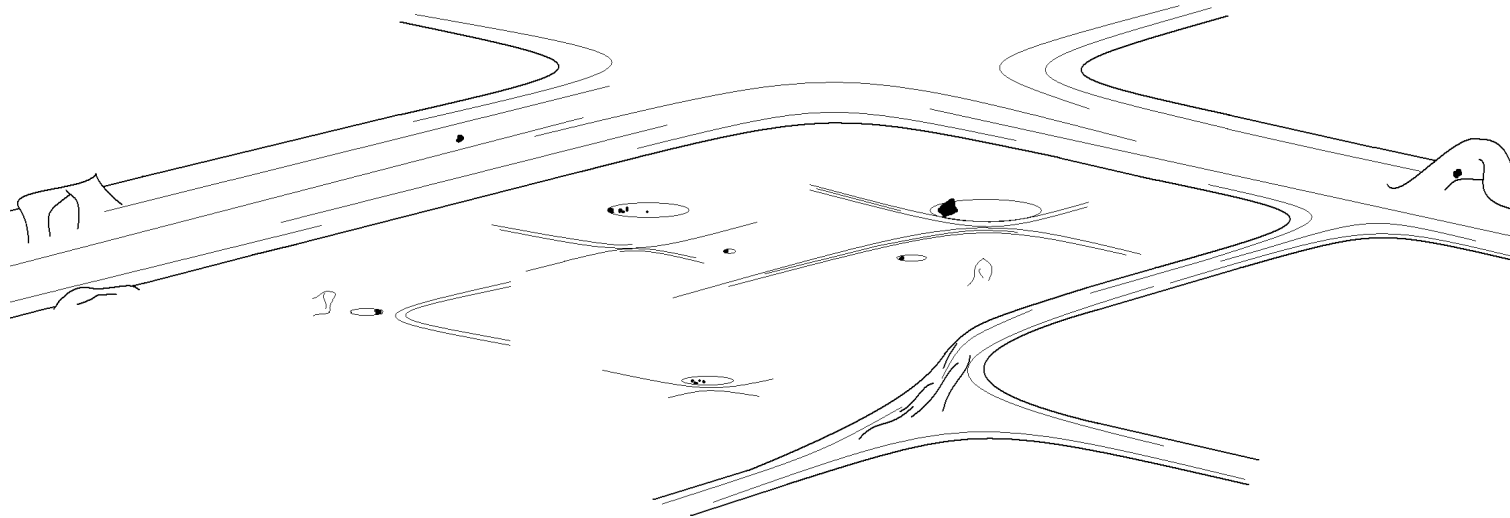
5. Observations lors d'essais *in situ*



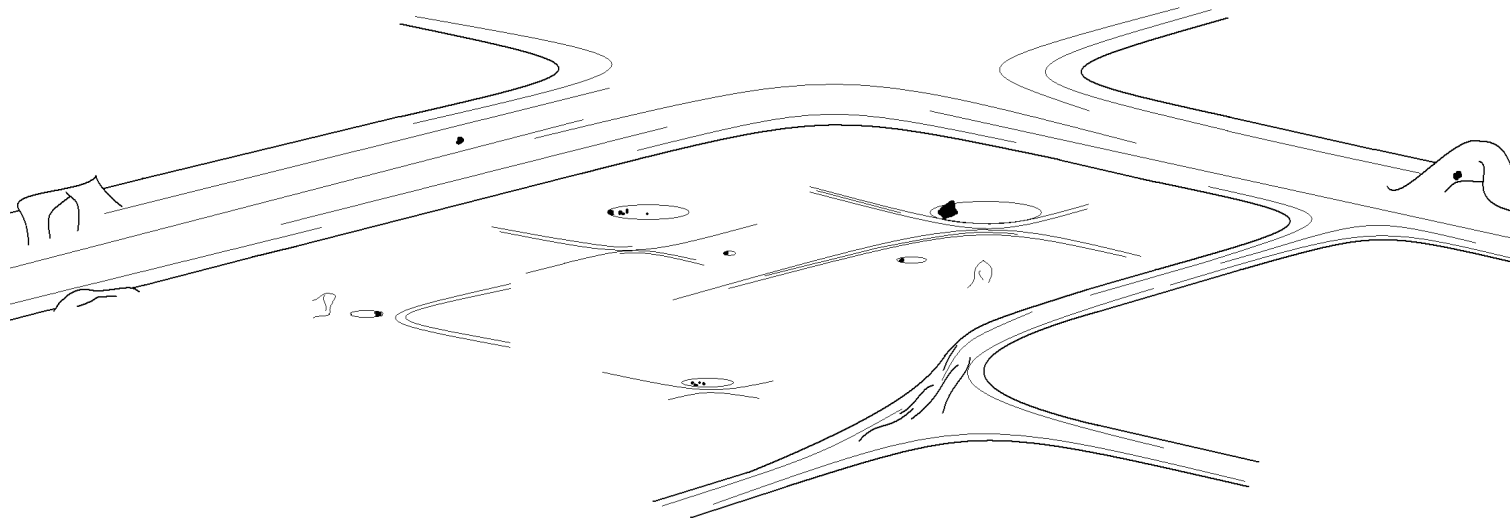
5. Observations lors d'essais *in situ*



5. Observations lors d'essais *in situ*



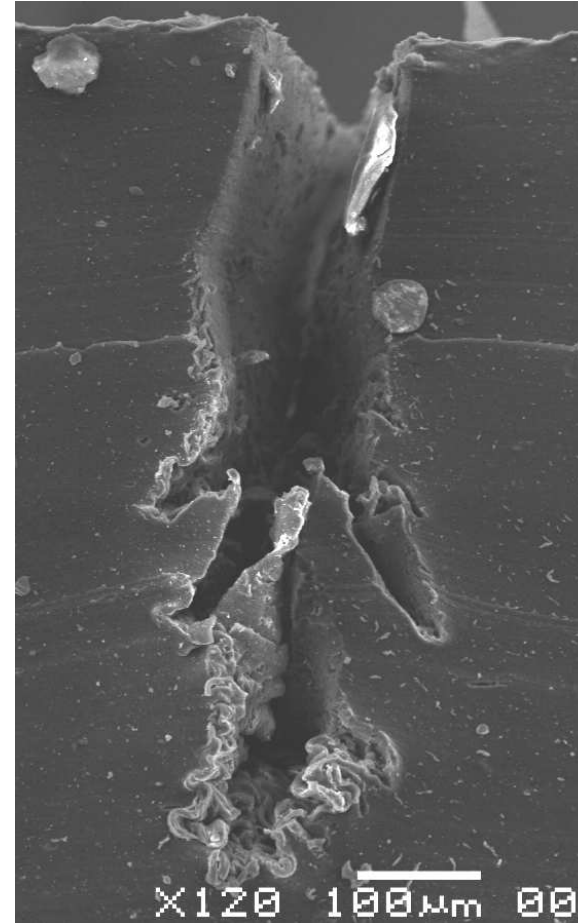
5. Observations lors d'essais *in situ*



Un mécanisme élémentaire qui se répète simultanément dans différentes zones du fond de fissure

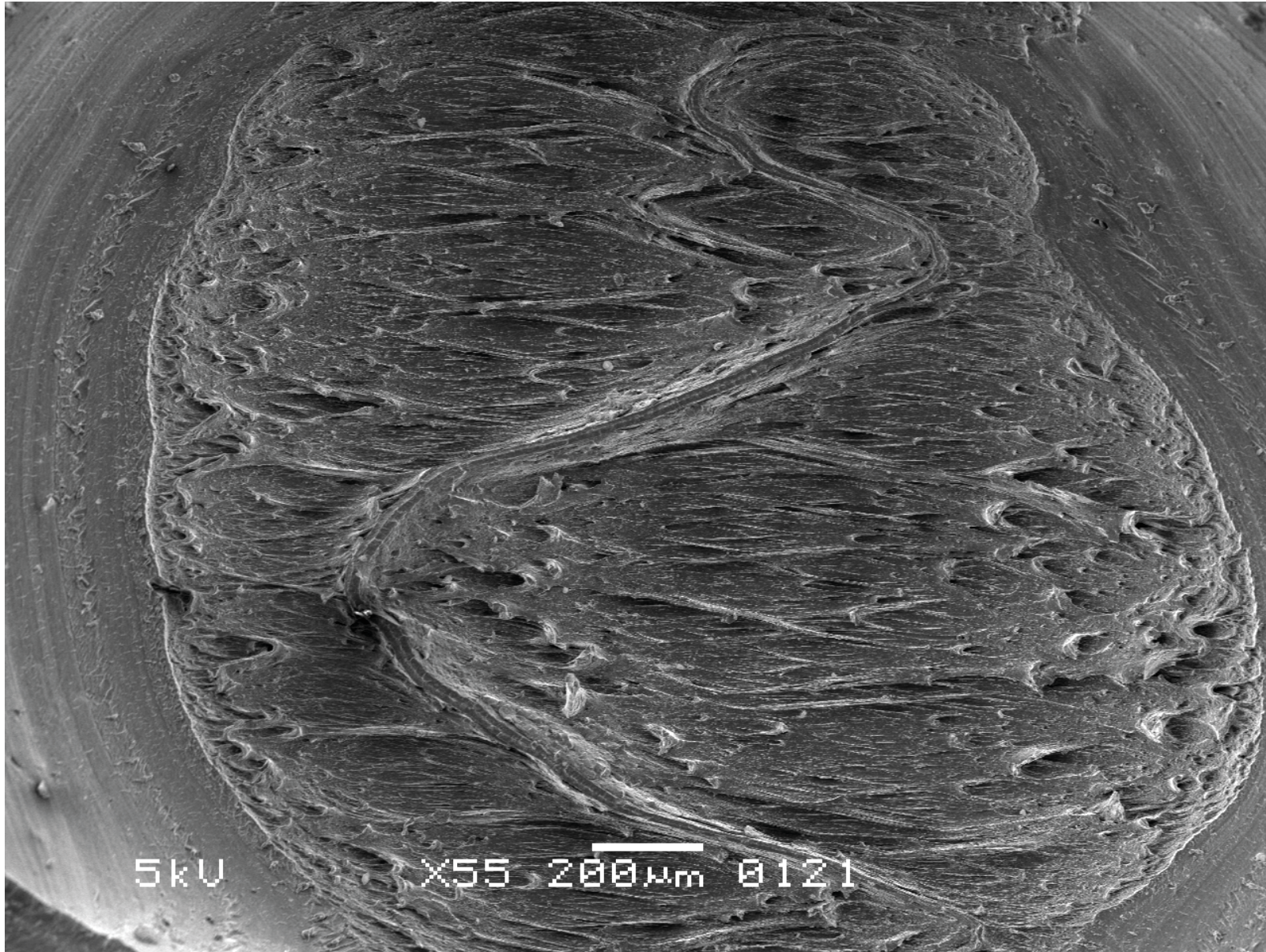
5. Observations lors d'essais *in situ*

- Autre spécificité de la fissuration en fatigue du NR : la ramification de fissure (*branching*)
- Dissipe de l'énergie et permet une bonne résistance à la propagation des fissures de fatigue

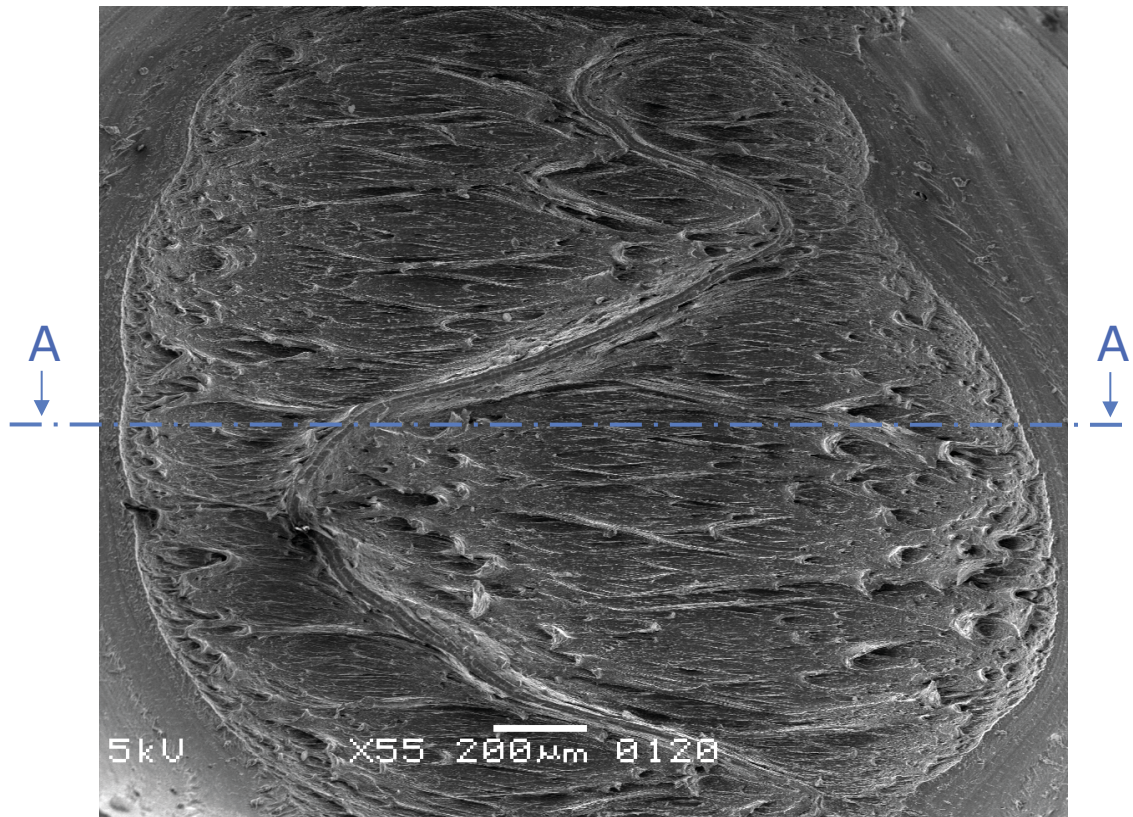


Direction de propagation ↓

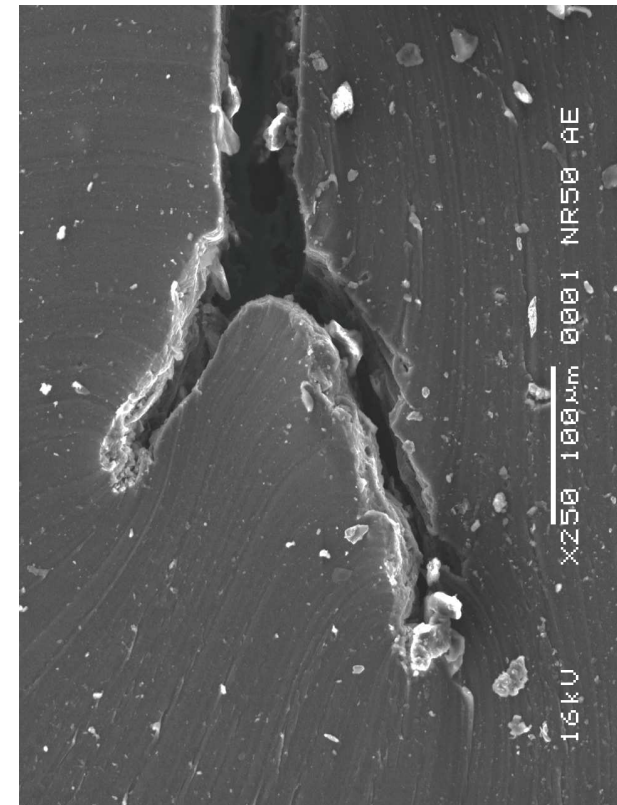
5. Observations lors d'essais *in situ*



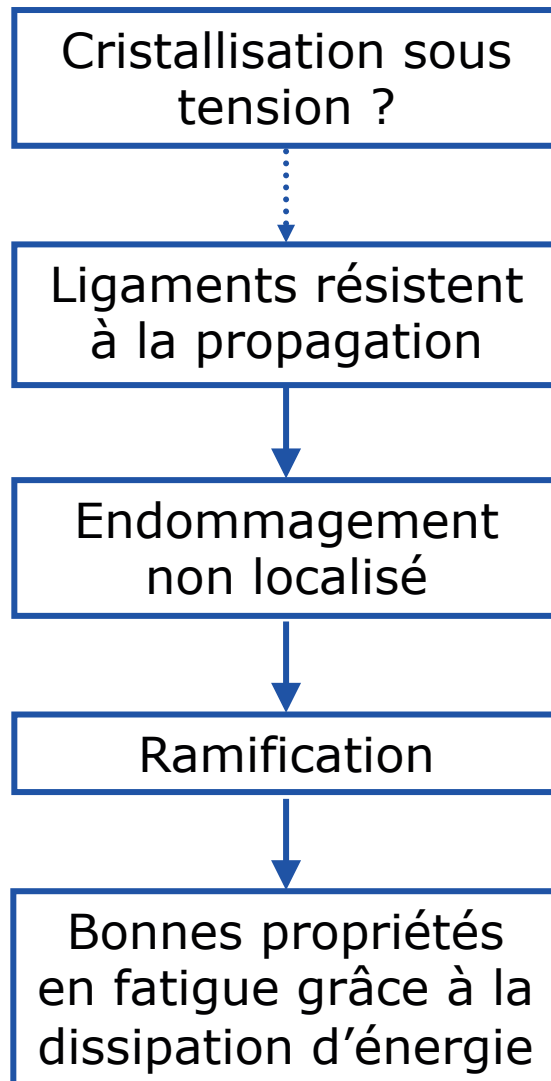
5. Observations lors d'essais *in situ*



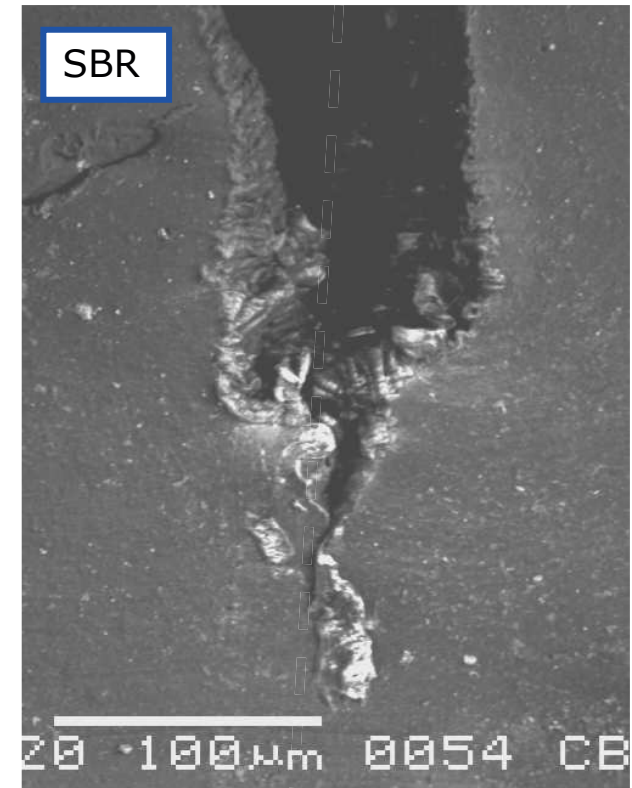
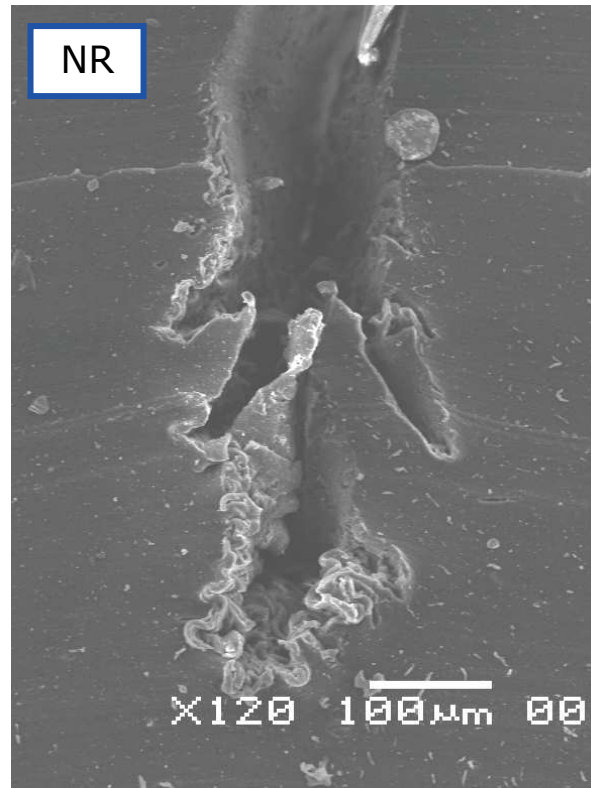
AA :



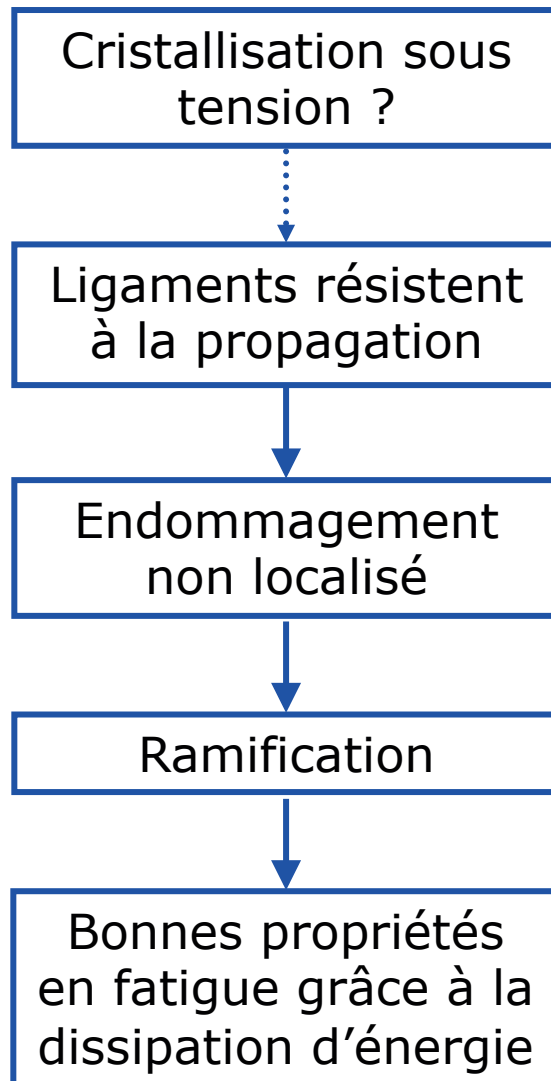
5. Observations lors d'essais *in situ*



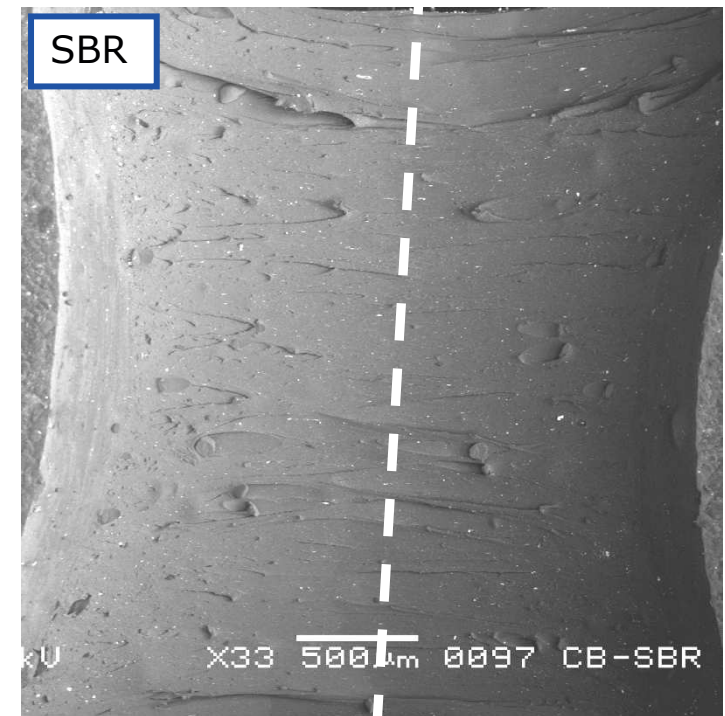
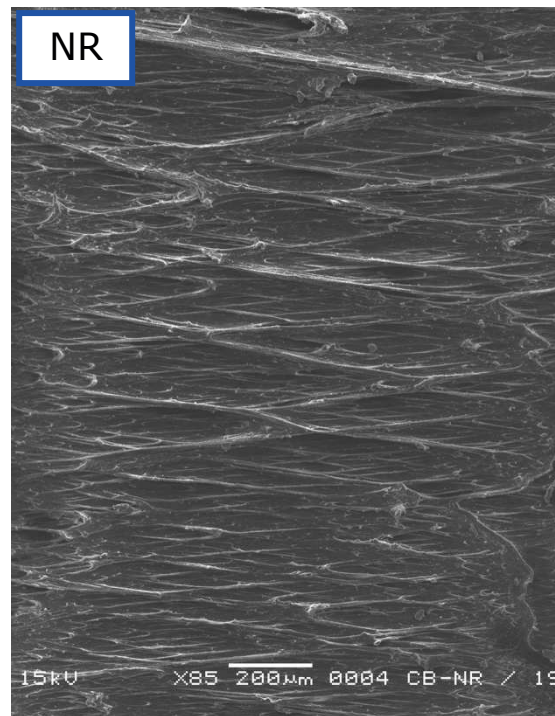
Chemin de fissuration



5. Observations lors d'essais *in situ*

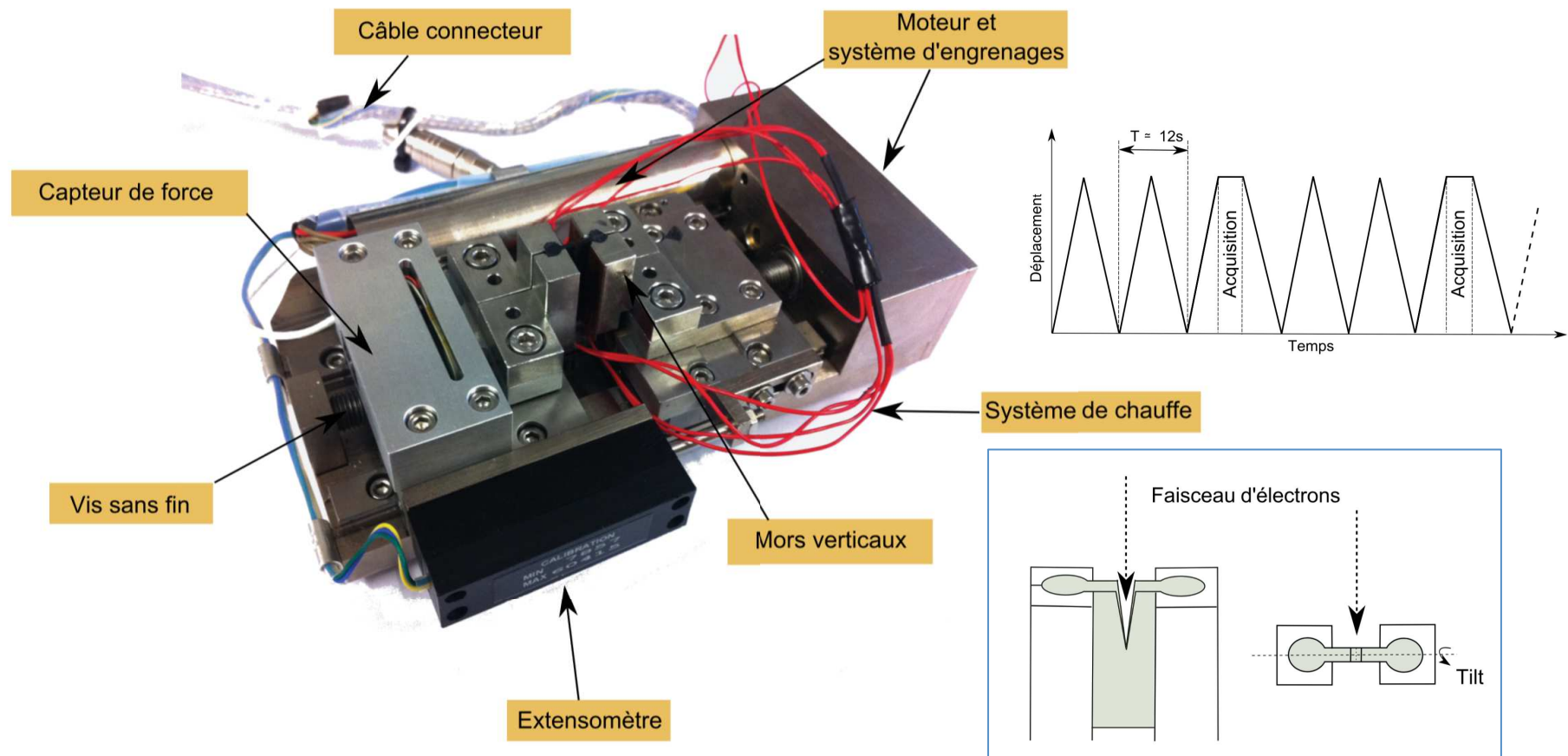


Fond de fissure



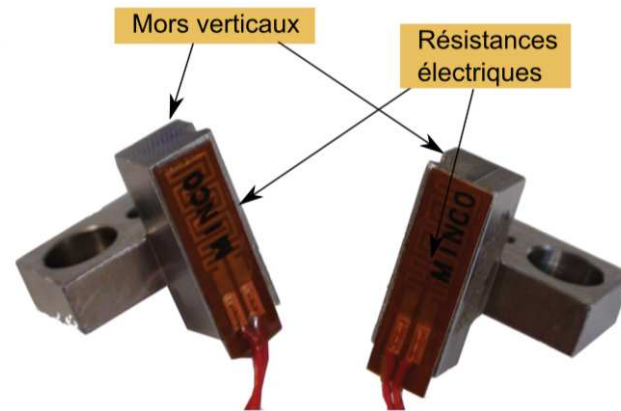
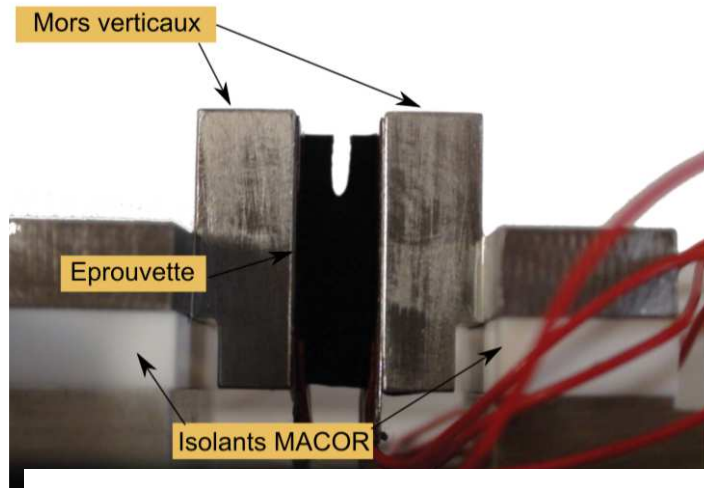
5. Observations lors d'essais *in situ*

- Réalisation de films sur des éprouvettes dédiées à la fissuration (course : 2 mm) + adaptations de la machine (mors + moteur : un cycle = 12 s)

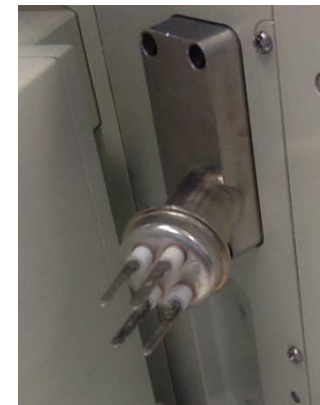
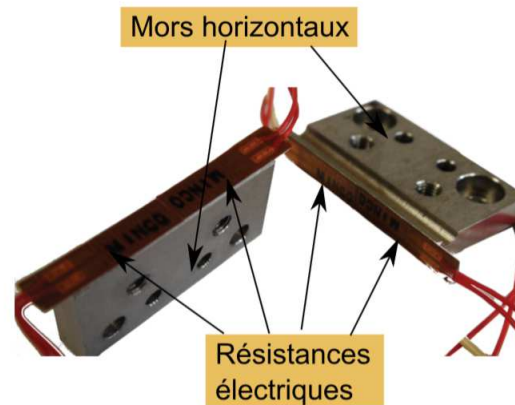
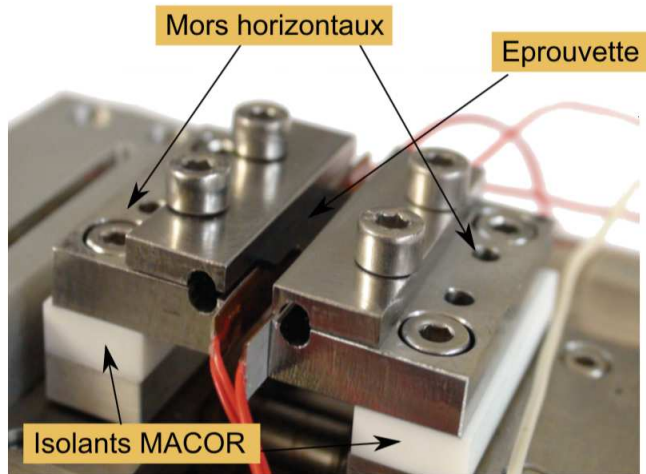


5. Observations lors d'essais *in situ*

2 configurations, avec possibilité de chauffer

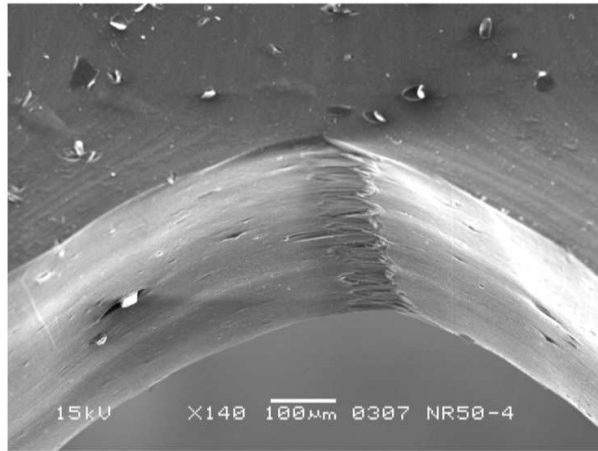


Adaptation
du MEB :
prises
étanches

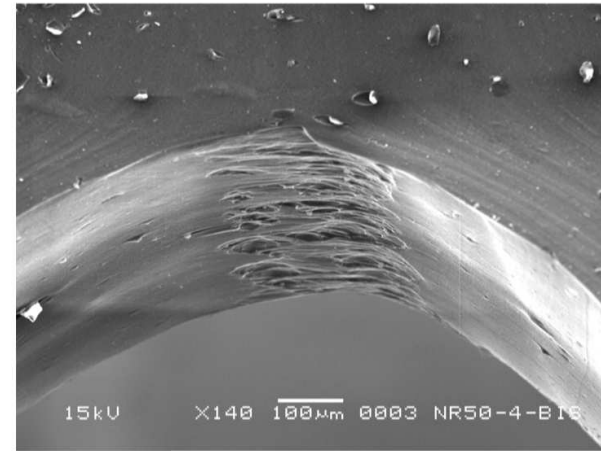


5. Observations lors d'essais *in situ*

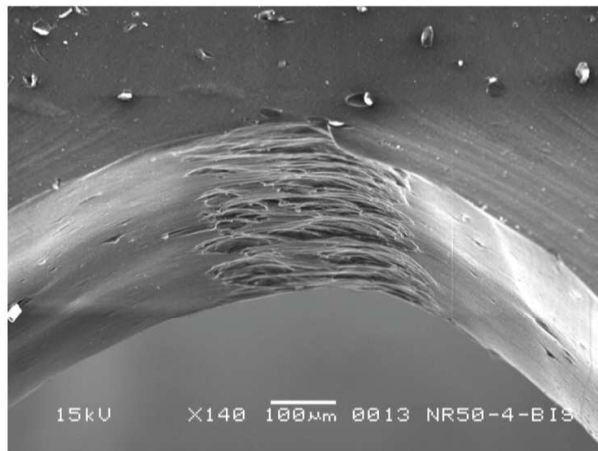
- Configuration horizontale + tilt : vision intéressante



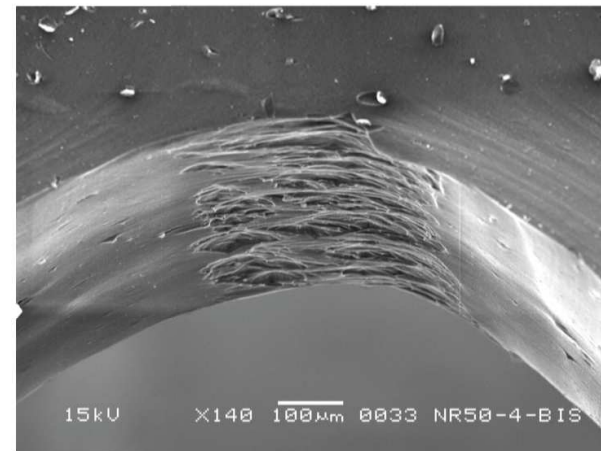
(a)



(b)



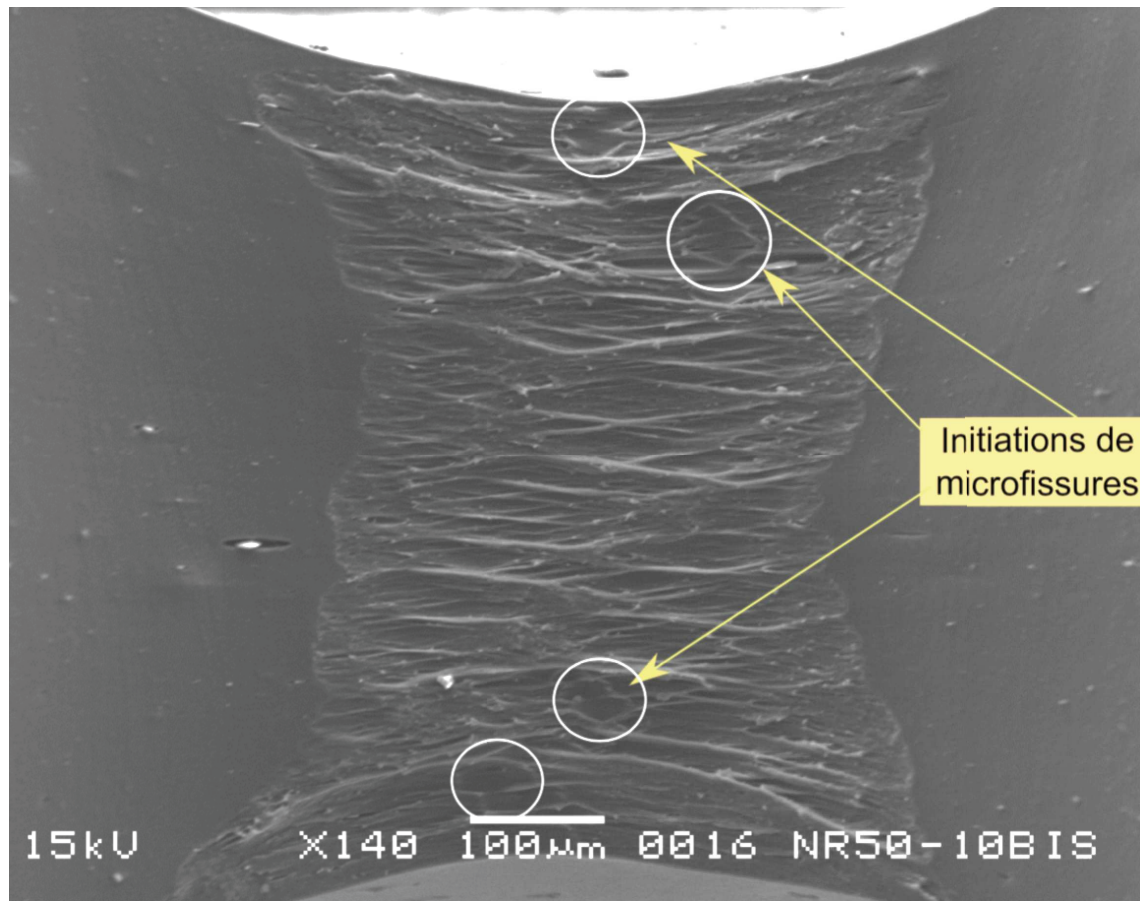
(c)



(d)

5. Observations lors d'essais *in situ*

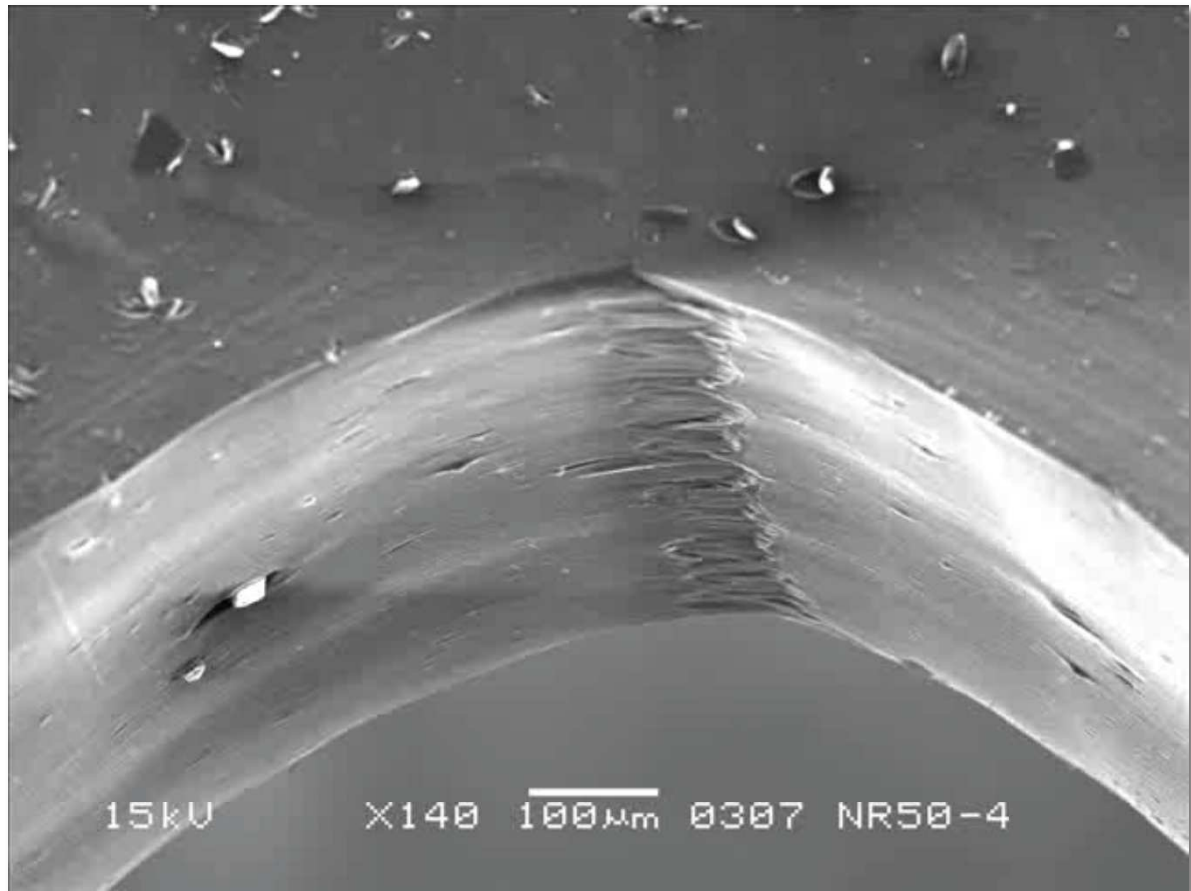
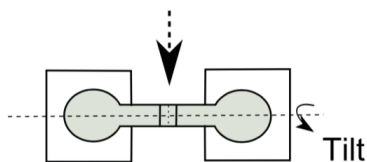
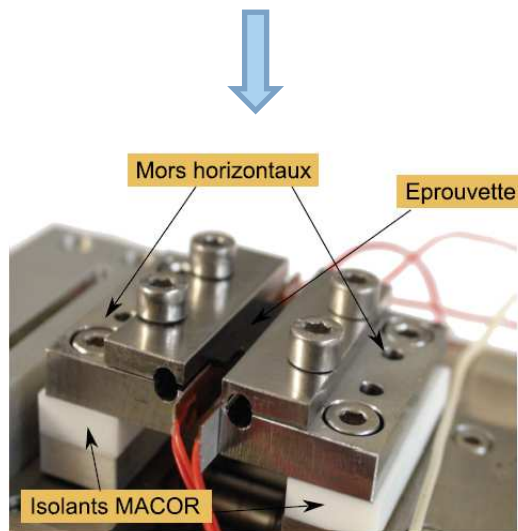
- Problème : à 100°C endommagement dû au faisceau d'électrons...



Configuration
verticale

5. Observations lors d'essais *in situ*

- Film réalisé à 20°C sur éprouvette PS



Conclusions

- **Mise en place d'essais mécaniques cycliques (fatigue) *in situ* dans un MEB**
- Possibilité d'observations du caoutchouc naturel si chargé au noir de carbone (conducteur).
- L'exposition au faisceau d'électrons doit être limitée pour ne pas provoquer d'endommagement additionnel
- Résultats scientifiques :
 1. Mécanisme d'**amorçage** des fissures de fatigue sur des inclusions (agglomérats de noir de carbone)
 2. Mécanisme de **propagation** des fissures de fatigue

Merci de votre attention !!