

SEANCE XXIII : DUREE DE VIE EN FATIGUE D'UN CAOUTCHOUC NATUREL CHARGE DE SILICE POUR PNEUMATIQUES (TD)

A.-F. GOURGUES-LORENZON

Ce chapitre s'appuie sur la thèse d'Amine Bennani, soutenue à l'Ecole des Mines de Paris en 2006, en partenariat avec Rhodia. Les questions sont en italiques. Cet exercice est présenté sous la forme d'une expertise : guidé par les questions, le lecteur explore le mode de défaillance de la pièce et remonte aux origines de la rupture, ce qui permet de choisir à bon escient le modèle de durée de vie.

PARTIE 1 : ANALYSE DES SOLLICITATIONS MECANIQUES

1.1 Fonctions du pneumatique

Les élastomères renforcés sont des matériaux essentiels dans la structure des pneus pour véhicules routiers. Ils sont traditionnellement composés d'une matrice renforcée par des charges (en particulier, de noir de carbone). Nous allons étudier le cas d'un élastomère renforcé uniquement par des charges de silice, dont une application potentielle est le pneu pour véhicule lourd, en particulier la bande de roulement qui assure le contact entre le véhicule et le sol.

- *Quelles sont les fonctions de la bande de roulement d'un pneumatique ?*
- *Quelles sont les propriétés (mécaniques, thermiques...) demandées à la pièce ?*
- *Quelles sont les principales sollicitations d'une bande de roulement ?*

1.2 Choix du matériau constitutif de la bande de roulement

Au vu des éléments de la question précédente, justifier la présence de charges de renfort.

La silice améliorant la résistance au roulement sans effet négatif sur l'adhérence, il a été décidé d'explorer cette voie. La gomme utilisée est un caoutchouc naturel cristallisable, contrairement aux bandes de roulement actuelles (chargées de silice) qui sont à base d'élastomères non cristallisables.

1.3 Modes de chargement du matériau constitutif de la bande

Analyser les différentes sollicitations mécaniques subies par une bande en conditions normales d'utilisation. Quelle est l'origine du chargement cyclique ?

Quel nombre de cycles à rupture vise-t-on alors pour dimensionner la pièce ?

On effectue les essais de fatigue à une fréquence de l'ordre de 1 Hz. Quelle est la durée d'un essai à 30 millions de cycles ? Pourquoi ne peut-on pas solliciter le matériau à 20 Hz, par exemple, comme c'est le cas sur les métaux ?

A quel type de chargement a-t-on principalement affaire ? Quels essais pourraient caractériser le matériau ?

PARTIE 2 : EXPERTISE D' EPROUVETTES DE FATIGUE

On considère, dans cette partie, un certain nombre d'éprouvettes de fatigue testées en traction-compression, traction-traction ou torsion et on s'intéresse à leur mode de défaillance.

2.1 Critère de durée de vie

Pour déterminer la durée de vie en fatigue d'une pièce aussi critique qu'un pneumatique, on n'attend pas que l'éprouvette soit rompue mais on se donne un critère en longueur de fissure : on considère que l'éprouvette a atteint sa fin de vie lorsqu'on y détecte une fissure de longueur supérieure ou égale à 1 mm.

Il existe plusieurs moyens pour suivre l'apparition et le développement de fissures, notamment :

- la méthode optique (observation de la surface de l'éprouvette)
- la méthode par mesure de résistance : la section portante de l'éprouvette diminuant lors de la fissuration, sa résistance électrique augmente ; on impose un courant électrique continu dans l'éprouvette et on mesure la différence de potentiel de part et d'autre de la fissure. cette différence de potentiel augmente lorsque la fissure se propage ;
- la méthode par complaisance : la fissuration modifie la rigidité globale de l'éprouvette, ce que l'on peut vérifier en comparant les différents cycles de fatigue.

Connaissant quelques propriétés physiques typiques des élastomères ainsi que la très grande déformabilité du caoutchouc, quelle méthode peut-on utiliser pour suivre l'apparition et la propagation de fissures ? Voyez-vous des limites à cette méthode ?

2.2 Examen non destructif de l'éprouvette rompue

La première chose à faire en présence d'une défaillance est d'examiner attentivement les pièces en les modifiant le moins possible.

La Figure 1 présente une vue de la surface des deux moitiés d'une éprouvette rompue. Comme l'essai n'a pas été mené jusqu'à rupture complète de l'éprouvette, il a fallu découper celle-ci après essai avec de grandes précautions pour éviter d'altérer la surface de rupture.

Au vu de la rugosité de la surface de rupture ainsi que de l'échelle d'observation quelle technique de caractérisation a été utilisée pour réaliser l'image de la Figure 1 ?

Que voyez-vous sur chaque demi-éprouvette ? Situer la zone d'amorçage de la fissure et donner un ordre de grandeur de la taille de la particule (cerclée en blanc sur la Figure 1) vraisemblablement responsable de l'apparition de la fissure.

Y a-t-il un seul mécanisme d'endommagement et de rupture ? Le critère de fin de vie est-il un critère d'amorçage de fissure seulement ?

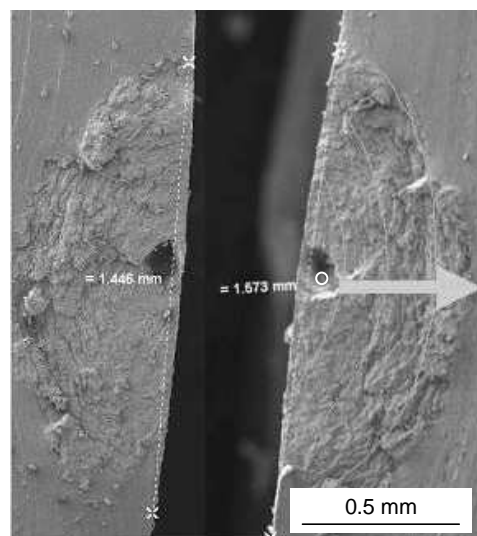


Figure 1 : Surface de rupture des deux moitiés d'une éprouvette sollicitée en traction (déplacement entre 0 et une valeur maximale), mises en vis-à-vis. Dans ce cas, les surfaces de rupture sont perpendiculaires au chargement de traction appliqué. La flèche indique la direction de la fissuration sur la demi-éprouvette de droite. La particule à l'origine de la fissure est cerclée en blanc.

2.3 Examen destructif des éprouvettes rompues

Afin d'explorer plus avant les mécanismes d'endommagement et de rupture des éprouvettes de fatigue, on procède à des sections pour regarder les fissures en coupe.

Etant donné le comportement mécanique général de cette famille de matériaux, peut-on envisager une découpe à la température ambiante pour observer les fissures ? Que peut-on alors faire pour réaliser ces coupes ?

Que deviennent les cavités créées au cours du chargement mécanique lorsqu'on observe une pièce qui n'est plus chargée mécaniquement ? Aurait-on le même problème avec un alliage métallique ou une céramique ? Comment y remédier dans le cas de notre matériau ?

L'observation judicieuse des pièces endommagées conduit aux images de la Figure 2, prises avec la même technique que celle de la Figure 1.

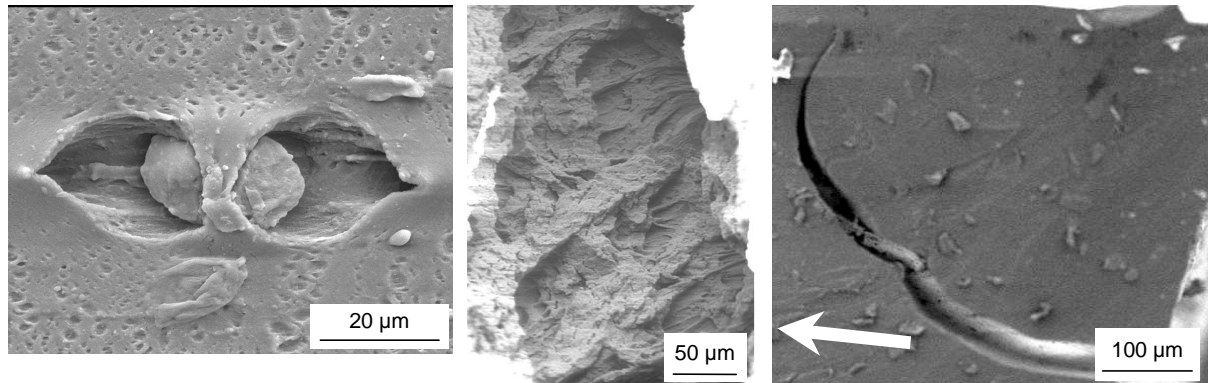


Figure 2 : Observation en coupe de l'endommagement et de la fissuration en fatigue. A gauche : apparition d'une cavité près d'une hétérogénéité du matériau (traction selon la direction horizontale) ; au milieu : vue de l'intérieur de la fissure de fatigue (traction selon la direction horizontale) ; à droite : bifurcation d'une fissure de fatigue (la direction de propagation initiale est donnée par la flèche blanche).

- *Que voit-on sur l'image de gauche de la Figure 2 ? Comparer la taille de la particule avec celle évaluée d'après la Figure 1.*
- *L'image du milieu montre l'intérieur d'une fissure avec des ligaments de matière fortement étirés. A quoi cela vous fait-il penser ?*
- *Voit-on l'origine de la bifurcation sur l'image de droite ?*

La Figure 3 montre l'aspect en coupe d'une fissure de fatigue. *Quelle rugosité attend-on sur la surface de rupture ? Comparer avec la surface montrée sur la Figure 1. Peut-on parler de la propagation d'une seule fissure ?*

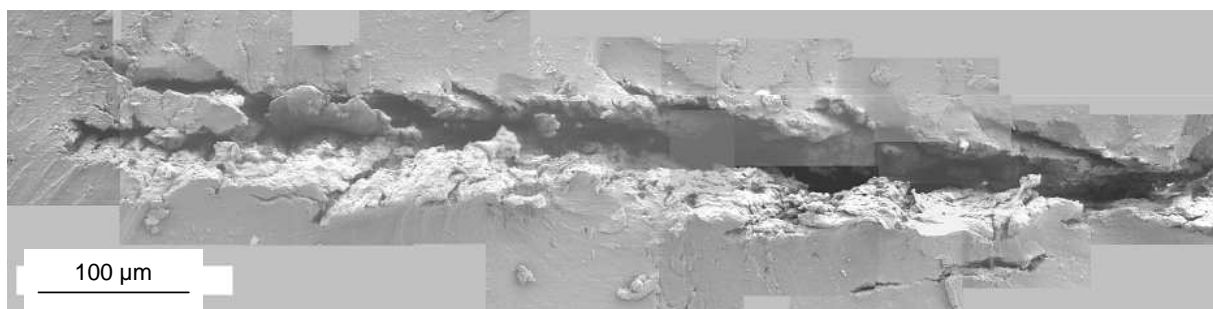


Figure 3 : Coupe longitudinale d'une fissure de fatigue.

PARTIE 3 : ETUDE DU MATERIAU CAOUTCHOUC NATUREL RENFORCE DE SILICE

Une fois le mode de rupture identifié, nous allons le relier aux constituants du matériau et au comportement mécanique (rhéologie) de celui-ci.

3.1 Identification des particules à l'origine de la rupture

Comme tous les matériaux organiques pour pneumatiques, le matériau de l'étude est un composite « multi-échelles » qui contient des secondes phases de tailles très différentes. Il est constitué :

- de la gomme : mélange entre le caoutchouc lui-même et divers agents : agents de vulcanisation, agents protecteurs contre l'oxydation, contre les rayonnements... selon une formulation spécifique ; la gomme contient en outre des impuretés telles que celles de la Figure 4 (image de gauche) ;
- des charges de silice : celles-ci sont constituées de particules élémentaires (10 à 30 nm de diamètre), regroupées en agrégats (30 à 500 nm), eux-mêmes regroupés par liaisons de van der Waals en agglomérats (0.5 à 30 μm).

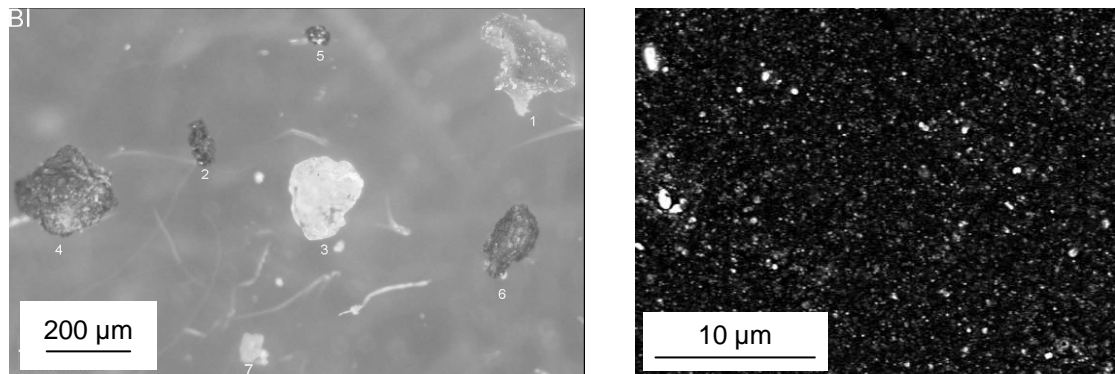


Figure 4 : Secondes phases présentes dans le matériau de l'étude. A gauche : impuretés de la gomme, à droite : les charges de silice apparaissent en blanc sur cette image prise au microscope électronique à balayage à haute résolution.

En estimant la taille des impuretés et des charges de silice, indiquer la nature possible des particules à l'origine de la rupture.

Afin de confirmer l'hypothèse ci-dessus, on peut procéder à une analyse chimique des particules à l'origine de la rupture et comparer avec les résultats sur les impuretés de la gomme. *Quelle technique conseiller pour effectuer ces analyses chimiques ?*

3.2 Exploration du comportement en fatigue de l'élastomère non chargé

Afin de comprendre le mode de déformation du matériau en fatigue, on examine les courbes charge-déplacement enregistrées lors d'essais de fatigue en traction sur un matériau identique mais ne comportant pas de charge de silice.

La Figure 5 montre les boucles de fatigue en termes de contrainte « nominale » (force divisée par la section initiale) et d'allongement. La première moitié du premier cycle correspond à une courbe de traction.

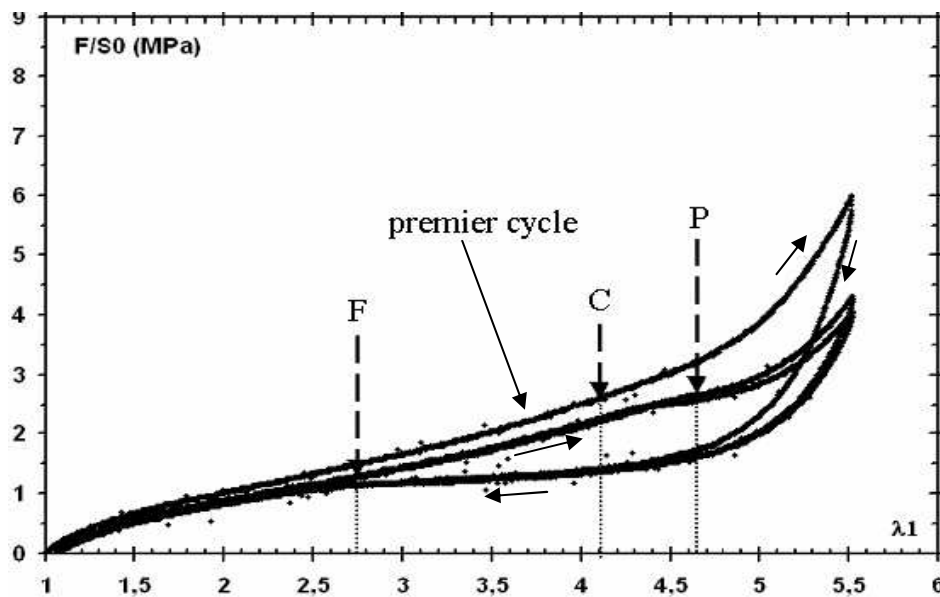


Figure 5 : Cycles de fatigue en traction sur une lanière d'élastomère non chargé (contrainte nominale en fonction de l'allongement $\lambda = l/l_0$).

- Estimer le module d'Young (pente initiale de la courbe), a-t-on le bon ordre de grandeur pour un élastomère ?
- Lorsqu'il s'allonge, le matériau durcit de moins en moins jusqu'au point C, puis durcit de nouveau fortement et son module augmente significativement. A quel phénomène physique cela peut-il être dû ?
- Décrire alors ce qui se passe lors du déchargement.
- A quel phénomène le point F, en-deçà duquel toutes les courbes sont confondues, correspond-il ?

3.3 Exploration du comportement en fatigue de l'élastomère chargé

La Figure 6 montre le comportement de l'élastomère chargé. Retrouve-t-on les mêmes phénomènes que sur l'élastomère non chargé ? Quels sont les effets visibles des charges de silice ?

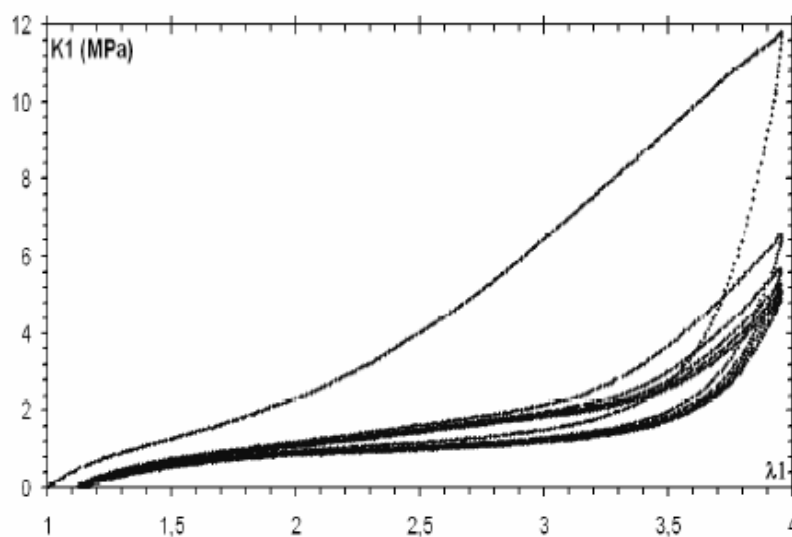


Figure 6 : Cycles de fatigue en traction sur une lanière d'élastomère chargé (contrainte nominale notée « K1 » en fonction de l'allongement $\lambda = l/l_0$)

3.4 Conséquences sur le mécanisme de fissuration en fatigue

Que se passe-t-il physiquement à la pointe d'une fissure sollicitée en traction ? Dessiner schématiquement la pointe de fissure et montrer comment la fissure peut être amenée à dévier. Comparer le schéma et les observations notamment des Figures 2 et 3.

PARTIE 4 : CRITERE DE DUREE DE VIE

Les cycles de fatigue sont caractérisés par plusieurs paramètres (Figure 7):

- le mode de chargement (ici, traction ou torsion) ;
- l'amplitude du chargement (on notera K_a la demi-amplitude) qui caractérise la partie cyclique à proprement parler ;
- la contrainte moyenne (notée K_m), qui caractérise un chargement « statique » superposé à la sollicitation purement « cyclique ».

Le rapport de charge K_{min}/K_{max} est noté R .

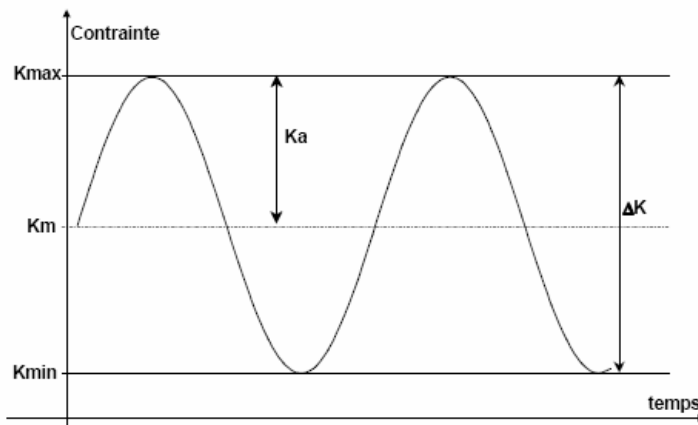


Figure 7 : Représentation paramétrique d'un cycle de fatigue. « K » désigne ici une contrainte nominale (dite de Piola-Kirchhoff) et non un facteur d'intensité des contraintes.

4.1 Courbes de Wöhler

La Figure 8 représente deux types de courbes de Wöhler : en fonction de l'amplitude et en fonction de la contrainte maximale. Cette représentation paraît-elle commode pour bâtir un critère de durée de vie ? La durée de vie en fatigue de ce matériau ne dépend-elle que d'un seul paramètre ?

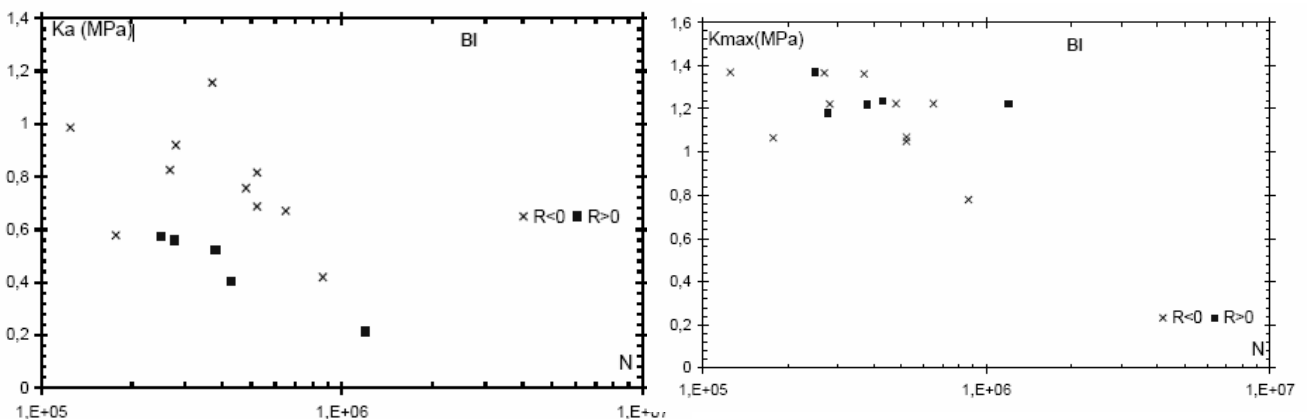


Figure 8 : « Courbes de Wöhler » du matériau : à gauche en amplitude de contrainte, à droite en contrainte maximale.

4.2 Effet du rapport de charge

Les élastomères sont connus pour être plus résistants en fatigue lorsque le rapport de charge est positif que lorsqu'il est négatif (« ils n'aiment pas la compression »). Sur la courbe de la Figure 9 on a reporté en abscisse la durée de vie et en ordonnée la contrainte moyenne pour différents rapports de charge. *Quel est l'effet du rapport de charge sur cette courbe ? Est-ce cohérent avec l'état de l'art ?*

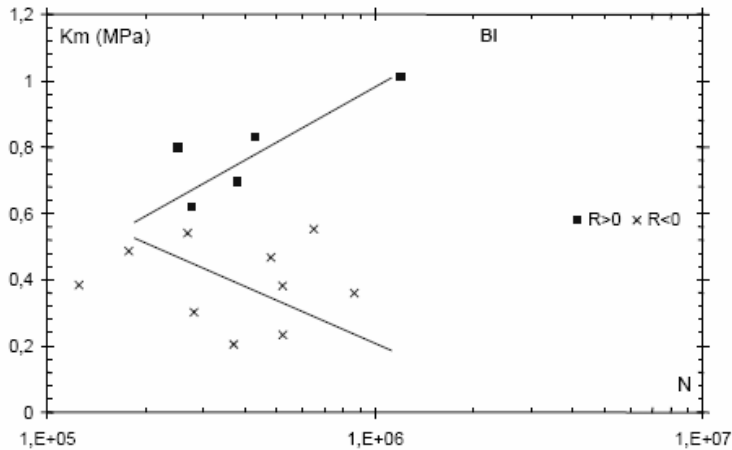


Figure 9 : Durée de vie en fonction de la contrainte moyenne. R est le rapport de charge.

Sur la courbe de la Figure 10 on s'est intéressé à la contrainte dite « efficace », c'est-à-dire $K_{max} - \sup(K_{min}, 0)$ (partie positive du chargement en traction-compression ou traction-traction).

Expliquer pourquoi il paraît logique, pour ce matériau, de considérer essentiellement la partie positive du chargement dans le calcul de la durée de vie. Ce critère peut-il s'appliquer tel quel aux essais en torsion ?

Quelle loi peut-on identifier à partir de la courbe « unique » de la Figure 10 ? En donner les paramètres.

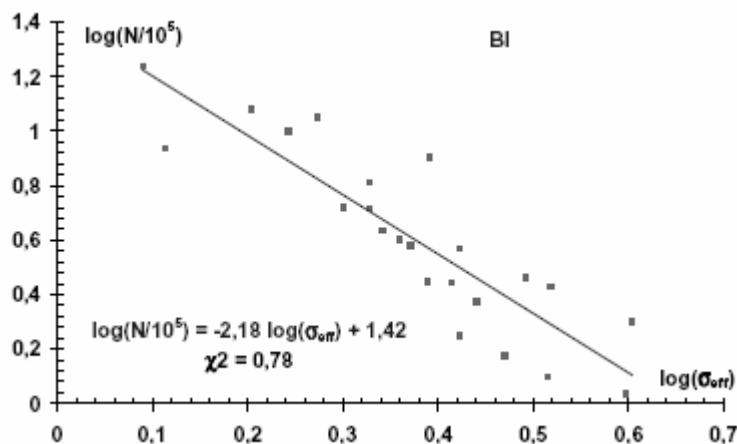


Figure 10 : Courbe de durée de vie exprimée en contrainte efficace (les logarithmes sont décimaux)

SEANCE XXIII : DUREE DE VIE EN FATIGUE D'UN CAOUTCHOUC NATUREL CHARGE DE SILICE POUR PNEUMATIQUES (CORRIGE)

A.-F. GOURGUES-LORENZON

PARTIE 1 : ANALYSE DES SOLLICITATIONS MECANIQUES

1.1 Fonctions du pneumatique

La bande de roulement assure le contact entre le pneumatique et le sol. Elle doit donc assurer une grande adhérence sur tous types de sols.

Les performances souhaitées dans la bande de roulement des pneus sont les suivantes :

- réduction de l'échauffement interne pour éviter notamment de dissiper de l'énergie, de vieillir prématurément le matériau ;
- résistance à l'usure ;
- résistance au déchirement ;
- faible résistance au roulement, diminution de la consommation ;
- tenue de route, adhérence.

On imagine que la bande de roulement est principalement sollicitée en fatigue et en usure. Un cycle de fatigue correspond à un tour de roue soit typiquement 2m. Pour un pneu garanti à 100.000 km, par exemple, il faut $10^8/2$ soit environ 50 millions de cycles : nous sommes dans le domaine de l'endurance.

1.2 Choix du matériau constitutif de la bande de roulement

Les charges de renfort confèrent une bonne tenue mécanique : elles augmentent la résistance mécanique donc réduisent la déformation par cycle. Elles peuvent en outre améliorer la résistance à l'usure.

1.3 Modes de chargement du matériau constitutif de la bande

La bande est chargée en traction-compression lors des tours de roue et peut subir d'importants cisaillements lors des changements de direction du véhicule, des modifications de vitesse...

Un cycle de fatigue correspond à un tour de roue soit typiquement 2m. Pour un pneu garanti à 100.000 km, par exemple, il faut $10^8/2$ soit environ 50 millions de cycles : nous sommes dans le domaine de l'endurance.

30 millions de cycles à 1 Hz durent 30 millions de secondes soit environ 8300 heures (une année dure 8760 heures). C'est long ! Si on effectue les cycles à 20 Hz, le matériau va s'échauffer et il faudra tenir compte de l'élévation de température pour comprendre et modéliser sa durée de vie, ce qui est complexe. On peut donc opter pour des essais quasiment isothermes, à 1 Hz, pour comprendre le comportement du matériau, même si on s'éloigne des conditions d'utilisation réelle (à 60 km/h, on effectue 30000 tours par minute soit une sollicitation à plus de 8 Hz).

On choisit des essais de fatigue en traction, en traction-compression et en torsion pour donner une importante composante de cisaillement.

PARTIE 2 : EXPERTISE D' EPROUVETTES DE FATIGUE

2.1 Critère de durée de vie

Le matériau n'est pas conducteur (matrice et renforts ne le sont ni l'un ni l'autre) donc on ne peut pas utiliser la méthode par mesure de résistance comme on le fait pour les alliages métalliques. Le matériau est tellement peu rigide qu'une petite fissure n'aura qu'un effet négligeable sur la complaisance. Il reste donc la méthode optique, en utilisant une loupe binoculaire pour pouvoir observer des fissures d'une taille inférieure au mm. Plus les

contrôles sont fréquents, plus l'essai coûte cher mais plus la durée de vie sera précise. Ceci suppose, en revanche, que les fissures apparaissent à la surface de l'éprouvette, (*pour information : ceci n'est vrai (pour ce type de matériau en particulier) que si les éprouvettes ne comportent pas initialement d'entaille*).

2.2 Examen non destructif de l'éprouvette rompue

Dans cette question on utilise les tableaux décrivant les différentes techniques d'imagerie. On souhaite imager des objets millimétriques ou plus fins, tout en gardant une bonne profondeur de champ étant donnée la rugosité des surfaces à observer. Il est donc exclu d'utiliser le microscope optique. On utilise le microscope électronique à balayage (*pour information : en recouvrant au préalable la surface de l'échantillon d'une fine couche de métallisation Au-Pd pour la rendre conductrice des électrons*). La technique SIMS est trop coûteuse et nettement moins disponible que la technique par microscopie électronique à balayage.

Sur chaque demi-érouvette on voit une zone lisse (de découpe), puis une zone rugueuse en demi-lune (la fissure, effectivement millimétrique) et une sorte de cavité où la fissure a pris son origine. Une fissure millimétrique a donc amorcé sur une cavité, puis s'est propagée dans le matériau. Le critère est donc en amorçage + propagation et il faut étudier les deux étapes. La cavité elle-même contient une particule dont la taille est de l'ordre de quelques dizaines de micromètres.

Deux mécanismes d'endommagement/rupture sont présents : un amorçage par cavitation et une propagation par fatigue sans grosse cavité visible.

2.3 Examen destructif des éprouvettes rompues

Le matériau est trop souple et trop mou pour se découper à la température ambiante. Il faut le refroidir pour le rendre plus « cassant ». De fait, les découpes ont été effectuées à -90°C .

Du fait qu'un élastomère recouvre quasiment sa forme initiale après déchargement, on s'attend à ce que les cavités se referment, c'est effectivement le cas. Il faut donc observer les éprouvettes sous chargement mécanique : soit par essais « in situ » au MEB, soit en étirant les éprouvettes déjà testées dans un montage ad hoc, qui s'insère dans la chambre du microscope.

L'image de gauche montre une particule d'environ $20\ \mu\text{m}$: il peut s'agir d'un agrégat ou d'une petite impureté. De fait il s'agit d'un agrégat riche en silice... Cette particule est plus petite que celles rencontrées à l'origine de la rupture sur la Figure 1.

L'image du milieu montre des ligaments de matière très étirés qui rappellent des fibrilles. On se rappelle que le matériau est cristallisable et on pourrait soupçonner une cristallisation en pointe de fissure.

L'image de droite montre une bifurcation dont elle ne permet pas de deviner la source. Nous verrons par la suite qu'il s'agit d'un problème complexe.

D'après la Figure 3 on attend une rugosité de l'ordre de quelques dizaines de micromètres, ce qui est cohérent avec la Figure 1. Il y a de multiples petites fissures rattachées à la fissure principale : la fissure a évolué de manière non rectiligne et on peut difficilement parler de la propagation d'une seule fissure.

PARTIE 3 : ETUDE DU MATERIAU CAOUTCHOUC NATUREL RENFORCE DE SILICE

3.1 Identification des particules à l'origine de la rupture

La taille typique des impuretés est de l'ordre de 50 à $200\ \mu\text{m}$ d'après les (rares) exemplaires de la Figure 4. Ceci est cohérent avec la taille de la particule à l'origine de la rupture. Les particules de silice sont d'une taille inférieure au micromètre, ce sont donc des agrégats et non des agglomérats (ce qui est normal). Elles sont bien plus petites que les impuretés. En conclusion, la particule à l'origine de la rupture sur la Figure 1 est probablement une impureté déjà présente dans le matériau non renforcé.

Le moyen d'analyse standard, pour des particules d'une taille nettement supérieure à $1\ \mu\text{m}$, est la microanalyse X en dispersion d'énergie ou en sélection de longueur d'onde (EDX, WDS) dans le microscope électronique à balayage. Elle est facile d'utilisation et la résolution spatiale et chimique est suffisamment précise pour discriminer entre les impuretés (des oxydes) et la silice.

3.2 Exploration du comportement en fatigue de l'élastomère non chargé

La pente initiale de la courbe : pour une longueur de 2 soit une déformation de 100% la contrainte est d'environ 1 MPa, donc le module est de l'ordre de 1 MPa, ce qui est logique pour un élastomère.

Après le point C on peut penser à une cristallisation sous charge, qui peut être partiellement réversible comme c'est le cas ici.

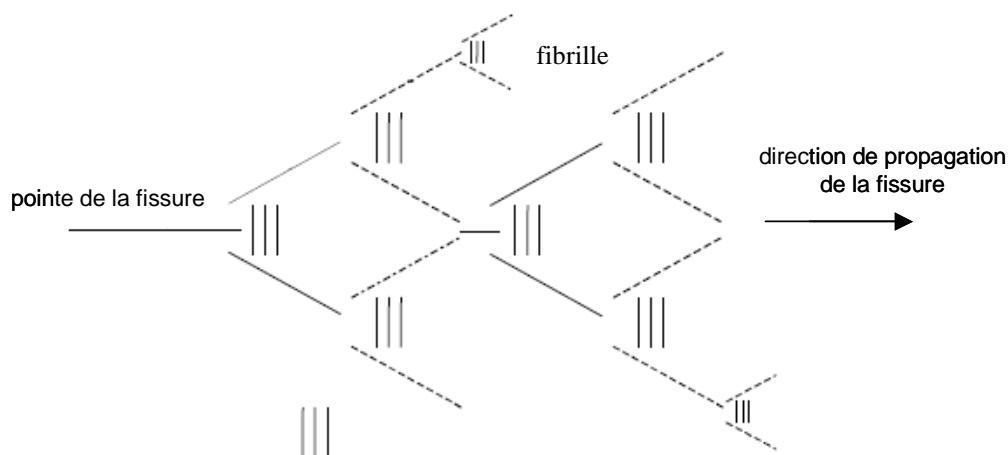
On décharge un matériau partiellement cristallisé. Les cristallites étant de moins en moins sollicités les molécules ont de moins en moins de raisons de rester alignées et la fusion du cristallite apparaît au point F, où toutes les courbes se rejoignent. L'énergie dissipée (aire de la boucle d'hystérèse) est de moins en moins élevée.

3.3 Exploration du comportement en fatigue de l'élastomère chargé

On retrouve la même allure de courbe, les phénomènes physiques sont probablement proches. La silice augmente la contrainte d'écoulement et semble accentuer les effets de cristallisation.

3.4 Conséquences sur le mécanisme de fissuration en fatigue

A la pointe de la fissure sollicitée en traction, le matériau est fortement sollicité, il est très déformé et les molécules s'alignent. Une cristallisation est attendue, formant des zones plus difficiles à rompre (voir les fibrilles, notamment). On s'attend à une durée de vie élevée car la fissure aura du mal à traverser ces zones. Elle les contournera par bifurcation, quitte à revenir ensuite dans son plan initial de propagation après une nouvelle bifurcation. Le schéma ci-dessous s'accorde bien avec la Figure 3.



PARTIE 4 : CRITERE DE DUREE DE VIE

4.1 Courbes de Wöhler

Aucune des courbes de la Figure 8 n'offre de représentation satisfaisante de la durée de vie, il faut donc un critère plus complexe qui resserre les points autour d'une seule courbe.

4.2 Effet du rapport de charge

Lorsque le rapport de charge est positif, plus la contrainte moyenne est élevée (forte composante de traction) plus le nombre de cycles à rupture est élevé (ce ne serait pas le cas pour un métal...). L'effet inverse est observé dès que la charge minimale est négative. Ceci est cohérent avec l'état de l'art (« les élastomères n'aiment pas la compression »).

Comme on a vu que l'amorçage de fissure se produisait par cavitation, il paraît logique de retenir les sollicitations qui entraînent de la cavitation. En torsion il n'y a pas de partie « positive » ou « négative » du chargement, le problème est plus complexe. On travaille notamment, pour des sollicitations en 3D (ce qui sera

utilisé comme post-traitement d'un calcul par éléments finis, par exemple) est un critère multiaxial qui repose sur la contrainte principale maximale..

Sur le diagramme en log-log on identifie une droite dont les coefficients sont donnés sur la courbe. Elle correspond à une loi puissance de la forme :

$$N(\text{en } 10^5 \text{ cycles}) = \left[\frac{\sigma_{eff}}{\sigma_0} \right]^n$$

$$\text{avec } n = -2.18 \text{ et } N = \sigma_{eff}^n \cdot 10^{1.42} = \sigma_{eff}^n \left(10^{\frac{1.42}{-2.18}} \right)^{-2.18} = \left(\frac{\sigma_{eff}}{10^{\frac{1.42}{-2.18}}} \right)^n \text{ d'où :}$$

$$\sigma_0 = 10^{\frac{1.42}{-2.18}} \approx 4.48 \text{ MPa.}$$