



## AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : [ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr](mailto:ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr)

## LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

[http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg\\_droi.php](http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php)

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>

# THÈSE

présentée

A LA FACULTE DES SCIENCES DE METZ

par

Philippe BOULÉ

en vue de l'obtention du titre de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE METZ

**Contribution de la fractographie quantitative  
à l'étude de la rupture dynamique  
de propergols et d'explosifs composites.**

Soutenue le 4 Mars 1988 devant la Commission d'examen :

|                  |                    |                 |
|------------------|--------------------|-----------------|
| MM. G. PLUVINAGE | Université de Metz | Président       |
| C. G. SELL       | I.N.P.L. NANCY     |                 |
| J.D. WEBER       | Université de Metz | } Examinateurs. |
| Ph. JODIN        | Université de Metz |                 |
| A. FRECHE        | SNPE               |                 |
| F. STANKIEWICZ   | SNPE               |                 |
| F. AMBROSI       | LUCHAIRE S.A.      | Membre invité   |

BIBLIOTHEQUE UNIVERSITAIRE  
- METZ

N° inv.

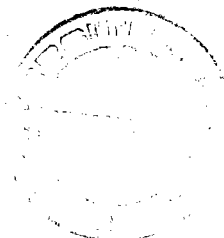
19880025

Cote

S/M3 88/1

Loc

Mapasin



## SOMMAIRE

|                                                                                                                                       | <u>Pages</u> |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------|
| AVANT-PROPOS                                                                                                                          | I            |
| INTRODUCTION GENERALE                                                                                                                 | 2            |
| <u>CHAPITRE I</u> : GENERALITES SUR LES PROPERGOLS ET EXPLOSIFS<br>COMPOSITES                                                         | 4            |
| I-I - Techniques d'élaboration                                                                                                        | 4            |
| I-I-1 - Propriétés mécaniques                                                                                                         | 5            |
| I-I-2 - Conclusions                                                                                                                   | 9            |
| BIBLIOGRAPHIE                                                                                                                         | 10           |
| <u>CHAPITRE II</u> : APPLICATIONS DE LA MECANIQUE DE LA RUPTURE AUX<br>MATERIAUX COMPOSITES                                           | 11           |
| II-1 - Introduction                                                                                                                   | 11           |
| II-2 - Mécanique de la rupture - Critères énergétiques                                                                                | 13           |
| II-2-1 - Introduction                                                                                                                 | 13           |
| II-2-2 - Critère de SCHAPERY                                                                                                          | 13           |
| II-2-3 - Applications de la théorie de SCHAPERY                                                                                       | 16           |
| II-2-4 - Ténacité et énergie surfacique de rupture $\Gamma$                                                                           | 18           |
| II-2-5 - Théorie généralisée de la mécanique de la rupture                                                                            | 20           |
| II-2-6 - Limites de la Mécanique de la rupture "classique"                                                                            | 25           |
| II-3 - Approche statistique de la Rupture                                                                                             | 25           |
| II-3-1 - Introduction                                                                                                                 | 25           |
| II-3-2 - Théorie du maillon le plus faible                                                                                            | 26           |
| II-3-3 - Considérations microstructurales                                                                                             | 29           |
| II-3-4 - Influence de la granulométrie                                                                                                | 33           |
| II-3-5 - Conclusion                                                                                                                   | 38           |
| BIBLIOGRAPHIE                                                                                                                         | 39           |
| <u>CHAPITRE III</u> : UTILISATION DE LA STEREOLOGIE ET DE L'ANALYSE<br>D'IMAGES POUR L'ETUDE DE LA RUPTURE DE MATERIAUX<br>COMPOSITES | 42           |

|                                                    |           |
|----------------------------------------------------|-----------|
| <b>III-1 -Stéréologie</b>                          | <b>42</b> |
| III-1-1 - Avant-propos                             | 42        |
| III-1-2 - Introduction                             | 42        |
| III-1-3 - Relations stéréologiques                 | 43        |
| III-1-3-1 - Cas de sections planes                 | 43        |
| i) Principe de DELESSE                             | 43        |
| ii) Relations de DE HOFF et RHINES                 | 45        |
| a) densité numérique des particules                | 45        |
| *) Cas général                                     | 46        |
| *) Cas des sphères                                 | 47        |
| iii) Reconstruction des granulométries             | 48        |
| a) Granulométrie en nombre ou en mesure            | 48        |
| b) 1ère approche                                   | 49        |
| c) Méthode de SALTYKOV : (cas des sphères)         | 52        |
| III-1-3-2 - Analyse de surfaces non planes         | 53        |
| i) Morphologie de la rupture                       | 54        |
| a) profil de rupture                               | 54        |
| b) surface de rupture                              | 56        |
| ii) Densité numérique                              | 58        |
| <b>III-2 - Analyse quantitative d'images</b>       | <b>60</b> |
| III-2-1 - Historique                               | 60        |
| III-2-2 - Introduction                             | 63        |
| III-2-3 - Représentation d'une image numérique     | 63        |
| III-2-4 - Transformation d'images numériques       | 65        |
| III-2-4-1 - Transformations ponctuelles            | 65        |
| i) Fonctions de transformation des niveaux de gris | 65        |
| ii) anamorphose                                    | 70        |
| iii) Image en pseudo-couleurs                      | 72        |
| III-2-4-2 - Transformations locales                | 75        |
| i) Filtrage linéaire par convolution               | 76        |

|                                                                                   |     |
|-----------------------------------------------------------------------------------|-----|
| a) filtre passe-bas ou filtre d'adoucissement                                     | 77  |
| b) filtre passe-haut                                                              | 79  |
| ii) Filtrage morphologique                                                        | 79  |
| a) Notions d'élément structurant                                                  | 79  |
| b) la transformation chapeau haut-de-forme                                        | 81  |
| III-2-4-3 - Détection des défauts. Algorithmes utilisés                           | 83  |
| i) Le seuillage                                                                   | 83  |
| ii) L'érosion, la dilatation                                                      | 84  |
| iii) Ouverture et fermeture morphologiques                                        | 85  |
| a) notion d'ouverture                                                             | 85  |
| b) notion de fermeture                                                            | 86  |
| III-2-4-4 - Mesure des images binaires                                            | 86  |
| i) analyse individuelle                                                           | 87  |
| ii) le logiciel CYTIX                                                             | 89  |
| III-3 - Applications de la fractographie quantitative aux problèmes de rupture    | 91  |
| III-3-1 - Historique                                                              | 91  |
| III-3-2 - Etude microstatistique des processus de rupture dynamique               | 91  |
| III-3-3 - Etude fractographique quantitative de profils ou de surfaces de rupture | 98  |
| III-4 - Conclusion                                                                | 103 |
| BIBLIOGRAPHIE                                                                     | 104 |
| <u>CHAPITRE IV</u> : MODALITES EXPERIMENTALES                                     | 108 |
| IV-1 - Introduction : Intérêt des études aux grandes vitesses de déformation      | 108 |
| IV-2 - Matériaux étudiés                                                          | 108 |
| IV-2-1 - Composition et mise en oeuvre                                            | 108 |
| IV-2-2 - Granulométrie                                                            | 110 |
| IV-3 - Machine de traction grande vitesse                                         | 114 |
| IV-3-1 - Description technologique                                                | 114 |
| IV-3-2 - Essais réalisés                                                          | 115 |

|                                                                                                      |     |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| IV-3-2-1 - Essais statiques                                                                          | 116 |
| IV-3-2-2 - Essais dynamiques                                                                         | 117 |
| IV-3-3 - Détermination des contraintes, des déformations et vitesses de déformation                  | 118 |
| IV-3-4 - Géométrie des échantillons                                                                  | 119 |
| IV-4 - Analyse fractographique                                                                       | 121 |
| IV-4-1 - Préparation des échantillons                                                                | 121 |
| IV-4-2 - Analyseur d'images                                                                          | 122 |
| IV-4-2-1 - Système d'analyse et de traitement                                                        | 122 |
| IV-4-2-2 - Mise au point d'un dispositif expérimental                                                | 122 |
| IV-4-2-3 - Méthodologie de dépouillement - Algorithmes utilisés                                      | 123 |
| i) analyse profilométrique                                                                           | 123 |
| ii) analyse des surfaces de rupture                                                                  | 124 |
| iii) Mesures et méthodologie de dépouillement                                                        | 126 |
| a) profil                                                                                            | 126 |
| b) surfaces de rupture                                                                               | 132 |
| IV-5 - Conclusions                                                                                   | 136 |
| BIBLIOGRAPHIE                                                                                        | 137 |
| CHAPITRE V : RESULTATS EXPERIMENTAUX                                                                 | 138 |
| V-1 - Introduction                                                                                   | 138 |
| V-2 - Evolution du comportement à la rupture en fonction de la vitesse de sollicitation              | 138 |
| V-2-1 - Courbes contraintes-déformations                                                             | 138 |
| V-2-2 - Evolution de la contrainte à rupture ( $\sigma_c$ ) en fonction de la vitesse de déformation | 141 |
| V-2-3 - Evolution du module d'élasticité                                                             | 143 |
| V-3 - Influence des paramètres microstructuraux sur les contraintes à la rupture                     | 144 |
| V-4 - Etude fractographique                                                                          | 149 |
| V-4-1 - Introduction                                                                                 | 149 |
| V-4-2 - Résultats de l'analyse profilométrique                                                       | 152 |

|                                                                                                         |            |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------|
| V-4-3 - Résultats de l'analyse fractographique des surfaces de rupture                                  | 154        |
| V-4-4 - Remarque                                                                                        | 157        |
| BIBLIOGRAPHIE                                                                                           | 158        |
| <b><u>CHAPITRE VI : INTERPRETATION STATISTIQUE DES RESULTATS -</u></b>                                  |            |
| <b>DISCUSSION</b>                                                                                       | <b>159</b> |
| VI-1 - Application de la mécanique probabiliste de la rupture aux<br>explosifs et propergols composites | 159        |
| VI-1-1 - Introduction                                                                                   | 159        |
| VI-1-2-Modèle de WEIBULL                                                                                | 159        |
| VI-1-3 - Modèle de BATDORF                                                                              | 165        |
| VI-1-4 - Modèle de WALLIN, SAARIO et TORRONEN                                                           | 169        |
| VI-2 - Conclusions                                                                                      | 172        |
| BIBLIOGRAPHIE                                                                                           | 176        |
| CONCLUSION GENERALE                                                                                     | 177        |

## AVANT-PROPOS

Le 29 juillet 1967, le porte-avion américain "Forestal" connaît un accident tragique initié par le départ accidentel d'une roquette. Le pont chargé d'avions et de munitions se transforme en brasier, rapidement incontrôlable. Les explosions sporadiques relanceront les incendies pendant plus de 2 jours. Le bilan définitif sera très lourd : vies humaines, matériel, indisponibilité opérationnelle.

Devant un problème d'une telle ampleur dans un univers très sensible et très vulnérable le spécialiste tout comme le candide s'interrogent :

A quoi sert la puissance de dissuasion à travers sa puissance de feu, si elle se retourne contre celui qui l'emploie ?

Comment aller vers une meilleure maîtrise de la connaissance des propriétés fondamentales des matériaux pyrotechniques, véritables réservoirs d'énergie concentrée ?

Malgré l'importance accrue des propergols et des explosifs composites tant dans les industries militaires que civiles (exploitation minière, technique spatiale...) les études de leurs propriétés rassemblées dans une littérature dispersée et parfois même contradictoire sont encore l'objet de nombreux débats scientifiques.

Le présent travail ne répond pas à toutes ces questions, ceci traduirait une ambition démesurée. A travers les fondements d'une approche scientifique, il apporte sa contribution à une étude visant à caractériser les propriétés mécaniques de certains matériaux pyrotechniques.



## INTRODUCTION GENERALE

Les propergols et explosifs composites suscitent, depuis leur mise au point l'intérêt de nombreuses équipes de recherches, particulièrement en raison de leurs propriétés énergétiques. L'amélioration de ces propriétés nécessite la mise en oeuvre de matériaux composites agrégataires à haute teneur en charges actives cristallines : il peut alors en résulter une altération des propriétés mécaniques.

Nous avons donc entrepris l'étude du comportement mécanique à la rupture des propergols et explosifs composites, tout d'abord dans le cadre précis de la mécanique de la rupture : (Chapitre II-2). Puis nous avons étendu cette étude à la mécanique statistique de la rupture, basée sur la théorie du maillon le plus faible. (Chapitre II-3).

Le chapitre III a été rédigé de manière à ce que le lecteur y trouve toutes les notions fondamentales de stéréologie et de techniques d'analyses d'images dérivées de la morphologie mathématique. Nous avons, sans sacrifier la rigueur, choisi de présenter les différentes techniques utilisées intuitivement, en limitant le formalisme mathématique au maximum.

Plutôt que de juxtaposer des recettes, nous avons préféré exposer clairement une seule étude, à savoir l'analyse fractographique des surfaces de rupture. Cela permet en plus d'aborder de nombreux problèmes connexes à l'analyse d'images, mais essentiels, tels que le choix de supports expérimentaux, d'un bon éclairage, ou d'un bon grossissement.

Pour que cet exposé ne soit pas entrecoupé d'explications techniques, nous avons regroupé les relations fondamentales de stéréologie et d'analyse d'images dans le chapitre III.

Dans le chapitre IV nous insisterons plus particulièrement sur l'importance des tailles granulométriques des charges actives et de leur influence sur les paramètres mesurés. Ceci nous permettra de définir et de décrire partiellement le mécanisme de rupture en fonction de la vitesse de déformation et de la taille des grains. (Chapitre V).

La définition des limites de validité de cette étude, par l'observation des faciès de rupture en microscopie électronique à balayage, nous conduira à l'interprétation de la présence de certains types de défauts. L'utilisation conjointe de la stéréologie et des techniques d'analyses d'images nous permettra de donner des informations quantitatives relatives aux différents faciès de rupture analysés.

Nous pourrons ainsi conclure (Chapitre V) que la dispersion des mesures de contraintes à la rupture, observés dans certaines conditions, est liée à la présence de grains cassés sur les surfaces de rupture examinées.

Grâce à l'utilisation de la statistique de WEIBULL, BATDORF et WALLIN et al, nous tenterons d'établir un parallèle entre la rupture des explosifs et propergols composites et leur microstructure. Nous terminerons ce travail en confrontant et discutant l'utilisation de chacune de ces méthodes statistiques (Chapitre VI).

## CHAPITRE 1 : GENERALITES SUR LES PROPERGOLS ET EXPLOSIFS COMPOSITES

### 1-1 - Techniques d'élaboration

Généralement, on distingue deux types de matériaux actifs, différents par leur fonction respective :

Les explosifs secondaires ainsi nommés non d'après leur rôle, qui est essentiel, mais parce que, très puissants, ils ne peuvent libérer leur énergie (détonation) (1) sans une initiation appropriée. Celle-ci est fournie par un explosif dit primaire, moins puissant, mais très sensible aux excitations électriques.

Les explosifs secondaires interviennent dans les têtes militaires de missiles, également dans les dispositifs pyrotechniques divers (cordeaux de découpe, dispositif de blocage de ceinture de sécurité, etc...).

L'aspect physique du produit fini est du type caoutchouc dur (composite) ou solide cristallisé (coulés fondus). L'ingrédient de base est un explosif granulaire puissant.

Dans le premier cas, il est mélangé à un liant inerte ou actif que l'on durcit. Dans le deuxième cas, avec un explosif fusible moins puissant que l'on laisse refroidir et solidifier.

Les propergols pour engins à réactions (missiles, roquettes) se présentent sous la forme de caoutchoucs combustibles ou inertes chargés en granulés combustibles.

Ces matériaux brûlent, déflagrent (2) ou peuvent même détoner sans apport extérieur d'oxygène, mais leur régime normal est la combustion avec une vitesse de combustion ( $v$ ) de quelques mm/s.

(1) (2) : La détonation et la déflagration sont 2 phénomènes de natures distinctes, leurs régimes de propagation sont différents.

Dans la déflagration ( $v < 1000$  m/s), la réaction chimique de décomposition est plus lente que le transfert thermique.

Dans la détonation ( $v < 1000$  m/s), la réaction chimique est plus rapide que le transfert thermique, d'où l'apparition d'une onde de choc dans le produit.

### I-I-I - Propriétés mécaniques

Généralement, les propergols et explosifs composites à liant plastiques présentent des propriétés de viscoélasticité. Ces matériaux se composent de petites particules fragiles de produits actifs agglomérées à l'aide d'une matrice polymérique de type (polyuréthane ou polybutadiène). Ces différentes sortes de polymères sont exposées de manière explicite dans l'ouvrage de G. CHRETIEN [ 1 ] .

Afin d'obtenir des matériaux hautement énergétiques, leur taux de charges pondéral dépasse souvent 85 %. Le caractère fragile des charges cristallines (perchlorate d'ammonium pour les propergols et octogène pour les explosifs) confèrent donc à ces produits un caractère fragile (Ph. HUMBERT, Ph. BOULE [ 2 ]) auquel s'ajoute une nature viscoélastique engendrée par l'apport de liant ( 15 %) (Ch. MARTIN et al [ 3 ] , R.A. SCHAPERY [ 4 ] ).

A cause de leurs caractéristiques viscoélastiques les explosifs et propergols composites sont très sensibles à la vitesse de déformation (Fig. I-1)

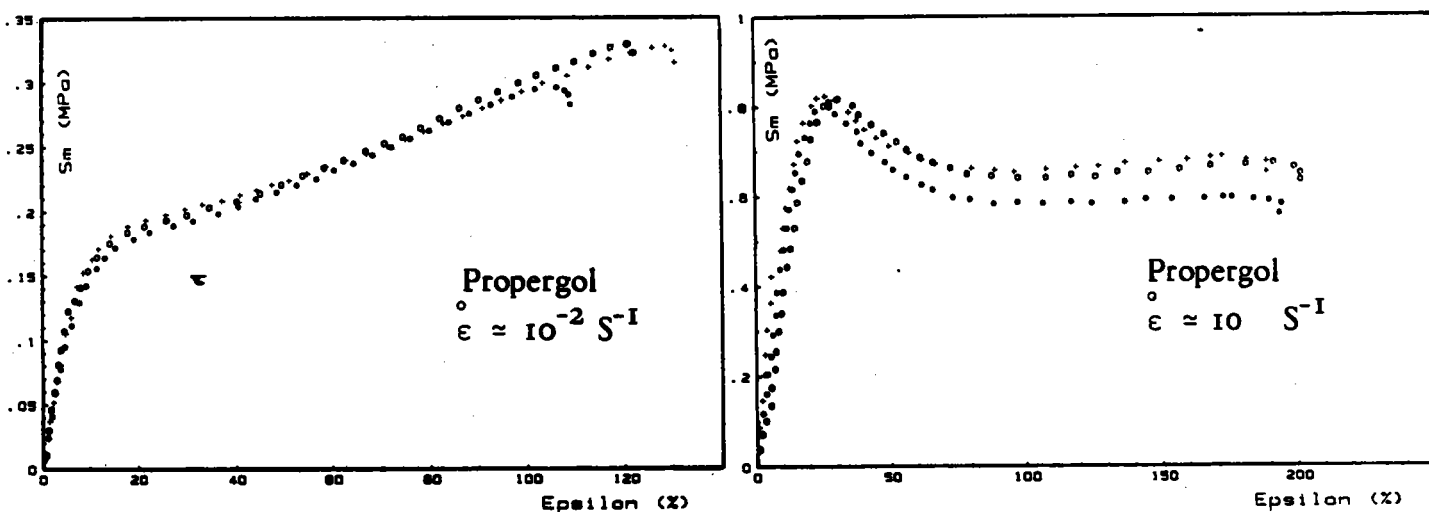


Figure I-1 : Influence de la vitesse de déformation sur la contrainte à la rupture dans le cas d'un propergol composite (d'après [ 3 ] ).

Sous sollicitations dynamiques, certains explosifs composites peuvent exhiber des résistances jusqu'à 10 fois supérieures que celles qu'ils présenteraient dans des conditions classiques d'essais (Fig. 1-2).

WILLIAMS [6] constate qu'un grand nombre de propergols composites ont un comportement suffisamment linéaire pour qu'une analyse du type visco-élastique-linéaire soit acceptable.

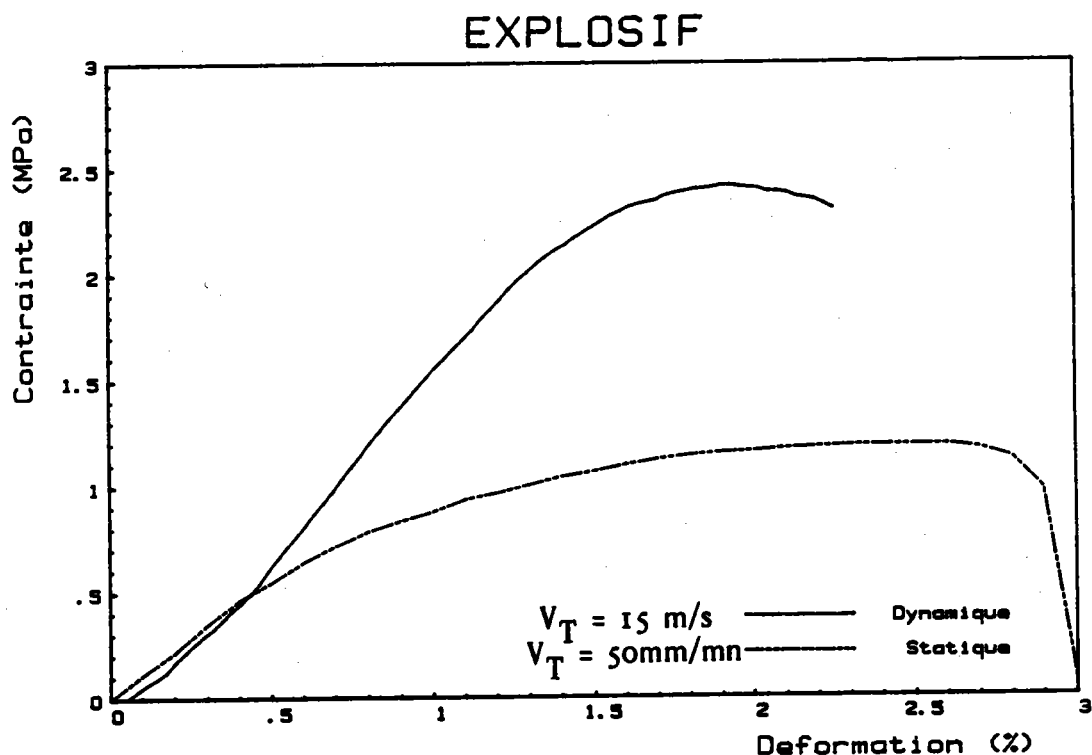
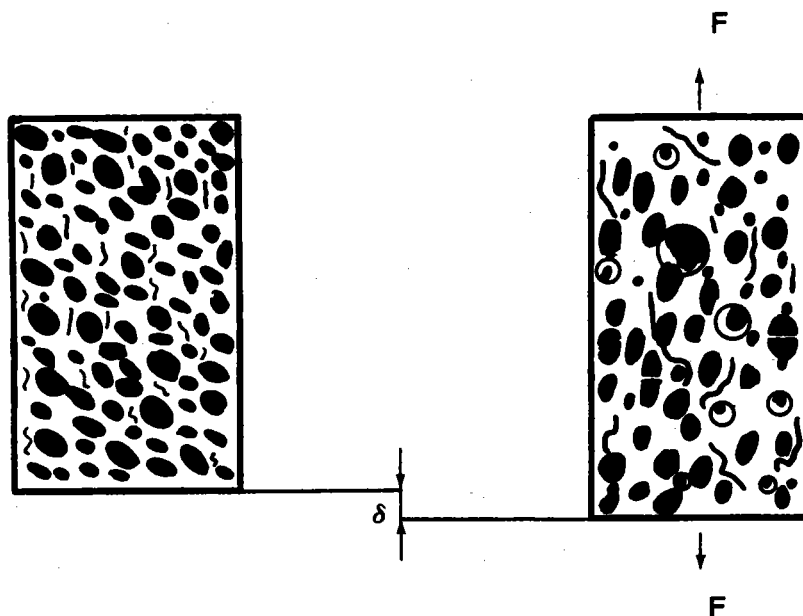


Figure 1-2 : Courbes contrainte-déformation dans le cas d'un explosif composite

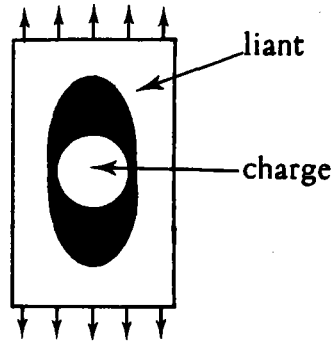
Certains de ces effets de non linéarité sont dûs à la rupture des sites d'adhésion entre le liant et les charges cristallines. Ce phénomène, communément appelé décohésion (T.L. SMITH [7]) revêt une grande importance pour la caractérisation mécanique de ces produits, pour lesquels de petites déformations globales entraînent de forts gradients de déformations locales aux interfaces liant - charges (Fig. 1-3).



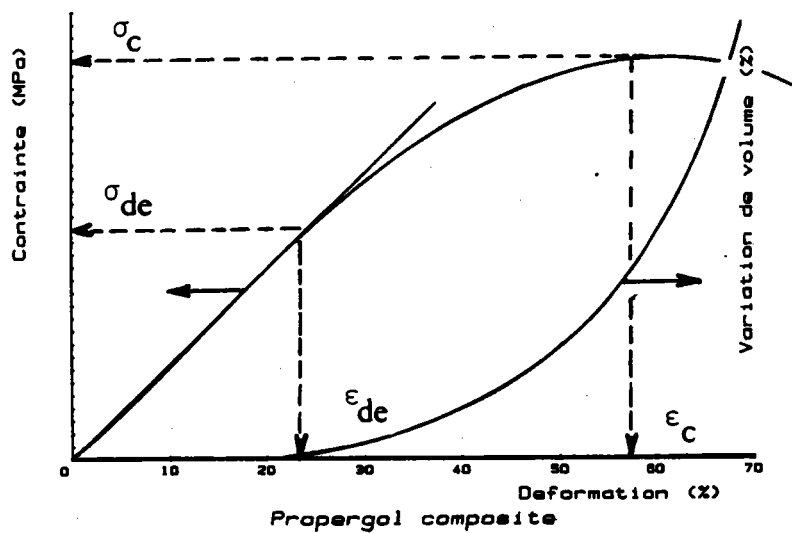
**Figure 1-3 : Principe de ruine d'un échantillon de propergol soumis à une contrainte en traction**

Cette tendance sera d'autant plus importante que le taux de charges pondéral sera élevé. Toutes les mesures directes de ce phénomène apparaissent utopiques. Or, en 1959, (T.L. SMITH [ 7 ] ) postule que la décohésion est accompagnée d'une variation de volume résultant de vacuoles autour des charges actives. (Fig. 1-4).

Les premières tentatives visant à mieux comprendre ce processus de ruine complexe sont entreprises par R.J. FARRIS [ 8 ] qui utilise des mesures de variation de volume comme indicateur de la décohésion pour les matériaux chargés. R.J. FARRIS montre alors que l'augmentation de volume provoquée par le processus de décohésion liant - charge se produit au-delà d'un certain taux de déformation (Fig. 1-5).



**Figure 1-4 : Principe de décohésion liant - charge**



$\sigma_{de}$ ,  $\epsilon_{de}$  : contrainte et déformation de décohésion  
 $\sigma_c$ ,  $\epsilon_c$  : contrainte et déformation critiques

**Figure 1-5 : Contrainte en fonction de la variation de volume dans le cas d'un essai statique en traction.**

Ces méthodes d'investigation sont basiquement de nature phénoménologique. Dans le cas bien précis de l'étude des processus de ruine des matériaux chargés, plusieurs mécanismes sont envisageables (Fig. 1-6).

- mécanisme a : décohésion liant-charge
- mécanisme b : rupture intra-liant
- mécanisme c : rupture transgranulaire

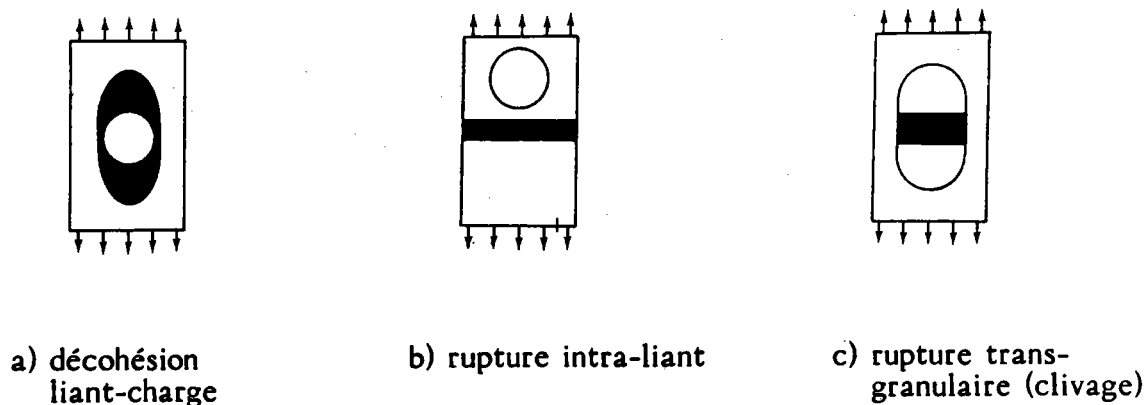


Figure 1-6 : Différents mécanismes de rupture dans le cas de matériaux chargés

Ils naissent de l'influence de la vitesse de sollicitation mais également de paramètres microstructuraux tels que la géométrie et la nature des charges, leur répartition granulométrique [ 2 ] et le type de liant.

#### I-1-2 - Conclusions

Le caractère rhéologiquement complexe des propergols et explosifs composites ne facilite aucunement leur modélisation mécanique. L'étude phénoménologique du comportement à la rupture de ces matériaux ne permet généralement pas de décrire complètement les processus de ruine mis en jeu, sous un type de sollicitation donné.

Les critères qui en découlent, tels que la déformation, la charge critique ( $\sigma_c$ ) n'approchent que globalement les conditions de rupture en service (statique, fatigue, dynamique, fatigue par chocs) et ne prennent généralement pas en compte les paramètres microstructuraux. Ces critères sont associés à des modes de ruine. Parmi ceux-ci, la rupture par clivage ou transgranulaire est celle qui a suscité notre intérêt durant cette étude.



## **BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE I**

- [ 1 ]      G. CHRETIEN  
"Matériaux composites à matrices organiques"  
Technique et documentation, Lavoisier, Paris (1985)
  
- [ 2 ]      Ph. HUMBERT, Ph. BOULE  
"Quantitative fractography of composites explosives"  
7th International Congress for Stereology 2-9 Sept., Caen,  
France (1987).
  
- [ 3 ]      Ch. MARTIN, P. RACIMOR, M. LE ROY, M. QUIDOT  
"Représentation par les lois de Farris, du comportement  
viscoélastique non linéaire d'un matériau chargé".  
Communication GFR, (1980).
  
- [ 4 ]      R.A. SCHAPERY  
"A theory of crack initiation and growth in viscoelastic media : Ana-  
lysis of continous growth".  
Int. Journal of Fracture, Vol. 11, n° 4, p. 549-562 (1975).
  
- [ 5 ]      M. NAIT-ABDELAZIZ  
Thèse de Doctorat, INPL, Metz, Déc. (1985).
  
- [ 6 ]      M. W. WILLIAMS  
Am. Inst. Aeronautics Astronautics Journal 2,785 (1964)
  
- [ 7 ]      T.L. SMITH  
Trans. Soc. Rheol. 2, 113 (1959)
  
- [ 8 ]      R.J. FARRIS  
High Speed Testing, Vol. 4, Interscience, New-York, p. 25 (1964).

## CHAPITRE II : APPLICATIONS DE LA MECANIQUE DE LA RUPTURE AUX MATERIAUX COMPOSITES

### II-1 - Introduction

L'amorçage et la propagation d'une fissure dans un matériau composite soumis à une sollicitation mécanique se font toujours à partir de défauts préexistants. Un matériau peut contenir des fissures de tailles et d'orientations différentes et des inclusions. Dans le cas des propergols et explosifs composites, ces défauts peuvent être des bulles d'air apparaissant lors de la polymérisation, ou les charges cristallines elles-mêmes.

Ces types de problèmes font généralement appel aux théories de la Mécanique de la Rupture.

Fondamentalement, trois approches sont possibles :

1) une approche énergétique globale faisant appel aux travaux de GRIFFITH [1] puis OROWAN [2]. Selon GRIFFITH [1] la rupture survient lorsque le système a reçu suffisamment d'énergie pour laisser se propager la rupture, créant ainsi deux nouvelles surfaces de rupture. Cette énergie est communément appelée "énergie surfacique de rupture" et notée  $\gamma$ .

2) IRWIN [3] a développé une approche locale, qui montre que le champ de contraintes au voisinage de la pointe d'une fissure peut être décrit par un paramètre appelé "facteur d'intensité de contrainte" noté  $K$ .

Selon IRWIN, la rupture survient lorsque la valeur de  $K$  dépasse une valeur critique  $K_{IC}$ .

N.B. :  $K$  est un paramètre lié au champ de contrainte, par conséquent, il est donc indépendant du matériau. Par contre, le facteur d'intensité de contrainte  $K_{IC}$  (ténacité) est une caractéristique intrinsèque du matériau.

Les approches développées par GRIFFITH [1] et IRWIN [3] font partie de ce que l'on appelle communément la Mécanique Linéaire Elastique de la Rupture (MLER).

Par la suite d'autres théories ont été développées pour étudier la rupture de matériaux présentant des effets de non-linéarité (plasticité, viscoplasticité, viscoélasticité...). La plus populaire est vraisemblablement celle donnée par RICE [4]. Cette théorie permettant de caractériser la singularité de contrainte à la pointe d'une fissure (M. NAIT [19]) est caractérisée par une intégrale de contour notée (intégrale J).

Plus récemment, E.H. ANDREWS [5] proposa une approche originale. A partir de résultats expérimentaux sur des matériaux composites et des polymères, il développa une théorie "généralisée" de la "Mécanique de Rupture" grâce à laquelle des effets de non-linéarité peuvent être pris en compte.

En 1939, WEIBULL [6] postule que la rupture de type fragile est principalement causée par la présence de défauts internes dans la structure. Il développe alors [26] une approche probabiliste, basée sur la théorie du maillon le plus faible. C'est en 1975 que S.B. BATDORF [8] y intègre des paramètres microstructuraux, il prend ainsi en compte la distribution en nombre des défauts de la structure dans une théorie statistique de la rupture. Très récemment K. WALLIN, T. SAARIO et K. TORRONEN [9] proposèrent une approche probabiliste originale. A partir de résultats expérimentaux sur un alliage de  $C_uO$ , il développa une théorie probabiliste de la rupture grâce à laquelle les effets de la distribution en mesure des grains dans le matériau massif peuvent être pris en compte.

Nous nous attarderons plus particulièrement sur cette dernière approche probabiliste de la rupture, non sans avoir préalablement donné un aperçu des résultats obtenus à l'aide de certains des critères de rupture classiques (méthodes énergétiques).

## II-2 - Mécanique de la rupture - Critères énergétiques

### II-2-1 - Introduction

L'étude de la propagation et de l'amorçage revêt une grande importance dans la connaissance du comportement à la rupture des explosifs et propergols composites.

Dans le cas des propergols, les études sont surtout axées sur l'étude des phénomènes d'amorçage et de propagation de défauts. Le caractère bi-phasique de ces matériaux rend complexe l'étude des paramètres régissant la rupture dont les mécanismes sont influencés par la vitesse de sollicitation. En effet, sous des chargements très lents, le phénomène de fluage provoqué par le vieillissement du matériau est prépondérant dans le processus de rupture et la propagation des défauts.

Par contre, le comportement de ces matériaux lors de déformations à grande vitesse laisse supposer la participation d'un plus grand nombre de défauts (charges cristallines) provoquant la rupture du matériau. Entre ces deux conditions limites de chargement, les fissures se propagent à vitesse constante, sous un type de sollicitation donné.

### II-2-2 - Critère de SCHAPERY

SCHAPERY [ 10 ] modélise une pointe de fissure en supposant l'existence d'une zone endommagée devant celle-ci (Fig. II-1 a) et une distribution des contraintes normales au plan de fissure (Fig. II-1 b). La relation entre la distribution de contraintes finies  $\sigma_f$ , le facteur d'intensité de contrainte  $K_I$  et les différentes variables d'espace s'écrit :

$$K_I = \left( \frac{2}{\pi} \right)^{\frac{1}{2}} \int_0^{\infty} \sigma_f(\xi) \cdot \xi^{\frac{1}{2}} \cdot d\xi \quad \text{II-(1)}$$

$\xi$ : variable d'espace

Cette relation s'écrit alors :

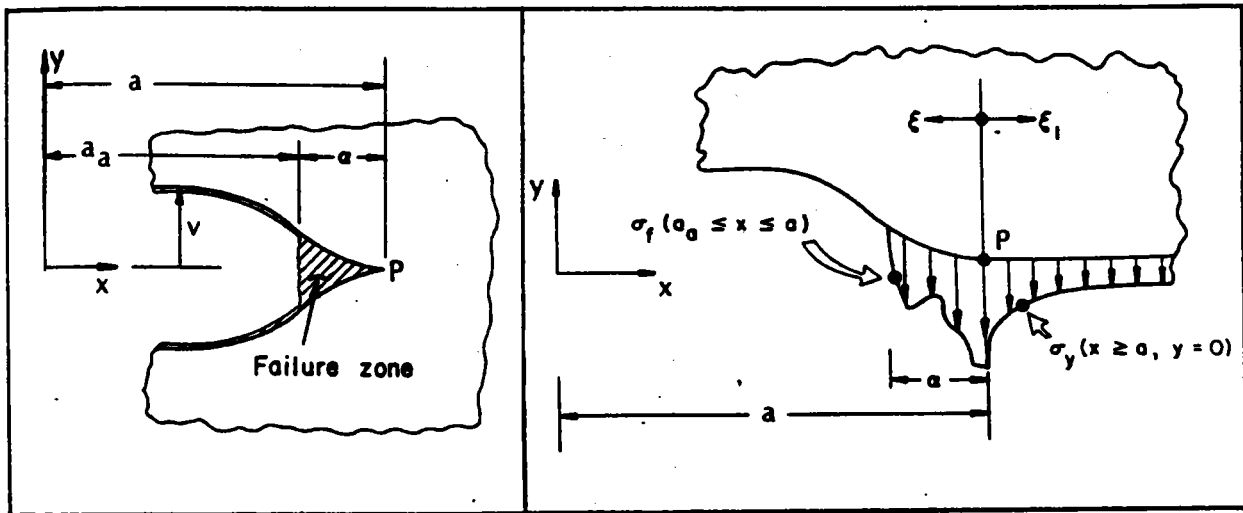
$$\alpha = \frac{\pi}{2} \cdot \left( \frac{K_I}{\sigma_m \cdot I_I} \right)^2 ; \quad \text{II-(2)}$$

$$\sigma_m = \max ( \sigma_f ( \xi ) )$$

et où  $I_I$  est donné par l'expression :

$$I_I = \int_0^I f \cdot \eta^{-\frac{1}{2}} \cdot d\eta \quad \text{II-(3)}$$

$$\text{avec } \eta = \xi / \alpha$$



**Figure 11-1a :** Modèle de fissure  
(d'après SCHAPERY [10])

**Figure 11-1b :** Distribution des contraintes en fond de fissures (d'après SCHAPERY [10])

SCHAPERY en déduit alors trois relations équivalentes pour exprimer l'énergie surfacique de rupture .

$$\Gamma = \int_0^{v_m} \sigma_f \cdot dv \quad \text{II-(4a)}$$

$$\Gamma = \int_{t_1}^{t_2} \frac{\partial v}{\partial t} \cdot \sigma_f \cdot dt \quad \text{II-(4b)}$$

$$\Gamma = \int_0^{\alpha} \frac{\partial v}{\partial \xi} \cdot \sigma_f \cdot d\xi \quad \text{II-(4c)}$$

Il détermine ainsi une relation simple entre  $\Gamma$  et  $K_I$  :

$$\Gamma = \frac{I}{8} \cdot C_v(t_\alpha) \cdot K_I^2 \quad \text{II-(5)}$$

où  $C_v(t) = 4(1 - v^2) \cdot D(t)$

$v$ : coefficient de POISSON

$D(t)$  : fonction de fluage

$\tilde{t}_\alpha$  est le temps mis par la fissure pour traverser la zone endommagée, il est exprimé par :

$$\tilde{t}_\alpha = \frac{\alpha}{3 \frac{da}{dt}} \quad \text{II-(6)}$$

En supposant que l'énergie de rupture surfacique  $\Gamma$  ne dépend pas de la variable temporelle  $t$ , SCHAPERY donne une expression simplifiée de la vitesse de propagation de fissure sous la forme :

$$\frac{da}{dt} = A \cdot K_I^2 \left(1 + \frac{I}{n}\right) \quad \text{II-(7a)}$$

$n$  : facteur dépendant du matériau

en posant  $q = 2 \left( 1 + \frac{1}{n} \right)$

$$\dot{a} = \frac{da}{dt} = A \cdot K_I q \quad \text{II-(7b)}$$

Les résultats théoriques obtenus par SCHAPERY sont très importants dans le cas de problèmes de fissuration dans des matériaux viscoélastiques et montrent que la vitesse instantanée de propagation d'une fissure  $\frac{da}{dt}$  dépend exclusivement du facteur d'intensité de contrainte  $K_I$ .

### II-2-3 - Applications de la théorie de SCHAPERY

Suite à des résultats expérimentaux obtenus par KNAUSS [ 12 ] sur un liant, SCHAPERY [ 11 ] applique son modèle de propagation et trouve ainsi une bonne corrélation entre la relation théorique (Eq. II-(7a)) et les valeurs issues de l'expérience (Fig. II-2a) il en déduit une valeur moyenne de  $q = 6$  selon cette même relation.

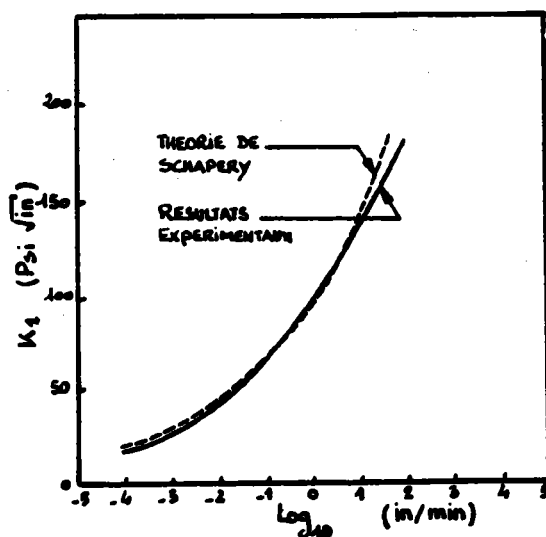


Figure II-2a : Comparaison de la théorie de SCHAPERY [ 10 ] avec les résultats expérimentaux obtenus sur un propergol.

Un peu plus tard, SWANSON [ 13 ] applique également ce modèle sur des expériences obtenues sur un propergol et note encore une bonne corrélation entre

théorie et expérience pour une valeur de  $q = 6$ .

En 1976, BECKWITT et WANG [14] étudient la vitesse de propagation d'une fissure dans un propergol. Ils réalisent des essais à différentes températures et vitesses de déformation. Le modèle de SCHAPERY [11] ne s'applique alors que pour une vitesse de déformation donnée (Fig. II-2b).

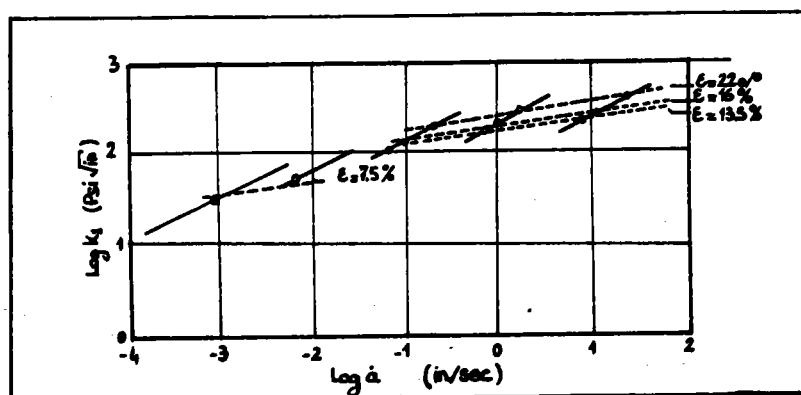


Figure II-2b : Essais de propagation sur un propergol (d'après [14] )

Selon leur résultats expérimentaux, le terme  $A$  de la relation II-(7b) n'est pas constant et dépend de la vitesse de chargement. Le coefficient  $q$  prend alors la valeur 2, différent de la valeur  $q = 6$ .

$$\frac{da}{dt} = A(\epsilon) \cdot K_I^{q=2} \quad \text{II-(8)}$$

Cette dépendance de  $A$  vis-à-vis de la vitesse de déformation est une conséquence du comportement mécanique non linéaire du propergol. BECKWITT et WANG [14] proposent la loi de propagation suivante, qui s'écrit :

$$\frac{da}{dt} = \dot{a} = A/\epsilon_0 \cdot K_I^{q=7.5} \quad \text{II-(9)}$$

$A$  : fonction du niveau de déformation  $\epsilon_0$ .

$q$  : constante dépendant du matériau

$\dot{a}$  = vitesse de propagation de fissure.



#### II-2-4 - Ténacité et énergie surfacique de rupture $\Gamma$ .

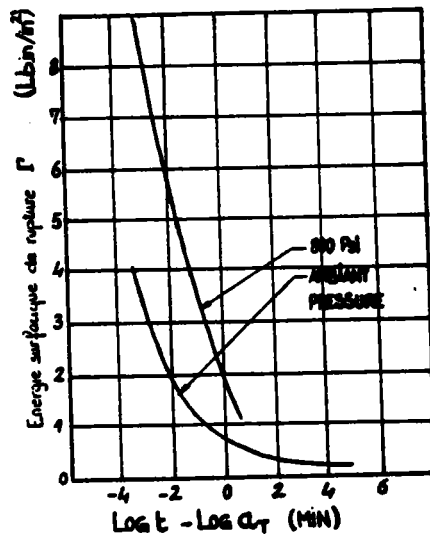
Les premiers résultats exprimant la dépendance de l'énergie surfacique de rupture vis-à-vis des paramètres temps-température, dans le cas de propergols sont dus à BENETT [15], [16]. Il détermina le facteur d'intensité de contrainte critique  $K_{IC}$ , sur des éprouvettes à fissures centrales pour différentes conditions de température et vitesses de sollicitation. Il calcule alors l'énergie de rupture surfacique  $\Gamma(t)$  pour un matériau viscoélastique par analogie avec la relation issue de la mécanique linéaire de la rupture, d'où :

$$\Gamma(t) = \frac{K_{IC}^2(t)}{2 E_R(t)} \quad \text{II-(10)}$$

où

$E_R(t)$  = module de relaxation.

La figure II-3 montre l'évolution de  $\Gamma$  en fonction d'un temps réduit  $t/a_T$ . On remarque que l'énergie de rupture surfacique augmente avec la vitesse de sollicitation quelle que soit la pression lors de l'essai.



**Figure II-3 :** Evolution de l'énergie de rupture surfacique en fonction du temps à la rupture d'après [14]

Ensuite, BECKWITT et WANG [14] effectuèrent des essais de ténacité sur un propergol en utilisant deux géométries d'éprouvettes (Fig. II-4), dans différentes conditions de température et de vitesse de chargement.

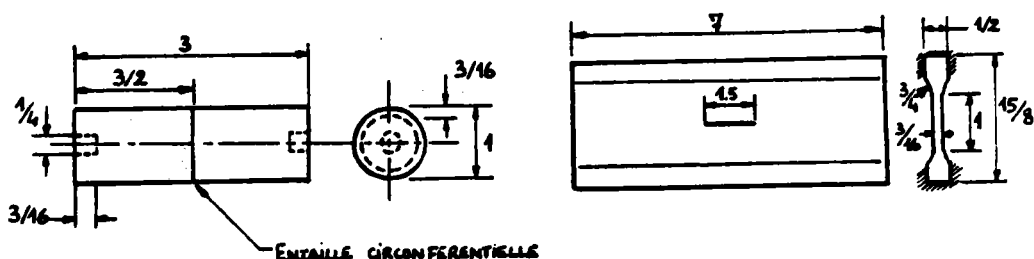


Figure II-4 : Différents types d'éprouvettes utilisés par BECKWITT et WANG [14]

Le calcul de la ténacité dans le cas de l'éprouvette axisymétrique est réalisé en utilisant la solution de BUECKNER [17], pour cette géométrie.

$$K_{IC} = \sigma_c^n \cdot (\pi a)^{\frac{1}{2}} \cdot Y \left( \frac{d}{D} \right) \quad \text{II-(11)}$$

où

$$\sigma_c^n = \text{contrainte dans le ligament}$$

$$\left( \frac{d}{D} \right) = \text{fonction de calibration (Fig. II-5)}$$

Les résultats obtenus sont représentés (Fig. II-6) et sensiblement similaires à ceux obtenus par BENETT [15], [16] (Fig. II-3), ils traduisent l'évolution de la ténacité vis-à-vis des paramètres temps-température. Ils remarquent par ailleurs que cette courbe peut être approximée par la relation :

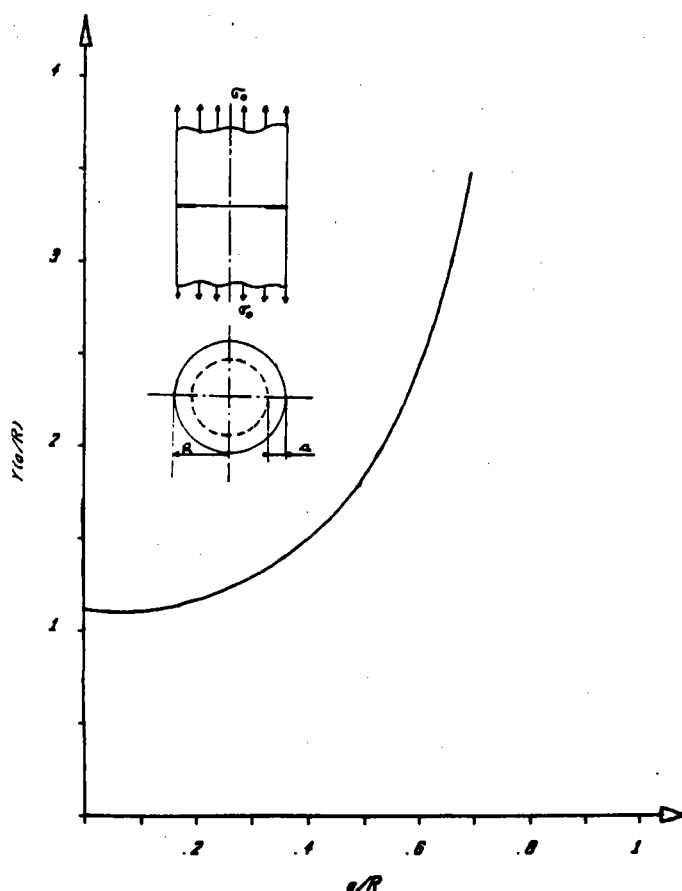
$$t_f = B \cdot K_{IC}^{-7.11} \quad \text{II-(12)}$$

où

$$t_f = \text{temps à la rupture}$$

$$B = \text{constante dépendant du matériau}$$

et ils retrouvent également l'exposant q précédemment déterminé à partir d'essais de propagation.



**Figure II-5 : Fonction de calibration pour une éprouvette axisymétrique (d'après [ 19 ] )**

## **II-2-5 : Théorie généralisée de la mécanique de la rupture (E.H. ANDREWS)**

Nous ne reprendrons pas ici tout le développement théorique du critère énergétique de E.H. ANDREWS [ 18 ] . Pour plus de détails on peut se reporter à l'article original [ 18 ] ou bien à la Thèse de Doctorat de M. NAIT [ 19 ] .

La théorie de E.H. ANDREWS est basée sur des constatations expérimentales concernant la rupture de polymères. Elle représente une extension des travaux de GRIFFITH [ 1 ] à des matériaux exhibant des effets de non-linéarité.

E.H. ANDREWS [ 18 ] montre, que dans le cas d'une plaque infinie contenant une fissure de longueur  $2a$  soumise à un champ de contrainte uniforme  $\sigma_0$  (Fig. II-6), l'énergie surfacique de rupture ou taux de restitution d'énergie est

proportionnelle à la densité d'énergie de déformation, elle s'écrit :

$$I = -\frac{dU}{dA} = K_I(\epsilon_0) \cdot a \cdot W_0 \quad \text{II-(I3)}$$

relation dans laquelle  $(-\frac{dU}{dA})$  représente l'énergie nécessaire pour faire progresser la fissure d'une unité d'aire,  $K_I(\epsilon_0)$  étant une fonction explicite de  $\epsilon_0$  et  $W_0$ .

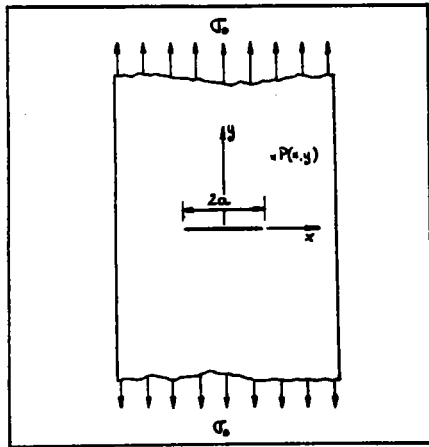


Figure II-6 : Plaque infinie fissurée

On remarque la similitude de la relation II-(I3) avec celle proposée par GRIFFITH, Eq. II-(I4a) puisque dans le cas d'un matériau au comportement élastique :

$$G = \pi \cdot \frac{\sigma_0^2}{2E} \cdot a \quad \text{II-(I4a)}$$

par analogie

$$W_0 = \frac{\sigma_0^2}{2E} \quad \text{et} \quad K_I(\epsilon_0) = \pi \quad \text{II-(I4b)}$$

Lorsque la fissure se propage, la quantité  $\frac{dU}{dA}$  atteint une valeur critique I

$$I = -\left(\frac{dU}{dA}\right)_{\text{crit}} = K_I(\epsilon_0) \cdot a \cdot W_{0 \text{ crit}} \quad \text{II-(I5)}$$

a : profondeur d'entaille ou de fissure.

Cette valeur critique représente l'énergie surfacique de rupture, elle est une caractéristique intrinsèque du matériau. C'est un taux de restitution d'énergie apparent, car il prend en compte les effets de non linéarité grâce à la fonction  $K_I (\epsilon_0)$ .

Les figures II-7a et II-7b tirées des travaux de E.H. ANDREWS montrent l'évolution de  $K_I$  en fonction de  $W_0$ , pour 2 polymères et un alliage Cuivre-Beryllium.

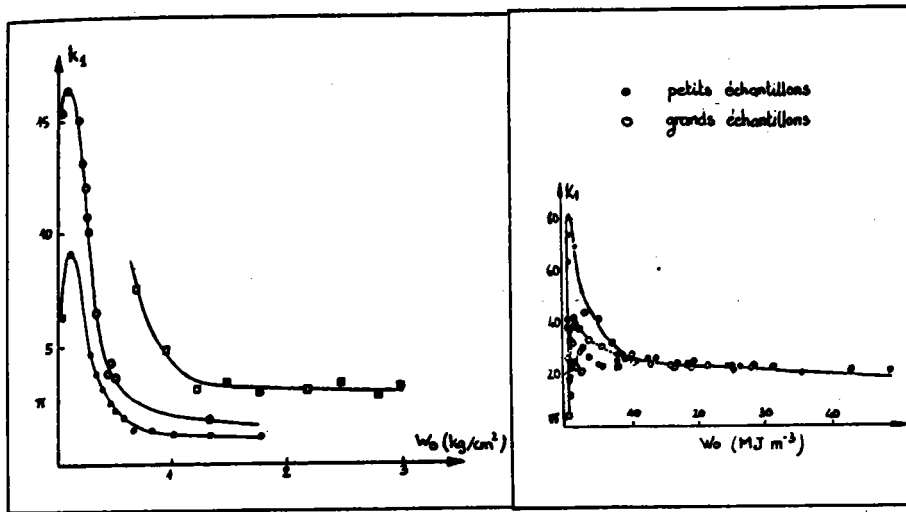


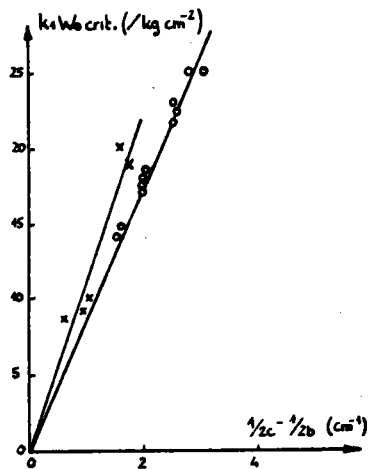
Figure II-7a :  $k_I (W_0)$  pour 2 types de polymères (d'après [19])

Figure II-7b :  $K_I (W_0)$  pour un alliage de Cuivre-Beryllium (d'après [19]).

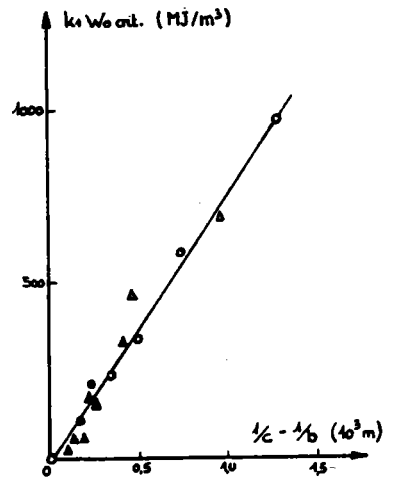
Selon E.H. ANDREWS, les pics constatés pour des faibles valeurs de  $W_0$  correspondent à une plasticité confinée en fond de fissure.

On remarque que dans le cas de l'alliage  $C_u-B_e$ , pour des déformations infinitésimales ( $W_0 \approx 0$ ),  $k_I$  est égal à  $\pi$  (cas d'un matériau élastique).

Les figures II-8a et II-8b montrent l'évolution du paramètre  $K_I \cdot W_0 \text{ crit.} = f\left(\frac{I}{a}\right)$  dans ces 2 mêmes cas. Les points expérimentaux s'ajustent effectivement bien sur les droites permettant d'évaluer le taux apparent de restitution d'énergie I.

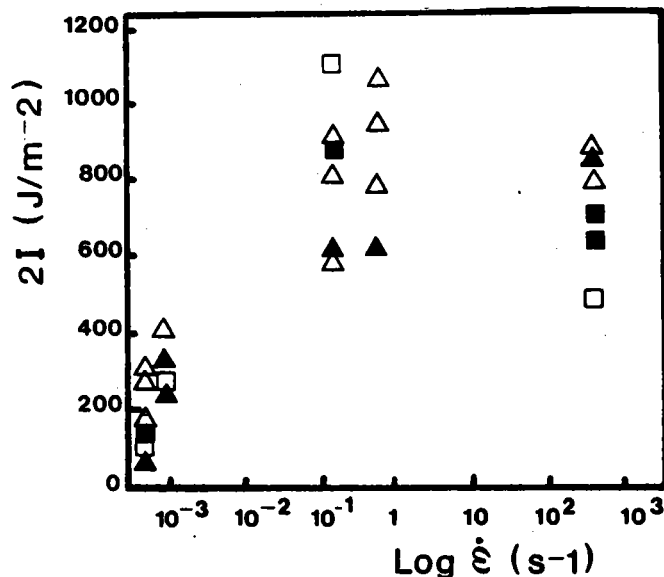


**Figure II-8a** : Détermination de  $I$  pour 2 types de polymères (d'après [19] )



**Figure II-8b** : Détermination de  $I$  pour un alliage  $C_u-B_e$  (d'après [19] )

M. NAIT [19] applique la théorie de E.H. ANDREWS à des résultats expérimentaux obtenus sur un explosif inerte. Il réalise des essais de traction sur des éprouvettes axisymétriques fissurées et ce, pour différentes vitesses de déformation. Les résultats obtenus sont représentés sous forme d'un graphe (Fig. II-9) montrant l'existence d'un pic dans l'évolution du paramètre  $I$ .



**Figure II-9** : Evolution de l'énergie surfacique de rupture ( $I$ ) en fonction de la vitesse de déformation pour différents types d'éprouvettes (d'après [19] ) ( $2I$  représente l'énergie nécessaire pour faire progresser les 2 lèvres de la fissure d'une unité d'aire).

On retrouve ce phénomène dans la littérature, (FURGUSSON et al. [ 20 ] ) dans le cas d'une variété de polystyrène dont le diagramme  $J_{IC}$  - vitesse de déformation traduit également un pic (Fig. II-10),  $J_{IC}$  étant la valeur critique de l'incrément  $J$ .

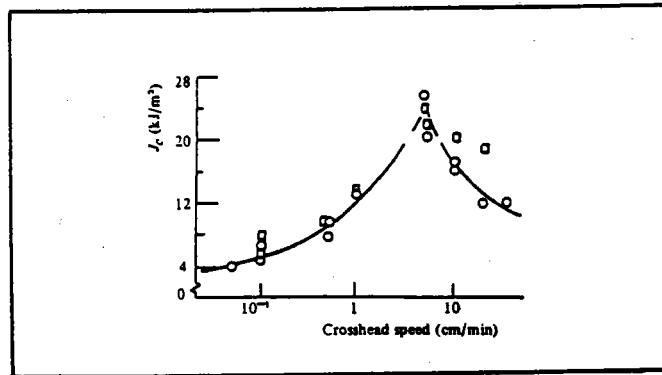


Figure II-10 : Evolution de  $J_{IC}$  en fonction de la vitesse de sollicitation pour un polystyrène (d'après [ 20 ] ).

D'après M. NAIT [ 19 ] , ce phénomène peut être expliqué par l'existence d'une vitesse limite dans le processus de ruine conduisant à une dissipation d'énergie pour le polystyrène. Dans le cas des propergols, le phénomène décohésion liant charge joue un rôle important puisqu'il est influencé par la vitesse de sollicitation. La variation de volume induite par ce processus apparaît à des taux de déformations décroissants lorsque cette vitesse augmente (Ch. MARTIN et al. [ 21 ] ).

L'augmentation de l'énergie surfacique de rupture (Fig. II-9 et II-10) peut être entraînée par une dissipation d'énergie causée par la décohésion liant-charge. La chute des valeurs de  $(I)$  et de  $(J_{IC})$  à partir d'une certaine valeur des vitesses de sollicitation (Fig. II-9 et II-10) traduit vraisemblablement un changement de mode de rupture. M. NAIT a essayé d'expliquer ce phénomène en faisant une micrographie du plan perpendiculaire à la fissure, mais cette observation ne donnera pas de résultats probants.

## II-2-6 - Limites de la Mécanique de la Rupture "classique"

Dans le cas de la rupture de matériaux à caractère fragile (tels que les propergols et explosifs composites), on observe très fréquemment une dispersion assez importante des mesures de contrainte à la rupture (G. PLUVINAGE, B. TOLBA [ 22 ]). La contrainte à la rupture d'un matériau fragile dépend des conditions de chargement et du volume contraint. Un tel matériau peut contenir des défauts préexistants (S. USAMI et al. [ 23 ], M. CALVO [ 24 ], E.L. LEE et al. [ 25 ]) de tailles et d'orientations spatiales différentes (Chap. III-2). C'est pourquoi deux échantillons apparemment identiques ne présenteront pas, par rapport à la contrainte appliquée, les mêmes orientations préférentielles de fissuration. Les différences dans les tailles et les orientations spatiales de ces défauts conduisent à une certaine dispersion dans les mesures, pourtant effectuées sur des échantillons apparemment identiques ( [ 22 ], [ 7 ], [ 8 ]) et cassés dans les mêmes conditions de chargement. C'est généralement pour ces dernières raisons que les méthodes statistiques sont de plus en plus utilisées pour aborder les problèmes de rupture de matériaux fragiles.

## II-3 - Approche statistique de la Rupture

### II-3-1 - Introduction

Les premiers travaux importants inhérents à la théorie statistique de la rupture sont ceux entrepris par WEIBULL [ 6 ] en 1939, puis développés un peu plus tard, en 1951 [ 26 ]. Les fondements de cette théorie sont basés sur l'idée que, seule la composante de la contrainte normale au plan de fissure conduit à la rupture. De récents progrès dans ce domaine [ 7 ], [ 8 ] permettent de prendre en compte la densité numérique des micro-défauts ou micro-fissures, en se basant sur des considérations microstructurales. Plus récemment K. WALLIN et al. [ 9 ] proposent un modèle de rupture statistique basé sur la théorie du maillon le plus faible permettant d'estimer quantitativement l'effet de la taille moyenne de grains ainsi que la fraction surfacique des micro-défauts sur la probabilité



de rupture.

### II-3-2 - Théorie du maillon le plus faible

Dans son analyse théorique, WEIBULL pose les hypothèses suivantes :

- 1) le matériau est homogène et isotrope de façon statistique
- 2) le défaut le plus critique conduit à la rupture (c'est-à-dire la rupture d'un maillon ne modifie pas la distribution de la charge sur les autres maillons).

La rupture d'un solide soumis à un champ de contrainte  $\sigma$  peut être due à un nombre de mécanismes mutuels ou indépendants ayant une probabilité infinitésimale  $(\Delta P_f)_i$ . La probabilité pour que le  $i^{\text{ème}}$  mécanisme ne cause pas la rupture est  $(\Delta P_s)_i = 1 - (\Delta P_f)_i$ . La probabilité "totale" de survie est le produit des probabilités individuelles, soit :

$$\begin{aligned} P_S &= \prod_i (P_s)_i = \prod_i \{ 1 - (\Delta P_f)_i \} \\ &\approx \pi \exp. [ - (\Delta P_f)_i ] = \exp \left[ - \sum_i (\Delta P_f)_i \right] \end{aligned} \quad \text{II-(17)}$$

La probabilité de rupture du  $i^{\text{ème}}$  élément  $\Delta V_i$  en traction simple, par exemple est :

$$(\Delta P_f)_i = n(\sigma) \cdot \Delta V_i \quad \text{II-(18)}$$

où

$n(\sigma)$  = nombre de défauts par unité de volume

$\sigma$  = contrainte appliquée

Donc la probabilité de rupture s'écrit :

$$P_f = 1 - P_S = 1 - \exp. \left[ - \iiint n(\sigma) dv \right] \quad \text{II-(19)}$$

Pour un état de contrainte uniforme, la relation II-(19) s'écrit simplement :

$$P_f(\sigma) = 1 - \exp [- V \cdot n(\sigma) ] \quad \text{II-(20)}$$

ou

$$n(\sigma) = \frac{1}{V} \cdot \ln (P_S)^{-1} \quad \text{II-(21)}$$

Si la probabilité de rupture  $P_f$  est déterminée expérimentalement au moyen de résultats de traction simple, on peut obtenir  $n(\sigma)$  en utilisant l'équation II-(21).

La probabilité de rupture d'un maillon sous une contrainte  $\sigma$  est donnée par  $P_f(\sigma)$ . Donc la probabilité de rupture d'un matériau possédant  $N$  défauts est :

$$P_f(\sigma) = [ 1 - P(\sigma) ]^N \quad \text{II-(22)}$$

si  $N$  est grand,

$$P_f(\sigma) = [ 1 - N \cdot P(\sigma) ] \quad \text{II-(23)}$$

Si le matériau est isotrope et homogène le nombre de  $N$  de défauts est proportionnel au volume  $V$  considéré, WEIBULL introduit deux fonctions de distribution exprimant la probabilité de rupture :

$$P_f(\sigma) = 1 - \exp [- V \cdot k \sigma^m ] \quad \text{II-(24)}$$

et

$$P_f(\sigma) = 1 - \exp [- V k (\sigma - \sigma_u)^m ], \sigma > \sigma_u \quad (25 a)$$

$$= 0, \sigma < \sigma_u \quad (25 b)$$

$\sigma_u$  = contrainte seuil en dessous de laquelle la probabilité de rupture est nulle.

$k$  = paramètre de proportionnalité.

En pratique, pour N essais de traction effectués, les valeurs des contraintes sont données par ordre croissant, et on considère que la probabilité pour qu'il existe dans le volume testé un défaut cassant sous une contrainte inférieure à  $\sigma$  est :

$$P(\sigma) = \frac{i}{N+1} \quad \text{II-(26)}$$

où i est le rang de  $\sigma$  dans le classement des valeurs des contraintes à la rupture des N échantillons cassés. On obtient alors :

$$1 - P(\sigma) = P_f = \frac{N + 1 - i}{N + 1} \quad \text{II-(27)}$$

La courbe de WEIBULL s'obtiendra alors en traçant

$$L_n \cdot L_n \cdot \left( \frac{1}{1 - P_f} \right) = m \cdot L_n(\sigma_c) \quad \text{II-(28)}$$

Dans cette théorie, WEIBULL postule que m ne varie pas en fonction de V, c'est-à-dire que la distribution de WEIBULL (Eq. II(25a)) doit suivre l'effet de volume. La probabilité de trouver un défaut de taille critique est la même dans tout le matériau. Soit  $P_f$  la probabilité de rupture d'un défaut sous une contrainte  $\sigma_1$  dans un volume  $V_1$  et  $\sigma_2$  dans un volume  $V_2$ .

On aura alors :

$$1 - \exp \left[ - V_1 \cdot \left( \frac{\sigma_1}{\sigma_0} \right)^m \right] = 1 - \exp \left[ - V_2 \cdot \left( \frac{\sigma_2}{\sigma_0} \right)^m \right] \quad \text{II-(29a)}$$

$$\text{d'où } \frac{\sigma_1}{\sigma_2} = \left( \frac{V_2}{V_1} \right)^{\frac{1}{m}} \quad \text{II-(29b)}$$

$\sigma_0$  : contrainte de normalisation

Une distribution peut être caractérisée par les tracés de WEIBULL si la courbe  $L_n L_n (1 - P_f)^{-1} = f L_n(\sigma)$  est une droite pour un volume V donné et si la distribution vérifie l'effet de volume.

### II-3-3 - Considérations microstructurales

Afin de prendre en compte l'effet de la microstructure Mc CLINTOCK [ 8 ] étudie la rupture de manière statistique, sur un matériau modèle dans lequel tous les grains sont des rectangles identiques. Il montre alors que la probabilité d'avoir un défaut de taille supérieure à  $a$  est  $\exp [ - a / \lambda ]$ . Cette théorie est en tout point semblable à celle de FISCHER et HOLLOMAN [ 8 ]. Ces auteurs considèrent des fissures circulaires, d'orientations aléatoires et émettent l'hypothèse que la probabilité de trouver une fissure d'un rayon supérieur à  $r$  est  $\exp [ - r / \lambda ]$ . BATDORF [ 8 ] applique le concept de Mc CLINTOCK dans le cas de fissures circulaires, dans un matériau polycristallin. Il trouve alors que la probabilité s'exprime cette :  $\exp [ - r^2 / \lambda^2 ]$ . Ensuite, BATDORF, généralise le terme de probabilité  $q$  pour que  $n$  grains adjacents forment un défaut et donne l'expression suivante :

$$P(n) = q^n = \exp(n \cdot \ln q) = \exp \{ - \ln(q^{-1}) n \} \quad \text{II-(30)}$$

Dans le cas d'une fissure circulaire de rayon  $r$ , le nombre de grains adjacents formant la fissure est :

$$n = \pi r^2 / A_0 \quad \text{II-(31)}$$

$A_0$  = surface d'un grain

En substituant Eq. II-(28) dans Eq. II-(27), la probabilité  $P(r_c > r)$  s'écrit :

$$P(r_c > r) = \exp \{ - \ln(q^{-1}) \cdot \pi r^2 / A_0 \} \quad \text{II-(32)}$$

La contrainte critique pour une fissure est :

$$\sigma_c = \text{const.} (r)^{-\frac{1}{2}} \quad \text{II-(33)}$$

En introduisant le facteur d'intensité de contrainte :

$$K_I = \{ 2 / (\pi)^{\frac{1}{2}} \} \cdot \sigma_c \cdot (r)^{\frac{1}{2}} \quad \text{II-(34)}$$

$\sigma_c$  = contrainte critique

Nous pouvons éliminer le terme  $r$  de l'éq. II-(32), on obtient alors la probabilité de rupture sous une contrainte  $\sigma_c$  :

$$P(\sigma_c) = \exp \left\{ - \ln/q^{-1} \right\} \cdot (\pi^3 / 16 A_0) \cdot \left( \frac{K_I}{\sigma_c} \right)^4 \quad \text{II-(35)}$$

Cette expression se simplifie, si l'on introduit une contrainte sans dimension  $\sigma_a$ , définie par :

$$\sigma_a = 2 \cdot \sigma_a \cdot (A_0)^{1/4} / K_I \cdot [\pi^2 \cdot \ln(q^{-1})]^{1/4} \quad \text{II-(36)}$$

Le résultat est :

$$P(\sigma_a) = \exp(-1/\sigma_a^4) \quad \text{II-(37)}$$

En dérivant II-(37), on obtient la densité de probabilité :

$$\frac{dP(\sigma_a)}{d\sigma_a} = (4/\sigma_a^5) \exp(-1/\sigma_a^4) \quad \text{II-(38)}$$

$\sigma_a$  = contrainte adimensionnelle

Pour obtenir la probabilité de rupture  $P_f(\sigma_c)$ , la densité de probabilité (Eq. II-(38)) est multipliée par la fonction de densité de fissures  $N(\sigma_c)$ , proportionnelle au volume  $V$  au sein duquel s'initie la rupture, soit :

$$P_f(\sigma_c) = 1 - \exp \left\{ - V \cdot \int_0^{\sigma_c} \left( 1 - \frac{\sigma_c}{\sigma} \right) \cdot \frac{dN(\sigma_c)}{d\sigma_c} \cdot d\sigma_c \right\} \quad \text{II-(39)}$$

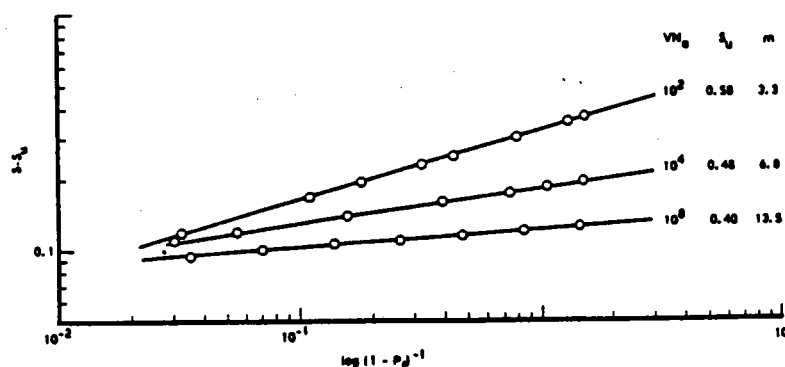
¶ Finalement, le résultat est :

$$P_f(\sigma) = 1 - \exp \left\{ - N_0 V \int_0^{\sigma} \left( 1 - \frac{\sigma_c}{\sigma} \right) \cdot \frac{4}{\sigma_a^5} \exp(-1/\sigma_a^4) d\sigma_c \right\} \quad \text{II-(40)}$$

$N_0$  : nombre de défauts ou de grains par unité de volume

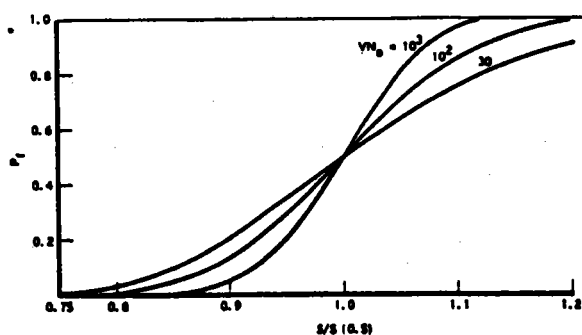
Pour de faibles probabilités de rupture ( $< 0.1$ ), Eq. II-(40) est approximée par la formule suivante :

$$P_F(\sigma) \approx (V N_0 / 4) \cdot \sigma_a^4 \exp(-1/\sigma_a^4) \quad \text{II-(41)}$$



**Figure II-11** : Comparaison de la théorie de WEIBULL ( - ) Eq. II-(28a) et de la théorie de BATDORF ( o ), Eq. II-(41) (d'après [ 8 ])

Les résultats expérimentaux obtenus par BATDORF (Fig. II-11) montrent que le paramètre de WEIBULL  $m$  varie avec  $N_0 V$ .



**Figure II-12** : Probabilité de rupture pour plusieurs valeurs de  $VN_0$  (Eq II-(41)) d'après [ 8 ])

Ces constatations sont en contradiction avec les prédictions de WEIBULL (Eq. II-(29b)) qui supposait l'invariance de  $m$  par rapport à  $V$ . Dans le cas de la théorie de BATDORF,  $m$  peut se calculer approximativement par la relation :

$$m = 1.7 \cdot \log_{10} (N_0 V) \quad \text{II-(42)}$$

$$10^2 < N_0 V < 10^8$$

G. PLUVINAGE et B. TOLBA [ 22 ] ont développé un modèle de rupture statistique appliqué à la rupture fragile de céramiques industrielles. Selon eux, la probabilité d'avoir un grain de taille ( $a_c > a$ ) est de la forme :

$$P(a_c > \bar{a}) = \exp \left[ - \left( \frac{a_c}{\bar{a}} \right)^3 \right] \quad \text{II-(43)}$$

où

$a_c$  = diamètre critique d'un grain d'alumine

$\bar{a}$  = diamètre moyen d'un grain d'alumine

la probabilité de rupture est approximée par la formule suivante :

$$P_f(\sigma_c) \approx (VN_0/6) \cdot \sigma_a^6 \exp(-1/\sigma_a^6) \quad \text{II-(44)}$$

$\sigma_a$  : contrainte sans dimension et comparée avec les résultats expérimentaux (Fig. II-13) ; (Tabl. II-1).

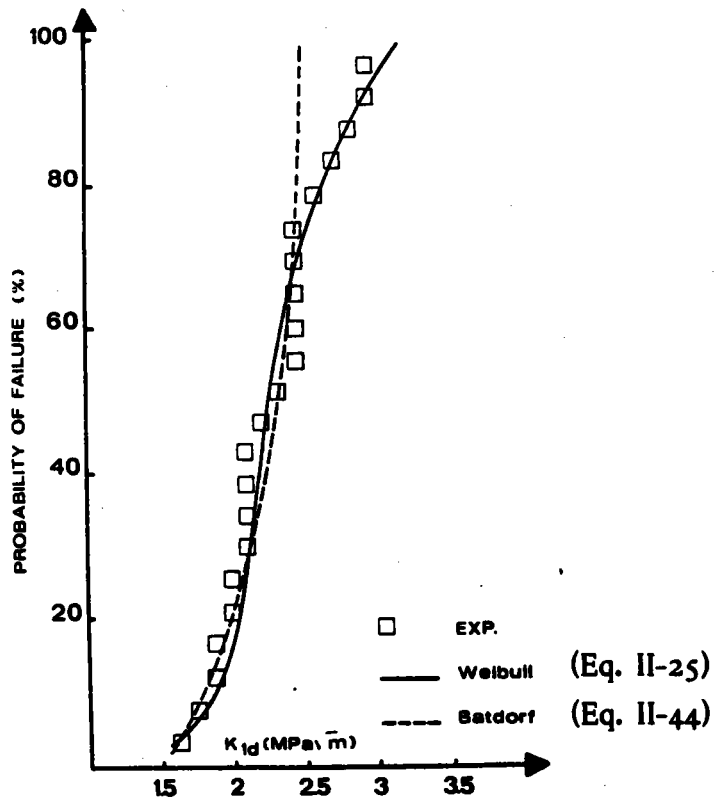


Figure II-13 : Probabilité de rupture dans le cas d'alumines  $AL_2O_3$  d'après [ 22 ]

|                  |       | $\langle d_m \rangle_n$ | $\langle d_m \rangle_s$ | $N_A$ | $A_A$              |
|------------------|-------|-------------------------|-------------------------|-------|--------------------|
| $\dot{\epsilon}$ | stat. | 11 $\mu m$              | 19 $\mu m$              | 60    | $6 \cdot 10^{-3}$  |
|                  | dyn.  | 10 $\mu m$              | 13 $\mu m$              | 150   | $11 \cdot 10^{-3}$ |

Tableau II-1 : Résultats de l'analyse fractographique de faciès de rupture de céramiques composites d'après [ 22 ] .

Les résultats traduisent une bonne corrélation entre théorie et expérience. Un examen des surfaces de rupture à l'aide d'un analyseur d'image a permis de montrer l'augmentation de la densité surfacique de défauts  $N_A$  ainsi que de la teneur  $A_A$  avec la vitesse de chargement ( $\dot{\epsilon}$ ). (Tableau II-1).

#### II-3-4 - Influence de la granulométrie

Le modèle de WALLIN et al. [ 9 ] est dérivé de la théorie du maillon le plus faible. WALLIN, SAARIO et TORRONEN [ 9 ] proposent l'écriture suivante pour exprimer la probabilité de rupture sous la forme suivante :

$$P(\sigma) = 1 - \exp \left[ - \left( \frac{d_N}{d_0} \right)^3 \cdot \left( \frac{d_m}{d_N} \right) \cdot \left( \frac{\sigma - \sigma_u}{\sigma_0} \right)^m \right] \quad \text{II-(45)}$$

où

$d$  = taille de la particule

$d_m$  = taille moyenne de la population de particules

$\sigma$  = contrainte appliquée

$\sigma_0$  = constante de normalisation

$\sigma_u$  = contrainte ultime



$m$  = module de WEIBULL

$d_0, d_N$  = constantes de normalisation.

D'après l'équation (II-45) certaines remarques s'imposent :

- 1) la probabilité de rupture augmente quand la taille de grain augmente.
- 2) la probabilité de rupture augmente quand la contrainte appliquée augmente.
- 3) la taille moyenne des grains cassés est supérieure à la taille moyenne des grains du matériau massif.

Bien entendu, ce modèle ne peut être utilisé que si l'on connaît parfaitement la distribution en mesure des tailles de particules  $P(S)$ . Pour ce faire, on utilise fréquemment la relation :

$$P(S) = \frac{(\nu - 2)^{\nu - 1}}{\Gamma(\nu - 1)} \cdot S^{-\nu} \cdot \exp\left(-\frac{\nu - 2}{S}\right), \nu > 2 \quad \text{II-(46)}$$

avec  $S = d/d_m$

$\nu$  = facteur d'homogénéité

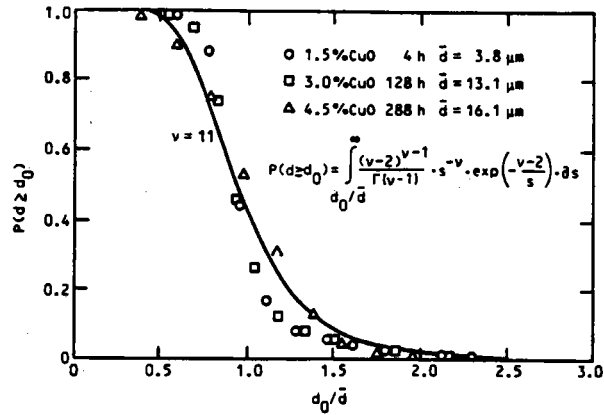
$\Gamma$  = symbole de la fonction gamma

ou bien

$$P(S) = \frac{m_d}{d_m} \cdot S^{m_d - 1} \cdot \exp\{-S\}^{m_d} \quad \text{II-(47)}$$

$m_d$  = module de Weibull de la répartition granulométrique pondérale du matériau massif.

$$\Gamma(\nu) = \int_0^{\infty} t^{\nu - 1} \cdot e^{-t} \cdot dt$$



**Figure II-14 :** Courbe de distribution de taille de cristaux de  $C_uO$  (Eq. II-46) d'après BUTCHER [ 9 ] ).

En combinant les équations II-(45) et II-(46), on peut aisément calculer la probabilité de rupture  $P_f(\sigma)$  sous une contrainte :

$$P_f(\sigma) = \int_0^{\infty} P(\sigma) \cdot P(S) \cdot \partial S \quad \text{II-(48)}$$

avec  $S = d_m$

D'une manière analogue, il est possible d'avoir accès, théoriquement, au rapport des particules fragmentées sur le diamètre moyen des particules :

$$\frac{d_f}{d_m} = \frac{\int_0^{\infty} P(\sigma) \cdot P(S) \cdot S \cdot \partial S}{\int_0^{\infty} P(\sigma) \cdot P(S) \cdot \partial S} \quad \text{II-(49)}$$

BUTCHER [ 9 ] a appliqué ce modèle à l'étude de la rupture de particules sphériques de  $C_uO$  dans une matrice  $C_u$ . Les distributions de taille des particules de  $C_uO$  sont présentées Fig. II-14. En appliquant les relations II-(45) et II-(48), il est possible de décrire l'effet de la taille de particules sur la probabilité de rupture des particules (Fig. II-15).

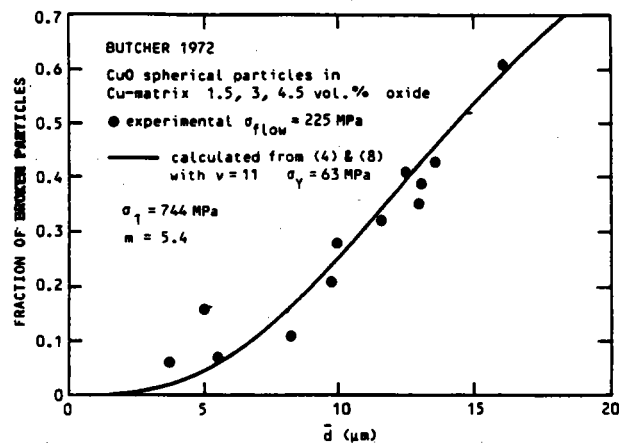


Figure II-15 : Effet de la taille moyenne des grains sur la probabilité de rupture (d'après BUTCHER [ 9 ]).

BUTCHER continue son investigation et compare les valeurs des rapports expérimentaux et théoriques de la taille de particules fragmentées sur la taille moyenne des particules (Eq. II-(49) ).

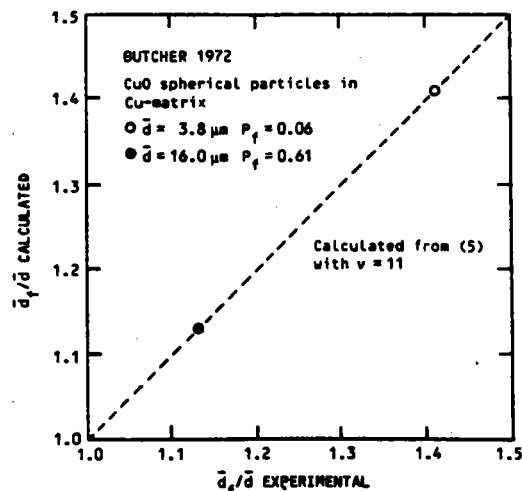
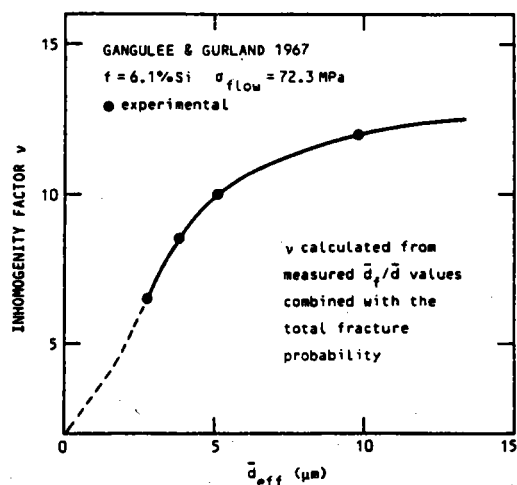


Figure II-16 : Comparaison des rapports  $d_f/d_m$  expérimentaux et théoriques (d'après BUTCHER [ 9 ]).

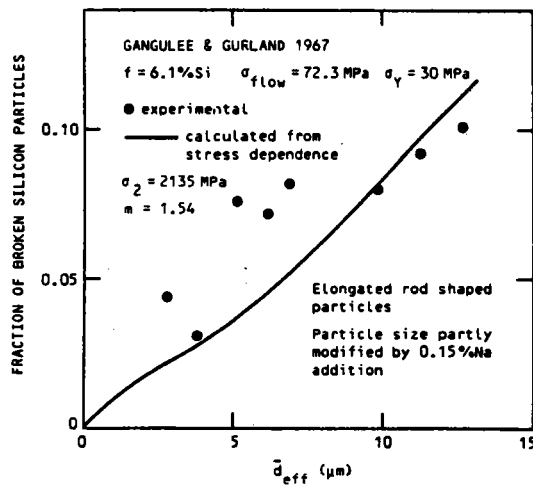
GANGULEE et GURLAND [9] étudient un alliage aluminium-silice dans lequel les particules de silice sont de formes allongées. La valeur de  $\nu$  est fonction de la taille et de la forme des particules (Fig. II-17).



**Figure II-17** : Influence de la taille des particules de silice sur la valeur du facteur d'homogénéité (d'après BUTCHER [9]).

Cette dépendance de  $\nu$  vis-à-vis de  $d_m$  peut être due à la variation du rapport  $l/d$  des particules de silice en fonction de leur diamètre moyen, mais dans ce cas, GANGULEE et GURLAND ne donnent pas d'informations à ce sujet. Ils utilisent une valeur moyenne de  $\nu$  pour étudier l'effet de la taille moyenne des particules sur la probabilité de rupture (Fig. II-18).

Les résultats obtenus corréleront assez bien l'expérience quoique l'on pourra noter une certaine dispersion dans les valeurs expérimentales des teneurs surfaciques ( $A_A$ ), dispersion vraisemblablement due à la forme allongée des particules de silice.



**Figure II-18** : Effet de la taille moyenne des grains sur la probabilité de rupture (d'après BUTCHER [ 9 ]).

### II-3-5 : Conclusion

Les méthodes énergétiques classiques permettent de mettre en évidence l'influence de la vitesse de chargement sur le paramètre  $\Gamma$ , caractérisant ainsi la rupture des explosifs et propergols composites. Les mécanismes de rupture de ces matériaux sont influencés par la vitesse de sollicitation. L'augmentation de l'énergie surfacique de rupture  $\Gamma$  peut être expliqué par le processus de décohésion du matériau, qui entraîne une dissipation d'énergie.

Une meilleure compréhension des processus régissant la rupture nécessite l'étude approfondie de la microstructure de ces matériaux (influence des charges cristallines et du liant).

L'étude de la rupture des propergols et explosifs composites peut être abordée par des critères probabilistes type WEIBULL [ 26 ], S.B. BATDORF [ 7 ], [ 8 ] ou WALLIN et al. [ 9 ] qui permettent de prendre en compte l'influence des facteurs microstructuraux sur la probabilité de rupture du matériau.

## BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE II

- [ 1 ] A.A. GRIFFITH,  
Phil. Trans. Roy. Soc., A 221, p. 163 (1920)
- [ 2 ] E. OROWAN,  
Rep. Pr. Gr. Phys., Vol. 12, p. 185, (1948)
- [ 3 ] G.R. IRWIN,  
Appl. Mat. Res. Vol. 3, p. 65 (1964)
- [ 4 ] J.R. RICE,  
Journal of Appl. Mech., p. 379 (1968)
- [ 5 ] E.H. ANDREWS,  
Journal of Mat. Sciences, Vol. 9, p. 887-894 (1974)
- [ 6 ] W. WEIBULL,  
Ing. Ventenskaps. Akad. Handl., n° 151, (1939)
- [ 7 ] S.B. BATDORF,  
Rapport de Contrat, (Office of Naval Research)  
UCLA-ENG-7762, N° N14-76-C-445, (Sept. 1977).
- [ 8 ] S.B. BATDORF,  
Nuclear Engineering and Design, Vol. 35, p. 349-360, (1975)
- [ 9 ] K. WALLIN, T. SAARIO, K. TORRONNEN,  
Int. Jour. of Frac., Vol. 32, p. 201-209, (1987)
- [ 10 ] R.A. SCHAPERY,  
Int. Jour. of Frac., Vol. 11, N° 1 p. 141-159 (1975)
- [ 11 ] R.A. SCHAPERY,  
Int. Jour. of Frac., Vol. 11, N° 4, p. 549-562 (1975)

- [ 12 ] W.G. KNAUSS,  
Int. Jour. of Frac. Mech., Vol. 38, p. 483-488, (1971)
- [ 13 ] S.R. SWANSON,  
Jour. of Spacecraft, Vol. 13, N° 9, p. 528-533, (1976)
- [ 14 ] S.W. BECKWITT, D.T. WANG,  
Jour. of Spacecraft, Vol. 15, n° 6, p. 355-361, (1976)
- [ 15 ] S.J. BENETT,  
Jannaf Mech. Beh. Working. Group., 8<sup>th</sup> Meeting.  
CPTA Publ. Vol. 1, p. 393-403, (1970)
- [ 16 ] S.J. BENETT, G.P. ANDERSON, M.L. WILLIAMS,  
Jour. Of Appl. Pol. Sci., Vol. 14, p. 735-745, (1970)
- [ 17 ] H.F. BUECKER,  
ASTM STP 381, p. 82-83, (1965)
- [ 18 ] E.H. ANDREWS,  
Jour. Of Mat. Sciences, Vol. 9, p. 887-894, (1974)
- [ 19 ] M. NAIT-ABDELAZIZ,  
Thèse de Doctorat, INPL, Nancy (1985)
- [ 20 ] FURGUSSON et al.,  
Polymer, Vol. 14, p. 451-459, (1973)
- [ 21 ] C. MARTIN, P. RACIMOR, M. LE ROY, M. QUIDOT,  
Exposé au G.F.R., Paris, (Déc. 1980).
- [ 22 ] G. PLUVINAGE, B. TOLBA,  
Impact, Congrès de Brème, 18-21 Mai, Brème, R.F.A., (1987).
- [ 23 ] S. USAMI, H. KIMOTO, I. TAKAHASHI, S. SHIDA,  
Eng. Frac. Mech., Vol. 23, N° 4, p. 745-761, (1986)

- [ 24 ] M. CALVO,  
Thèse de Doctorat, Université de Caen, Caen, (1986)
  
- [ 25 ] El. LEE, E. JAMES, L. GREEN, W. VON HOLLE, C. TARVER,  
U.S. Department of Energy by the Law. Liv. Nat. Lab.,  
Contrat N° W-7405-ENG-48, (1977).
  
- [ 26 ] W. WEIBULL,  
Journ. Of Appl. Mech., Vol. 8, p. 293, (1951)



## CHAPITRE III : UTILISATION DE LA STEREOLOGIE ET DE L'ANALYSE D'IMAGES POUR L'ETUDE DE LA RUPTURE DE MATERIAUX COMPOSITES

### III-I - Stéréologie

#### III-I-I - Avant-propos

Les images microscopiques sont nécessairement des projections planes. Les surfaces de rupture présentent généralement une certaine rugosité ; elles sont donc non planes la plupart du temps [ 6 ].

Sous réserve de certaines hypothèses, la stéréologie permet d'interpréter de manière tridimensionnelle des observations effectuées sur ces surfaces. De plus, l'utilisation des principes de la stéréologie devient l'outil précieux et indispensable pour l'étude de la topographie des surfaces de rupture.

#### III-I-2 - Introduction

Durant les dernières décades, des progrès considérables ont été réalisés concernant les aspects théoriques et expérimentaux de la mécanique de la rupture. Ce développement conduit alors à l'évolution rapide de deux différentes classes de spécialistes : les théoriciens dans le domaine de la mécanique linéaire de la rupture, de la plasticité et les expérimentateurs<sup>2</sup>, plus engagés dans l'étude de l'influence de facteurs microstructuraux sur les différents mécanismes de rupture de matériaux composites, [ 1 ] , [ 2 ] , [ 3 ] , [ 4 ] ou métalliques [ 3 ] , [ 6 ] , [ 10 ] .

La mise en évidence de mécanismes de rupture suppose bien entendu une exploration "in situ" des surfaces de rupture qui permettra de quantifier cette observation.

<sup>1</sup> (approche globale)

<sup>2</sup> (approche locale)

Malheureusement, les relations de bases de la stéréologie [ 5 ] ne s'appliquent que dans le cas "simple" de sections polies.

Les premiers travaux théoriques importants consacrés à l'étude des surfaces de rupture furent publiés par El SOUDANI [ 6 ] en 1974, date à laquelle il apporta les premiers éléments de solution pour la détermination de paramètres quantitatifs en analyse fractographique. A l'aide de certaines hypothèses, El. SOUDANI [ 7 ] montre alors qu'il est possible d'obtenir analytiquement des relations exactes et de les appliquer à l'étude de la morphologie des surfaces de rupture non planes.

Les méthodes stéréologiques seront tout d'abord décrites dans le cadre de l'étude de sections planes [ 5 ] puis étendues à l'examen topologique des surfaces de rupture [ 6 ], [ 7 ].

### III-1-3 - Relations stéréologiques

#### III-1-3-1 - Cas de sections planes

##### i) Principe de DELESSE

Les méthodes stéréologiques permettent de relier des paramètres microstructuraux tels que la fraction volumique  $V_V$ , et la fraction surfacique  $A_A$  à partir de mesures effectuées sur des sections polies.

La figure III-1 montre des structures biphasiques (Y C X) interceptées par des plans.

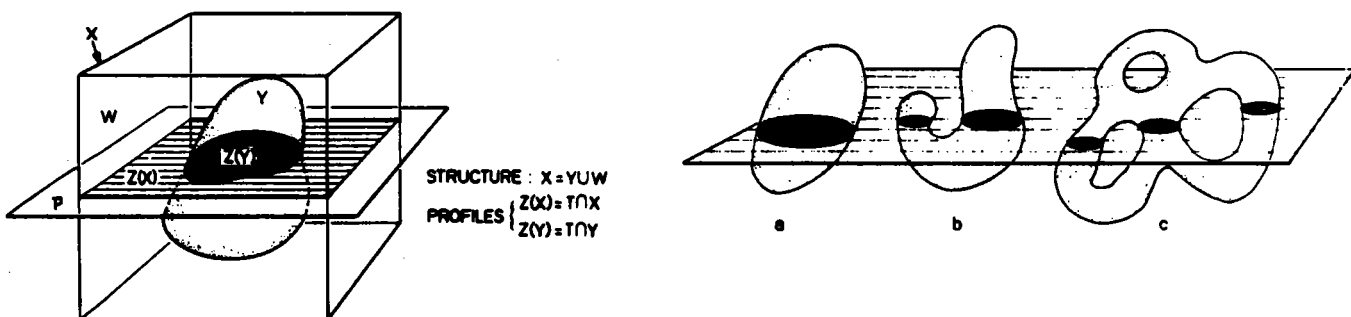


Figure III-1 : Aires des traces des intersections d'une population d'objets avec un plan d'après [ 5 ].

Les traces des intersections de ces objets avec le plan P ont des aires topologiquement différentes. Dans le premier cas (cas convexe) et le deuxième cas (cas plus général) la stéréologie nous permet d'estimer la fraction volumique  $V_V$  de l'objet X dans son inclusion Y. 
$$\left( \frac{\text{Volume total de(s) l'objet(s) X}}{\text{Volume Y}} \right)$$

Si l'on considère maintenant une structure homogène contenant un grand nombre d'objets de formes et de dimensions arbitraires (Fig. III-2)

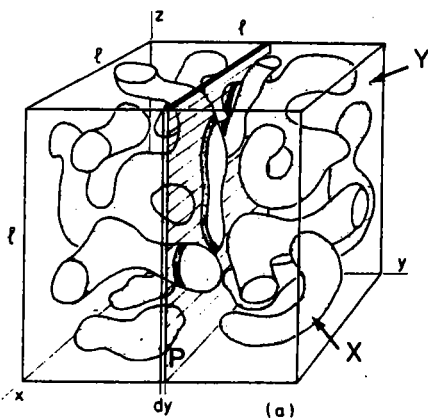


Figure III-2 : Intersection d'une structure avec un plan P (d'après [ 5 ]).

nous voyons que l'intersection de cette structure par un plan P quelconque sera le lieu de plusieurs sections d'aires différentes. L'examen de cette coupe nous permettra de calculer la fraction volumique d'objets X,  $(V_V)$  à partir de la mesure de la fraction surfacique  $(A_A)$  d'objets X contenus dans la section analysée.

Le premier principe fondamental de la stéréologie fut introduit en 1847 par A. DELESSE [5] et énoncé comme suit :

*"Si une structure contenant des particules est sectionnée de manière aléatoire, alors la fraction surfacique  $A_A$  des particules a sur les sections est égale à la fraction volumique  $V_V$  des particules dans la structure".*

$$(V_V) a = (A_A) a$$

III-(1)

A l'aide de deux approches mathématiques différentes (la théorie de la mesure et la statistique géométrique) WEIBEL en 1963 démontra ce principe [5]

## ii) Relations de DE HOFF et RHINES

### a) densité numérique des particules

Le nombre de particules ou d'objets par unité de volume d'une structure est un paramètre stéréologique souvent utilisé par les mécaniciens [6].

La validité des relations existant entre le nombre d'objets par unité de volume  $N_V$  et le nombre d'objets par unité de surface  $N_A$  est soumis à quelques restrictions quant aux formes de particules.

Les particules doivent être convexes, ne présenter aucune orientation particulière dans l'espace, et leur nombre doit être assez élevé de telle sorte que toutes les orientations entre particules soient équiprobables. Si ces deux conditions sont respectées, la relation de DE HOFF et RHINES s'exprime très simplement en fonction de  $N_A$  et  $N_V$  :

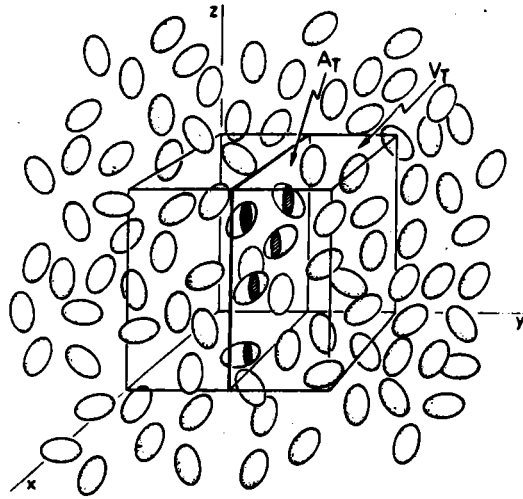
$$N_V = N_A \cdot \frac{1}{\bar{H}} \quad \text{III-(2)}$$

$N_V$  = nombre d'objets par unité de volume

$N_A$  = nombre d'objets par unité de surface

$\bar{H}$  = diamètre tangent moyen des particules (cf. Fig. III-4).

Le nombre de surfaces mesurées sur une section polie sera donc directement proportionnel (Fig. III-3) à la densité numérique des particules et au diamètre tangent moyen des particules. Cette relation fondamentale est valide pour toutes les particules convexes.



**Figure III-3** : Section droite d'une population de particules possédant une distribution aléatoire (d'après [ 5 ]).

#### **\*) Cas général**

Pour des particules convexes non sphériques la relation III-(2) ne peut être appliquée que si l'on peut estimer  $\bar{H}$ , (Fig. III-4), c'est-à-dire si le diamètre moyen ou la distribution des particules est connue. WEIBEL et GOMEZ [ 5 ] donnent une expression différente de la densité volumique des particules en introduisant un facteur de forme  $\beta$ . (Fig. III-5).

Cette équation relie les densité volumique  $N_V$ , densité surfacique  $N_A$  et la fraction volumique  $V_V$  ; elle est de la forme

$$N_V = \frac{1}{\beta} \cdot \frac{N_A^{\frac{3}{2}}}{V_V^{\frac{1}{2}}} \quad \text{III-(3)}$$

$\beta$  : facteur de forme

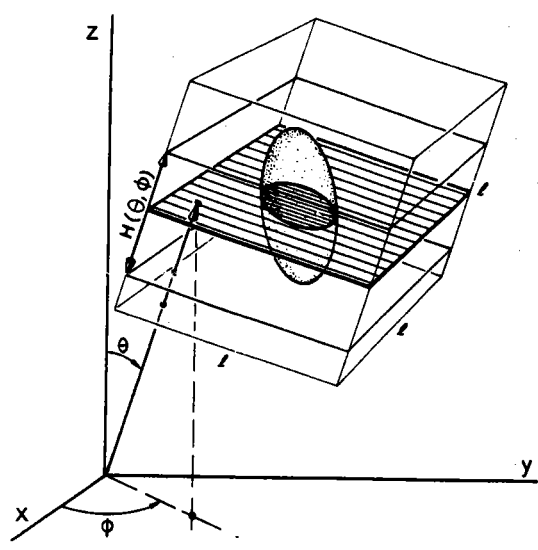
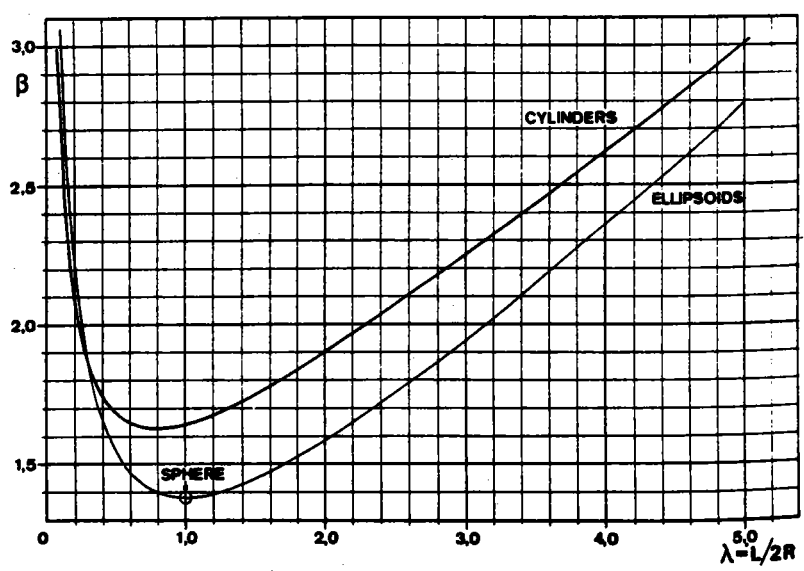


Figure III-4 : Description du diamètre tangent moyen  $\overline{H}$  ( $\theta$ ,  $\phi$ ) d'après [ 5 ]).



| Particle shape           | $\beta$ |
|--------------------------|---------|
| Sphere                   | 1.38    |
| Spheroid prolate (2:1:1) | 1.58    |
| oblate (2:2:1)           | 1.55    |
| Cube                     | 1.84    |
| Octahedron               | 1.86    |
| Icosahedron              | 1.55    |
| Dodecahedron             | 1.55    |
| Tetrakaidecahedron       | 1.55    |

Figure III-5 : Facteur de forme ( $\beta$ ) en fonction de l'élongation  $\lambda$  pour différentes formes connues d'après [ 5 ])

\*) Cas des sphères :

Pour des particules sphériques, le cas le plus simple, le diamètre tangent est égal au diamètre  $D = 2.R$ . Le diamètre tangent moyen d'une population de sphères est donc donné par la relation :

$$\overline{H} = 2 R \tag{III-4}$$

d'où

$$N_V = N_A \cdot \frac{1}{2.R} \tag{III-5}$$

### iii) Reconstruction des granulométries

#### a) Granulométrie en nombre ou en mesure :

L'interprétation stéréologique des résultats n'a de sens que si l'on définit clairement la notion de granulométrie de particules. La granulométrie d'objets X peut être représentée de deux manières différentes :

- . l'analyse granulométrique en mesure : on représente graphiquement la masse du contenu de chaque tamis en fonction de sa taille.
- . l'analyse granulométrique en nombre : elle consiste à dénombrer le contenu de chaque tamis et à porter ce nombre en fonction de la taille du tamis.

Ces deux granulométries n'ont pas du tout la même signification. (Fig. III-6).

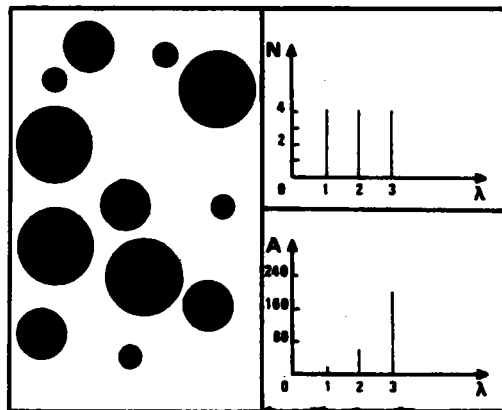


Figure III-6 : Comparaison entre une granulométrie en nombre (N) et une granulométrie en mesure (A)

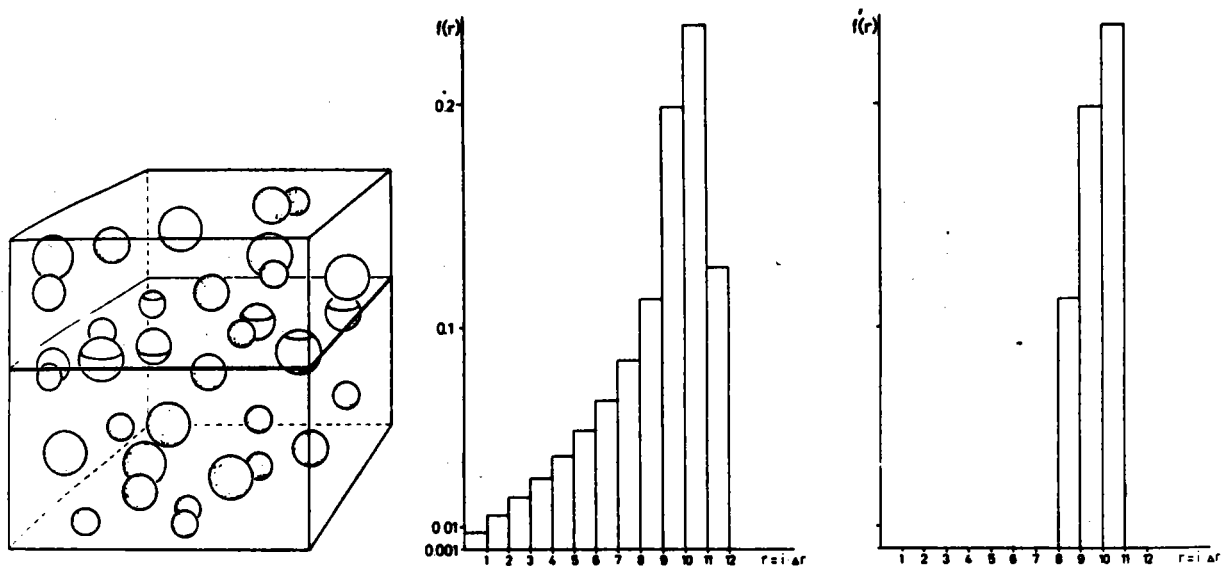
Dans une granulométrie en nombre, on affecte à chaque particule une valeur indépendante de sa masse, tandis que pour la granulométrie en masse, on attribue à chaque particule une valeur proportionnelle à sa taille ( $\phi$ ) ou à sa masse (M).

Une granulométrie en mesure se prête mieux à une interprétation stéréologique, d'autre part, la granulométrie en nombre n'a de sens que si tous les éléments analysés sont disjoints.

### b) 1ère approche

Dans le cas de particules sphériques de tailles différentes, il est parfois nécessaire de reconstituer l'histogramme de la distribution en nombre des particules à partir de l'histogramme des tailles des sections mesurées.

Considérons une population de sphères de 3 différents diamètres. (Fig. III-7a) interceptée par un plan P.



**Figure III-7 :** Histogramme résultant du mélange de sphères de 3 différents diamètres.

a) population de sphères      b) histogramme mesuré      c) histogramme théorique

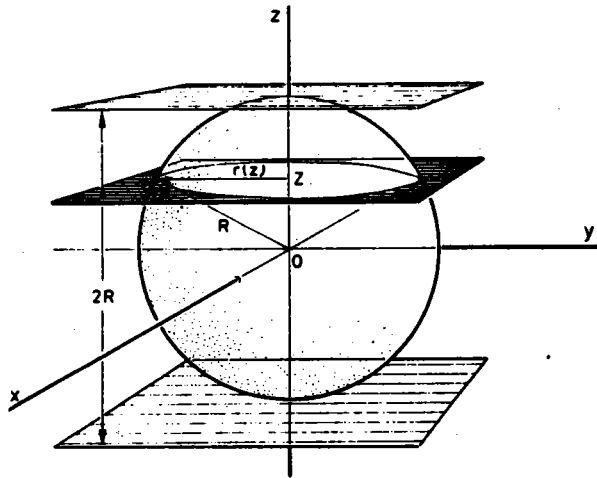
Si l'on examine une sphère  $S$  de rayon  $R$  interceptée plusieurs fois par un plan  $P$  (Fig. III-8) on note que le rayon sectionné  $r$  dépend de la position du plan  $P$  d'ordonnée  $Z$ , où



$$r(Z) = R^2 - Z^2$$

III-(6)

$r(Z)$  = rayon du disque intercepté au point d'ordonnée  $Z$ .

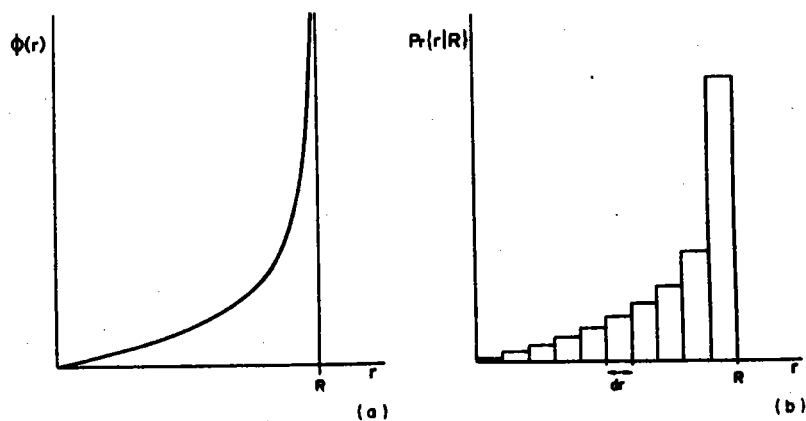


**Figure III-8** : Sphère sectionnée (de rayon  $R$ ). Le plan de rayon  $r(Z)$  dépend de la distance  $Z$  de la section au centre de la sphère.

La distribution des disques est caractérisée par la probabilité d'obtenir une section de rayon  $r_i$  compris entre  $r - dr$  et  $r$ .

$$r > r_i > r - dr$$

III-(7)



**Figure III-9** : Densité de probabilité a) et distribution discrète b) correspondante

ELIAS et PAULI en 1966[5] montrent que la densité de probabilité de sectionner une sphère (Fig. III-9) de rayon R par une section de rayon r est :

$$\phi \left( \frac{r}{R} \right) \cdot dr = \frac{r}{R \sqrt{R^2 - r^2}} \cdot dr \quad \text{III-(8)}$$

en intégrant l'éq. III-(8) entre  $\frac{R}{2}$  et R on trouve que 86,6 % des rayons des disques de la sphère ont un rayon  $r_i$  supérieur à la moitié du rayon maximum  $r_M/2$ .

Cette indication nous conduit au calcul du rayon moyen des sections d'une population aléatoire de sphères de taille R.

H. ELIAS et PAULI donnent une expression du rayon moyen sectionné en fonction de la densité de probabilité (Fig. III-9a), ce rayon moyen s'exprime par

$$r_m = \int_0^R \phi(r) \cdot r \cdot dr \quad \text{III-(9)}$$

c'est-à-dire :

$$= \int_0^R \frac{r^2}{R \sqrt{R^2 - r^2}} dr \quad \text{III-(10)}$$

Après intégration III-(8) devient :

$$r_m = \frac{1}{4} \cdot \pi \cdot R \quad \text{III-(11)}$$

$r_m$  = rayon moyen

R = rayon de la sphère

Cette analyse montre que tous les rayons des sections mesurées interviennent dans la construction de l'histogramme. En conclusion, pour le cas de particules convexes, le calcul de la densité volumique  $N_v$  peut être envisagé de manière simple, grâce aux relations précitées (Tableau III-1).

| Densité surfacique                                                                           |                                                                                                             |
|----------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
|            |                                                                                                             |
| Diamètre tangent moyen<br>(Hypothèse de sphères)<br>$\bar{H} = 2R = \frac{8}{\pi} \cdot r_m$ | Particules de révolution<br>convexes<br>$\bar{H} = (\theta, \phi) = f(\beta)$<br>$\beta$ : facteur de forme |
| Relations de DE HOFF et<br>RHINES<br>$N_v(r_m) = N_A \cdot \frac{\pi}{8} \cdot (r_m)^{-1}$   | Relation de WEIBEL et<br>GOMEZ<br>$N_v = \frac{1}{\beta} \cdot \frac{N_A^{3/2}}{V_v^{1/2}}$                 |

**Tableau III-1** : Méthode de calcul de la densité volumique  $N_v$  dans le cas de particules convexes.

### c) Méthode de SALTYKOV : (cas des sphères)

La reconstruction de l'histogramme de la densité volumique  $N_v = f(\phi)$  est envisageable et fait appel à la méthode de SALTYKOV [5] , [8] . Cette méthode permet d'établir un tableau de coefficients  $K(j)$  (Fig. III-10) qui représentent la probabilité surfacique pour qu'une sphère de taille  $d(i)$  forme des cercles de taille  $d(i-j)$ .

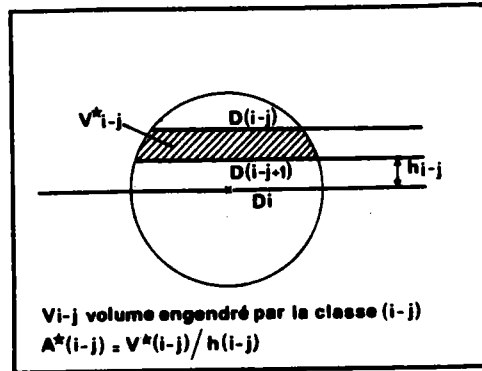


Figure III-10 : Principe de la méthode de SALTYKOV

Les méthodes stéréologiques de base (DELESSE, DE HOFF, WEIBEL et GOMEZ) permettent de calculer les densités et les fractions volumiques, respectivement  $N_v$  et  $V_v$  à partir d'une analyse de sections polies.

La méthode de SALTYKOV permet une reconstruction de l'histogramme en nombre d'une population de sphères à partir de la distribution mesurée sur une section polie dans  $R^2$ .

### III-1-3-2 - Analyse de surfaces non planes

Les paramètres stéréologiques permettant de caractériser une section polie ne permettent pas, à eux seuls, de caractériser également la morphologie d'une surface de rupture.

Les différents faciès rencontrés sur une surface de rupture peuvent se résumer ainsi :

- rupture transgranulaire
- décohésion intergranulaire

- stries de fatigue

- rivières

Ces principaux types de rupture peuvent être caractérisés quantitativement grâce à des paramètres mesurés sur l'image projetée.

i) Morphologie de la rupture

a) profil de rupture

Un paramètre important caractérisant la surface de rupture de manière satisfaisante est la rugosité surfacique, notée  $R_A$ . Pratiquement, cette grandeur est difficilement mesurable, car elle nécessite l'exploration de la surface point par point.

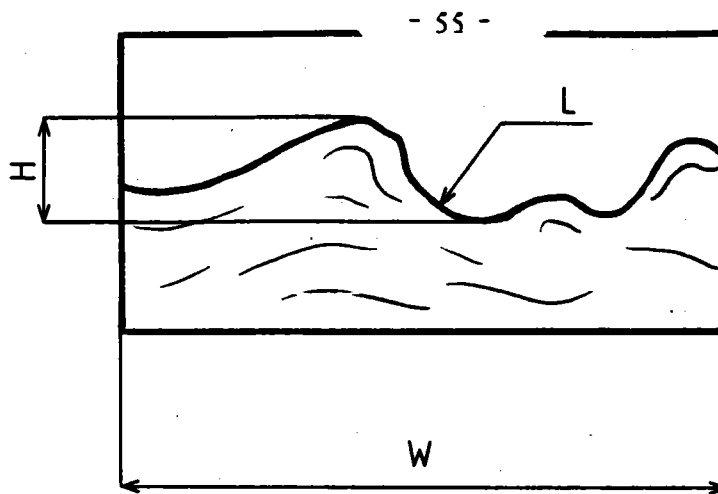
En 1978, S.M. El SOUDANI [4] montre que pour des profils de ruptures définies (plate, aléatoire, en escalier ou zigzagant) (Fig. III-12), il est possible de donner des relations entre la rugosité surfacique  $R_A$  et la rugosité linéaire  $R_L$  (Fig. III-13). On remarque donc que cette relation est bijective, S.M. El SOUDANI en déduit donc le théorème suivant :

*"Deux surfaces ayant même rugosité linéaire ont même rugosité surfacique".*

D'après M. COSTER et J.L. CHERMANT [8] la rugosité surfacique ( $R_A$ ) peut être calculée à l'aide de  $R_L$  quant ( $R_L < \pi/2$ ) dans ce cas :

$$R_A = \frac{R_L + \frac{\pi}{2} - 2}{\frac{\pi}{2} - 1} \quad \text{III-(14)}$$

La figure III-11 montre un profil de rupture et ses différentes projections.



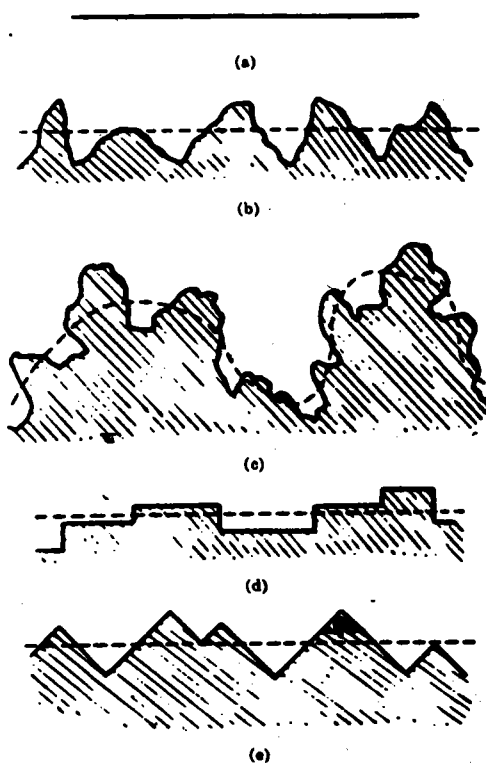
**Figure III-11 : Profil de rupture et ses différentes projections.**

$$B_L = H/W$$

III-(15)

$$R_L = L/W$$

III-(16)



a) profil de rupture idéalement plate

b, c) profils de rupture de courbure aléatoire

d, e) profils de rupture en escalier et zigzagant

**Figure III-12: Différents profils de rupture idéalisés (d'après [ 6 ] )**

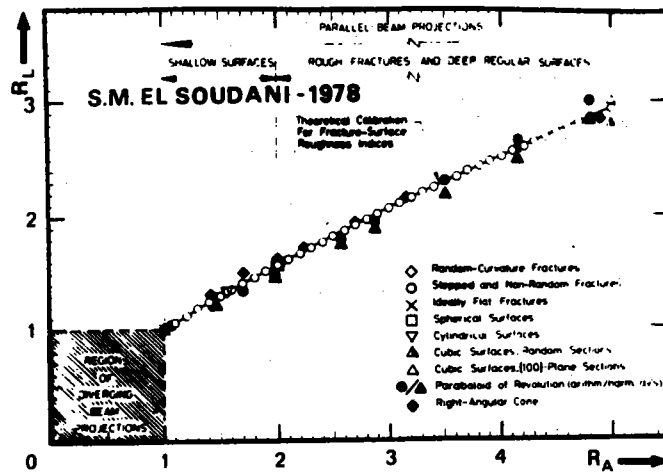


Figure III-13 : Relation reliant la rugosité surfacique  $R_A$  et la rugosité linéaire  $R_L$ , (d'après [ 7 ] ).

Cependant, certains profils théoriques de formes différentes ont même rugosité linéaire  $R_L$  (Fig. III-14)

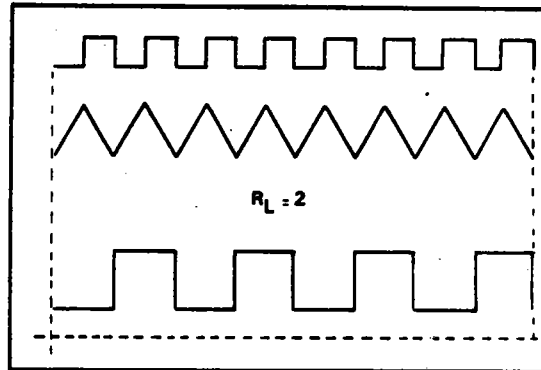


Figure III-14 : Profils théoriques de rupture ayant même rugosité linéaire (d'après [ 7 ] ).

Pour séparer ces formes différentes, on introduit un second paramètre appelé indice de branchement noté  $B_L$ .

#### b) surface de rupture

Le modèle de surface de rupture le plus utilisé est celui dont le profil est représenté (Fig. III-11b). Ce type de surface de rupture appelée "surface de courbure aléatoire" (Fig. III-15) revêt une grande importance dans la caractérisation de différents modes de rupture.

L'utilisation de ce modèle théorique impose toutefois quelques hypothèses importantes quant à la morphologie de la surface de rupture.

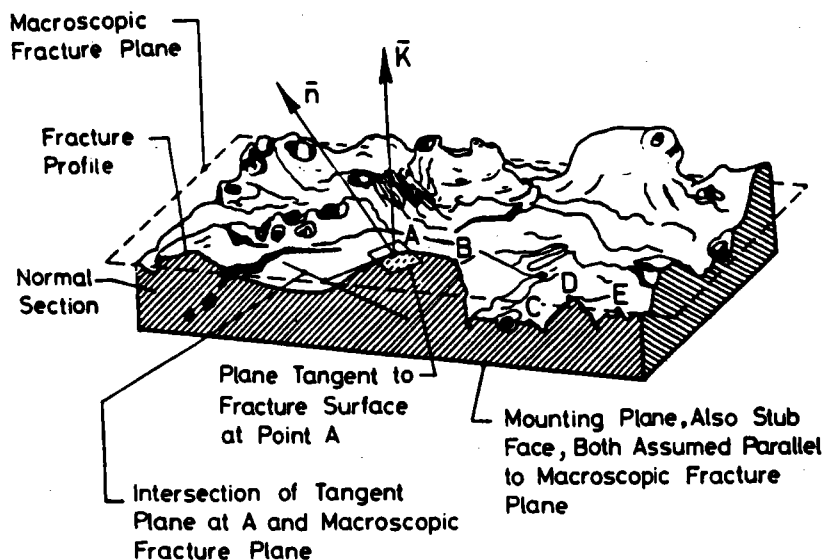
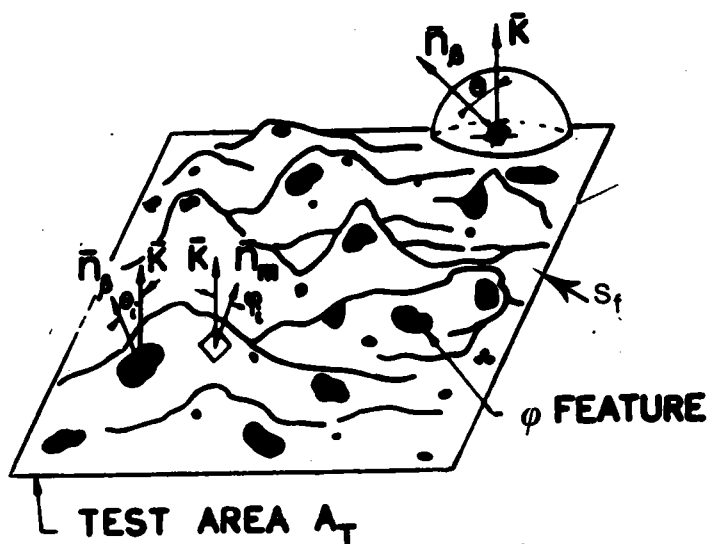
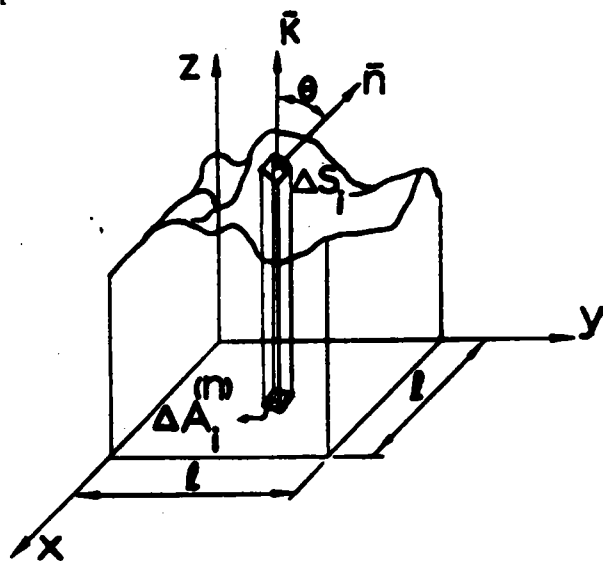


Figure III-15 = Schéma d'une surface de rupture avec une courbure au hasard (d'après [ 7 ]).

- Il n'y a pas de zones de recouvrement (Fig. III-14)
- Les particules  $\varphi$  ont une distribution aléatoire sur la surface observée
- Toutes les orientations des éléments de surface  $\Delta S$  dans une hémisphère (angle solide  $\Theta = 2\pi$ ) sont équiprobables.



**Figure III-16 : Projection normale  
d'une surface de rupture S (d'après  
[ 7 ] )**



**Figure III-17 : Projection normale d'un élément de surface  $\Delta S$  (d'après [ 7 ] )**



La projection normale d'un élément de surface  $\Delta A^{(n)}$  sur chaque élément de surface  $S^{(f)}$  à l'aide d'un vecteur normal  $\bar{n}$  est :

$$\begin{aligned}\Delta A^{(n)} &= \Delta S (\bar{n} \cdot \bar{K}) \\ &= \Delta S \cdot \cos(\bar{n}, \bar{K})\end{aligned}\quad \text{III-(17)}$$

A partir de ces hypothèses simplificatrices, S.M. El SOUDANI donne une expression générale reliant la surface projetée  $A^{(n)}$  et la surface de rupture réelle  $S_f$  :

$$S_F = R_A \cdot A^{(n)} \quad \text{III-(18)}$$

où  $R_A$  est la rugosité surfacique.

$$R_A \left\{ \begin{array}{l} = 1 \text{ idéalement plate} \\ = 2 \text{ courbure aléatoire} \\ > 1 \\ < 2 \text{ en escalier ou zigzagant (peu profond)} \\ > 2 \text{ en escalier ou zigzagant (accidenté)} \end{array} \right.$$

(d'après S.M. El SOUDANI [6])

## ii) Densité numérique.

Les effets de la rugosité sur les paramètres stéréologiques peuvent maintenant être pris en compte.

On définit la densité numérique réelle  $N_s$  comme étant :

$$N_s = \frac{N}{S_f} \quad \text{III-(19)}$$

$N$  = nombre de particules

$S_f$  = surface de rupture réelle

et éq. III-18 ---  $S_f = R_A \cdot A^{(n)}$

donc 
$$N_S = \frac{N}{R_A \cdot A^{(n)}} = \frac{N_A^{(n)}}{R_A} \quad \text{III-(20)}$$

$N_A^{(n)}$  = densité numérique mesurée.

Avec l'aide de la théorie de El S.M. SOUDANI les grandeurs de l'équation III-(20) sont mesurables.

En calculant  $N_S$ , on peut ainsi "caractériser" la surface de rupture non plane  $S_f$  à l'aide d'une surface plane équivalente  $A$ . Dans le cas d'une surface de rupture de courbure aléatoire, sans recouvrement, les équations stéréologiques s'écrivent :

$$N_S = \frac{N_A^{(n)}}{R_A} ; R_A = 2 \quad \text{III-(21)}$$

et

$$(A_A)\varphi = (V_V)\varphi = (S_S)\varphi \quad \text{III-(22)}$$

$\varphi$  : partie mesurée sur la surface de rupture.

où  $(A_A)\varphi$  = fraction surfacique de particules  $\varphi$  sur la surface de rupture projetée

$(V_V)\varphi$  = fraction volumique de particules  $\varphi$

$(S_S)\varphi$  = fraction surfacique de particules  $\varphi$  sur la surface de rupture réelle

### III-2 - Analyse quantitative d'images

#### III-2-1 - Historique

L'essor de l'analyse d'images date de 1920 quand, pour la première fois au monde des images digitalisées furent transmises par câble sous-marin entre Londres et New-York. Ce système appelé "Bartlane" réduit alors le temps de transmission qui était à l'époque d'un peu plus d'une semaine à 2 ou 3 heures seulement. Les images furent codées et reconstruites à la réception grâce à une imprimante spéciale (Fig. III-18).



Figure III-18 : Image digitale réalisée en 1921 à l'aide d'une imprimante télégraphique, (d'après [ 11 ] ).

A l'origine, le système Bartlane possède 5 niveaux de gris. Ses capacités furent portées à 15 niveaux de gris en 1929 (Fig. III-19).

L'apparition des concepts d'analyse d'images remonte aux années 1960, lorsqu'une nouvelle génération d'ordinateurs offrit les capacités mémoires et des vitesses de transmission suffisantes requises pour effectuer les algorithmes de traitement d'images. A compter de ce jour d'importants travaux furent entrepris au "Jet Propulsion Laboratory" (Pasadena California, 1964), en particulier quand la sonde Ranger 7 transmet les premières images lunaires. Parallèlement, en France, sous l'impulsion de G. MATHERON et J. SERRA, se développait l'architecture de la morphologie mathématique.



Figure III-19 : Image originale représentant le Général Pershing et le Général Foch. Elle fut transmise de Londres à New-York et possédait alors 15 niveaux de gris (d'après [ 11 ] ).

G. MATHERON examine les relations entre la géométrie des milieux poreux et leur perméabilité. C'est à l'issue de ces travaux que se dégageront les principes de base de la Morphologie Mathématique. Jean SERRA, quant à lui, étudie les liens entre les propriétés d'une mouture de minerai de fer et sa géométrie. Il publiera quelques années plus tard (en 1969) une introduction à la morphologie mathématique. A cette période fut créée l'Ecole des Mines à Fontainebleau, où par la suite, plusieurs chercheurs vinrent se joindre à l'équipe initiale pour former vers 1970 l'Ecole de Fontainebleau. En 1975, G. MATHERON [ 12 ] y synthétise ses travaux dans un livre où apparaît ce qui a trait à la topologie mathématique et à l'étude des granulométries.

C'est en 1982 que Jean SERRA publie un ouvrage [ 14 ] sur l'analyse d'images et la morphologie mathématique. Parallèlement, c'est grâce au couplage ordinateurs-analyseurs automatiques que l'analyse d'images a connu un tel essor.

Aujourd'hui, outre les applications du domaine spatial (Traitement d'images satellites), les techniques d'analyse d'images sont employées dans de nombreux domaines afin d'assister l'Homme dans son interprétation de l'image. En Médecine, par exemple, on transforme les images en niveaux de gris en images en pseudo-couleurs, ce qui permet une interprétation plus aisée des clichés X ou d'autres images biomédicales.

Des techniques similaires sont utilisées par les géographes dans l'étude des modèles de pollution marine à partir d'images satellites ou aériennes. Enfin l'analyse d'images devient la technique indispensable au mécanicien, car elle est souvent nécessaire pour l'établissement de relations structures-propriétés mécaniques.

Actuellement les applications de l'analyse d'image et de la morphologie mathématique sont très nombreuses et intéressent bon nombre de milieux scientifiques [ 15 ] tels que : l'ingénierie, sciences de l'information, statistique, physique, chimie, biologie et médecine (Fig. III-20).

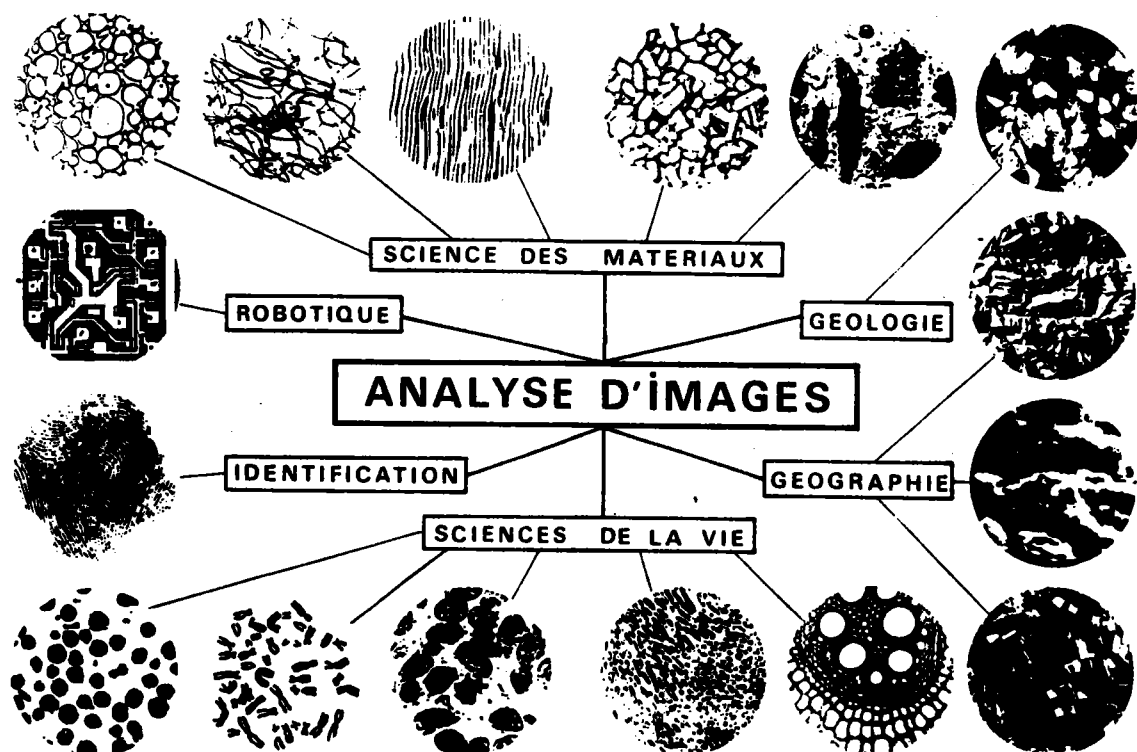


Figure III-20 : Quelques applications de l'analyse d'image.

### III-2-2 - Introduction

L'image est utilisée comme source d'informations depuis les temps les plus reculés. Pour de nombreuses activités scientifiques et médicales, on a besoin de quantifier les informations contenues dans les images pour mettre en évidence des phénomènes ou encore étudier la morphologie de certaines microstructures. Pendant longtemps à cause de la complexité des images, l'homme ne se servit que d'instruments de mesures géométriques. Aujourd'hui, on conçoit des systèmes de traitements automatiques d'images qui permettent l'accomplissement d'un certain nombre de mesures.

### III-2-3 - Représentation d'une image numérique

Une image numérique peut être représentée par un champ continu représentant la luminance  $f(x, y)$  en fonction de la position d'un point  $x$ . Les éléments du plan image sont appelés pixels (picture element).

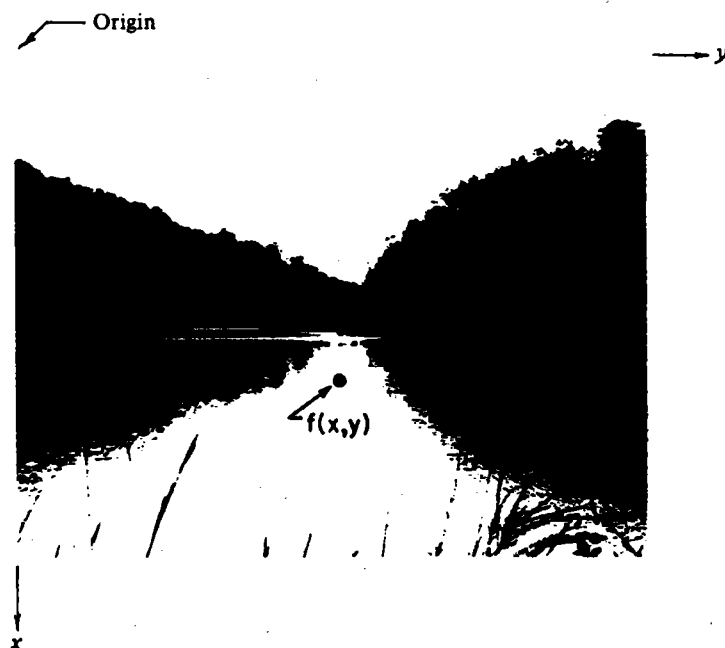


Figure III-21 : Convention de repère d'axes pour la représentation d'une image digitale (d'après [ 11 ]).

L'analyse d'images en niveaux de gris est effectuée grâce à des méthodes automatiques ; elle nécessite la mémorisation de l'image dans une mémoire d'ordinateur.

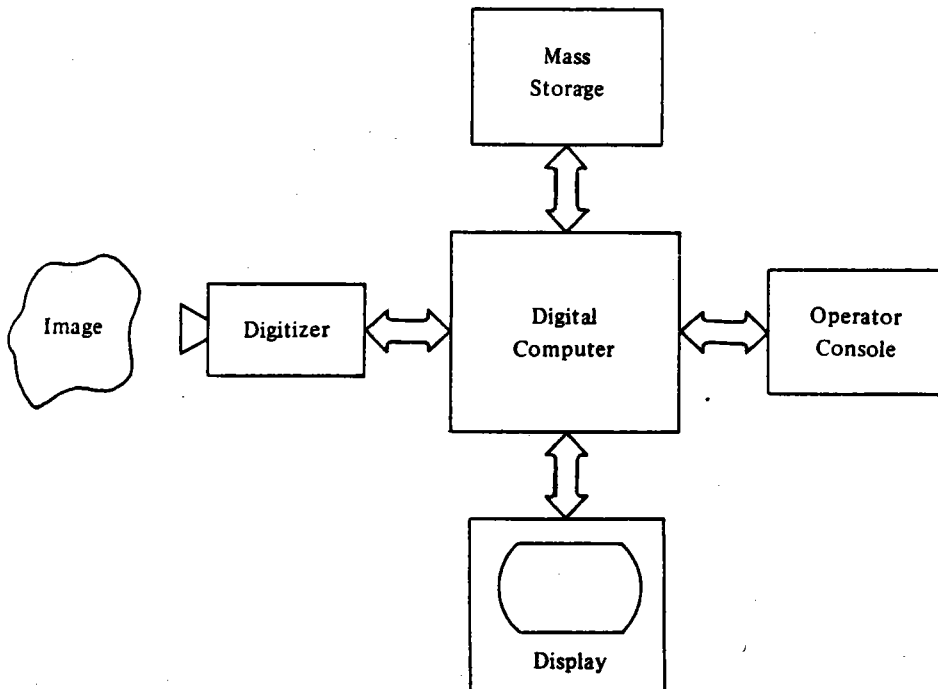


Figure III-22 : Eléments d'un système d'analyse d'images

Une image numérique est une matrice dont les éléments sont quantifiés de la manière suivante :

$$F_{ij} = \begin{bmatrix} F(0,0) & F(0,1) & F(0,j-1) \\ F(1,0) & & \vdots \\ \vdots & & \vdots \\ F(i-1,0) & \text{-----} & F(i-1, j-1) \end{bmatrix}$$

Figure III-23 : Représentation matricielle d'une image numérique

ixj : taille de la grille d'échantillonnage (résolution)

Avec  $F_{ij} \in \{0, 1, \dots\}$

Une image ainsi digitalisée (Fig. III-23) suivant une trame 512 x 512 avec 8 bits alloués à chaque point ( $2^8$  niveaux) occupera au minimum 256 KO par image.

#### III-2-4 - Transformation d'images numériques

Dans de nombreuses applications, quel que soit le but de l'étude, l'image contient souvent trop d'informations pour être analysée correctement. Afin de mettre en évidence seulement les informations nécessaires à l'analyse, on procède donc à un premier traitement ou simplification de l'image primaire. En effet, une image brute permet rarement une extraction directe des objets que l'on désire analyser, à ceci plusieurs raisons :

- soit un bruit trop important,
- soit un contraste insuffisant,
- soit un mauvais éclairage ou non uniforme.

Pour l'amélioration de l'image on dispose de deux approches principales, l'élimination du bruit et l'amélioration du contraste.

##### III-2-4-1 : Transformations ponctuelles

##### i) Fonctions de transformation des niveaux de gris

Le contraste d'une image est caractérisé par la distribution ou histogramme de ses niveaux de gris. L'amélioration du contraste la plus intéressante consiste à modifier l'histogramme des niveaux de gris.





**Figure III-24 :** Effet de la réduction du nombre de niveaux de gris. L'image initiale 512 x 512 est représentée en 256, 128, 64, 32, 16, 8, 4 et 2 niveaux (image bivaluée) respectivement. D'après [ 11 ] .

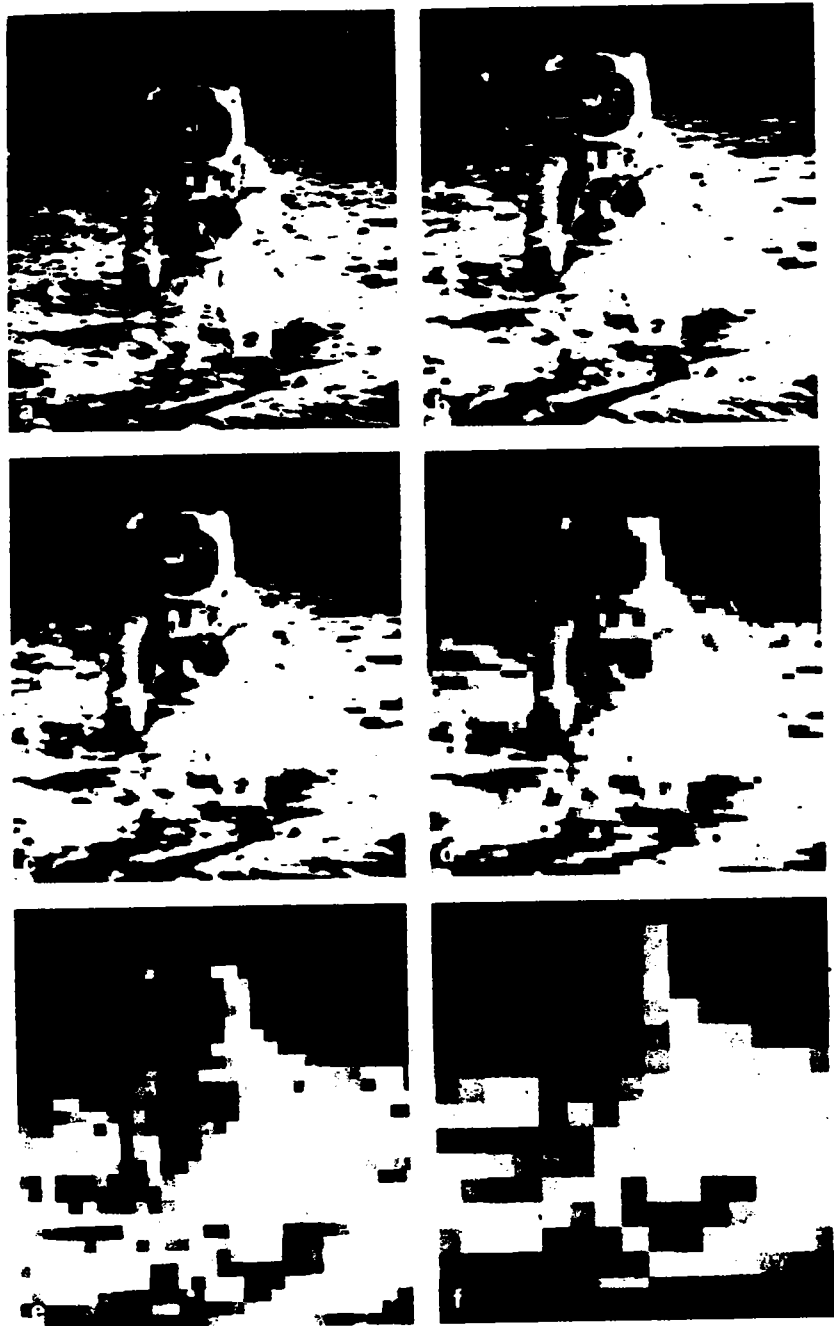


Figure III-25 : Effet de la diminution de la résolution (d'après [ 11 ] ).

Désignons par  $i$  les niveaux de gris des pixels dans l'image à restaurer.  
La transformation  $T$  : telle que :

$$t = T(i) \quad \text{III-(23)}$$

produira un niveau de gris  $t$  pour chaque valeur du pixel de l'image initiale.

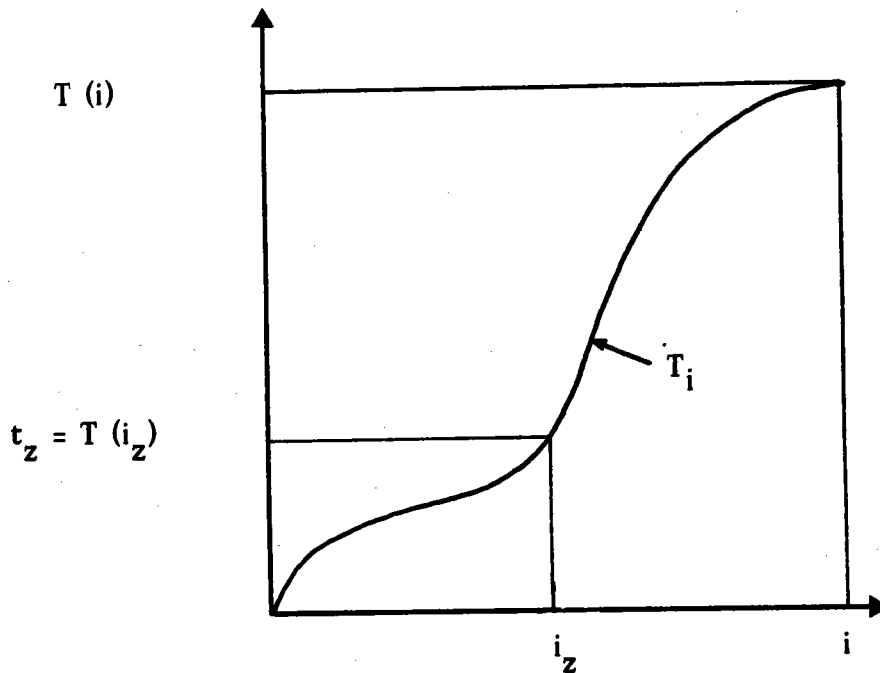


Figure III-26 : Fonction de transformation des niveaux de gris pour l'augmentation du contraste.

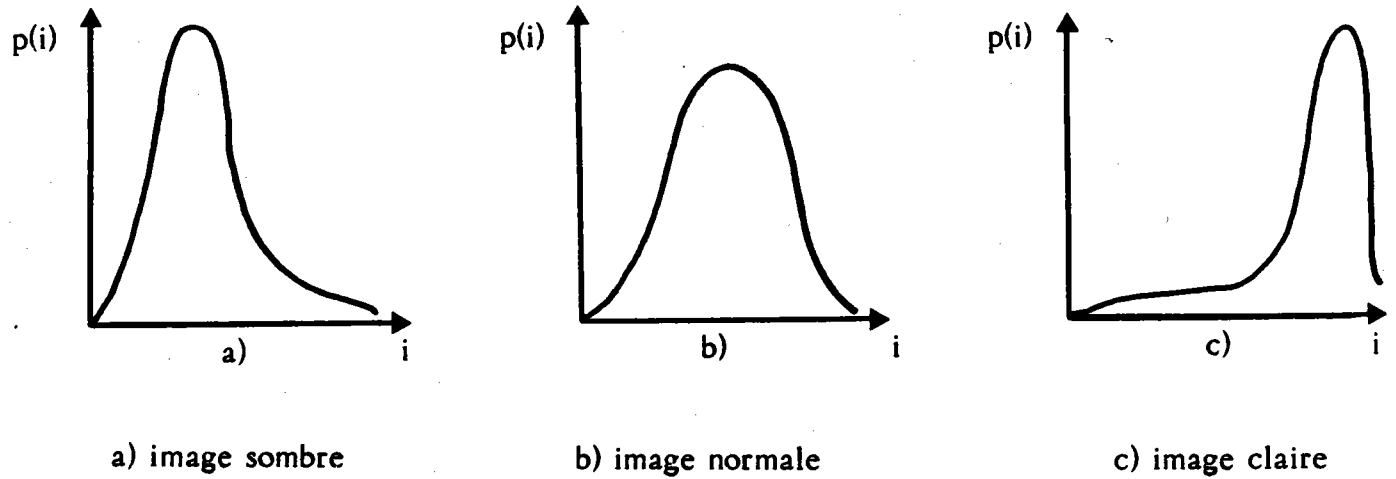
D'autre part, les niveaux de gris des images  $i$ , et  $t$  peuvent être caractérisés par leurs fonctions de densité de probabilité.

$$p_i(i) \Big|_0^I \text{ et } p_t(t) \Big|_0^I \text{ respectivement.}$$

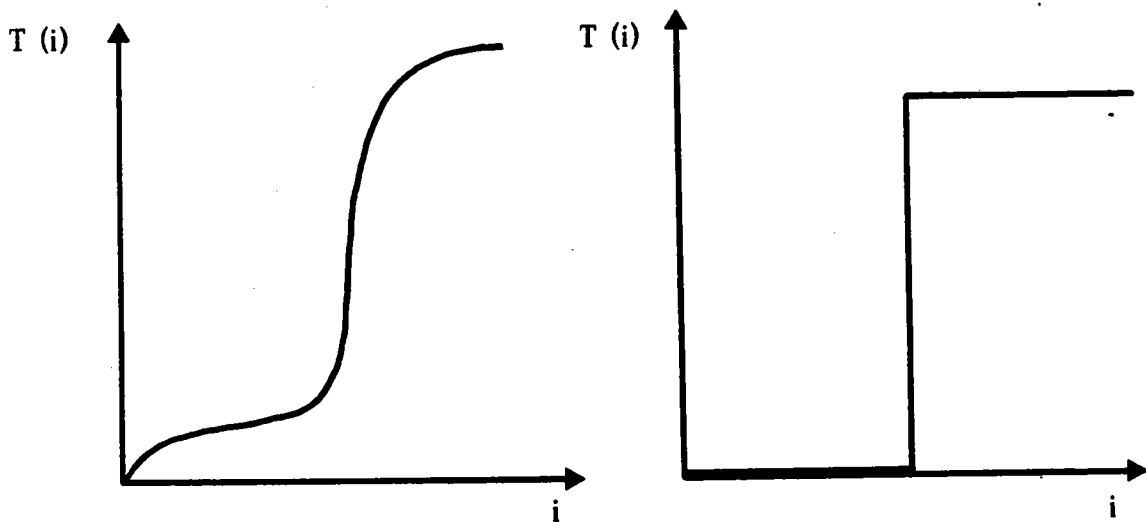
Si  $p_i(i)$  et  $T(i)$  sont connus, la fonction de densité de probabilité de l'image transformée est donnée par la relation :

$$p_t(t) = \left[ p_i(i) \cdot \frac{di}{dt} \right] \quad \text{III-(24)}$$

Ces techniques sont basées sur la modification de l'image en contrôlant la fonction de densité de ses niveaux de gris via une transformation :  $T(i)$ .



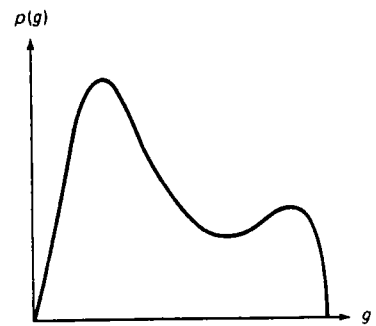
**Figure III-27** : Histogrammes caractéristiques d'images peu contrastées a, c) et normale b)



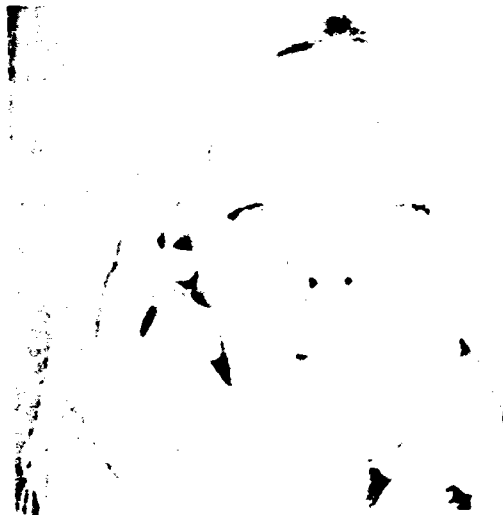
**Figure III-28** : Transformations d'histogrammes en niveaux de gris permettant d'augmenter le contraste.



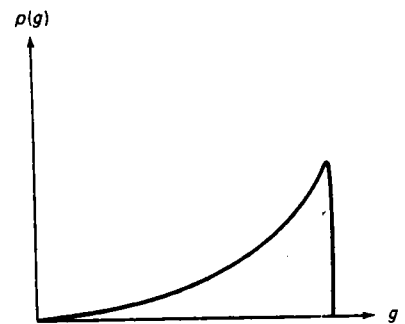
(a) Well-distributed image



(b) Histogram of (a)



(c) Saturated image



(d) Histogram of (c)

**Figure III-29 : Exemples d'images numériques et de leur histogramme caractéristique en niveaux de gris (d'après [ 11 ]).**

## ii) anamorphose

On utilise généralement ce type de transformation pour éviter une perte d'information dans les valeurs extrêmes des niveaux de gris, quand l'échelle des

niveaux de gris analogiques est plus grande que celle des niveaux de gris numériques. L'anamorphose consiste donc à transformer l'image numérique initiale, soit par compression, soit par extension, afin d'en comprimer ou bien d'en étendre les niveaux de gris dans un intervalle donné.

Elle se présente sous la forme suivante :

$$g(X) = \alpha \cdot f(X) \quad \text{III-(25)}$$

$f(X)$  = image initiale

On peut citer parmi les fonctions de transformation les plus utilisées, les suivantes :

$$g(X) = \text{Log. } f(X) \quad \text{III-(26a)}$$

$$g(X) = [f(X)]^{\frac{1}{2}} \quad \text{III-(26b)}$$

$$g(X) = [f(X)]^2 \quad \text{III-(26c)}$$

La figure III-30 donne l'exemple d'une transformation linéaire ; cette anamorphose entraîne une augmentation générale du contraste de l'image.

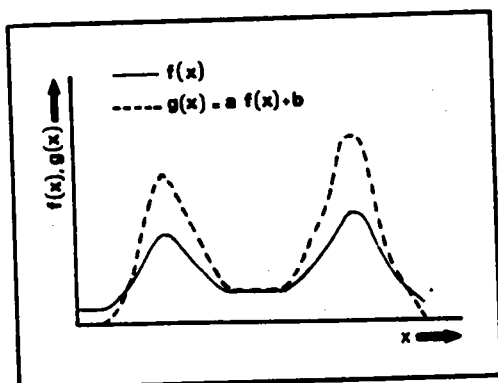


Figure III-30 : Anamorphose linéaire sur une image linéaire  $f(x)$ . Toute anamorphose modifie le contraste (ici on a une augmentation générale)

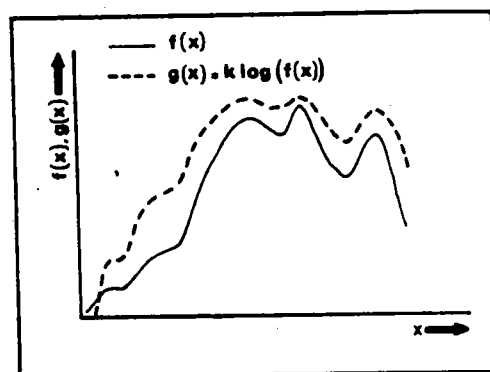


Figure III-31 : Anamorphose logarithmique sur une image linéaire  $f(x)$  avec une augmentation du contraste pour les valeurs de niveaux de gris et une diminution du contraste pour les fortes valeurs de niveaux de gris.

Les anamorphoses sont généralement exécutées dynamiquement grâce à des (LUT) Look Up Table ; mémoires rapides de 256 mots. Le pixel étant codé sur 256 niveaux, la LUT associe à chaque niveau une intensité de gris (0 , noir ; 255 , blanc).

En effet, grâce à la LUT, on peut aisément éviter de recalculer chaque point.

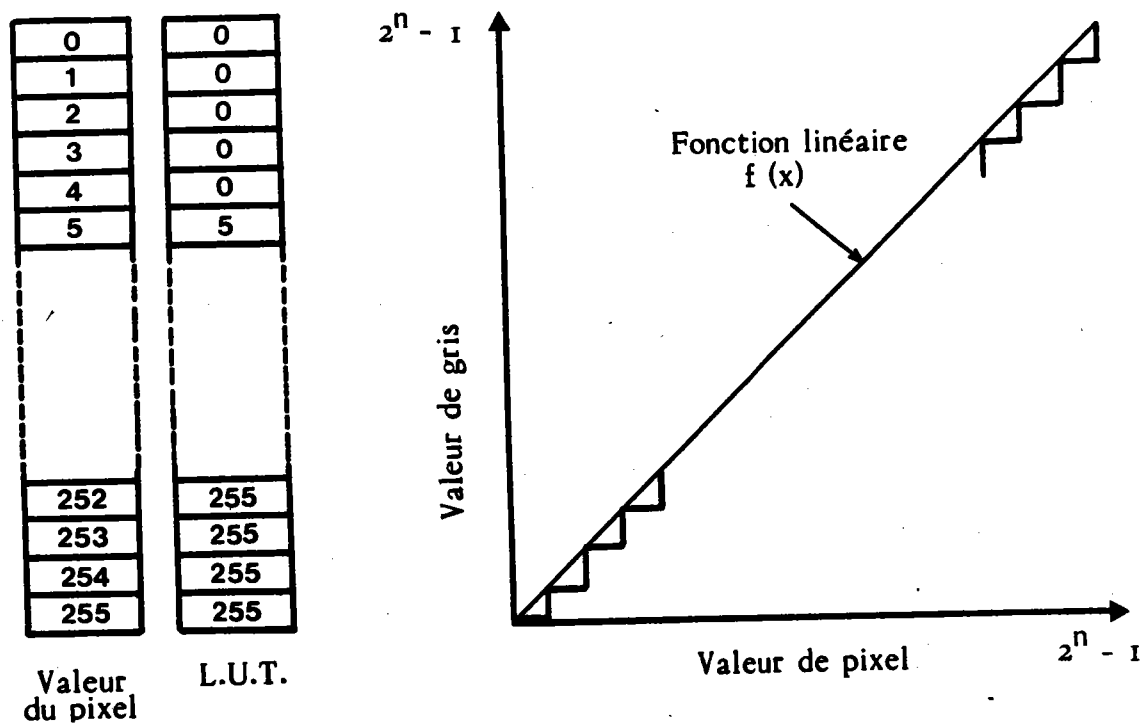


Figure III-32 : La Look Up Table étant chargée avec des valeurs de gris croissant de 5 en 5, la fonction linéaire continue  $f(x)$  devient discontinue sans modification des pixels. L'image n'en sera pas significativement changée : il y aura seulement 5 fois moins de niveaux de gris.

### iii) Image en pseudo-couleurs

La méthode des images en pseudo-couleur est une excellente méthode de discrimination de l'information (notre oeil sait distinguer quelques milliers de teintes).

Il s'agit alors d'établir une représentation adaptée aux concepts de l'utilisateur.

L'image couleur obtenue est la superposition de 3 images monochromes ROUGE, VERTE, BLEUE. A chacune de ces images correspond une fonction de transformation de luminance indépendante.

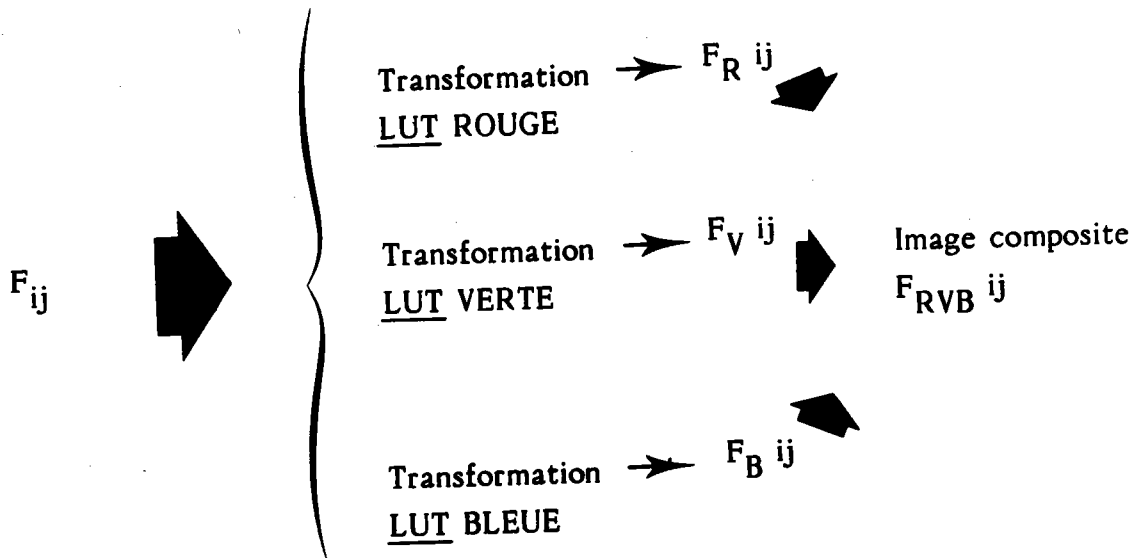


Figure III-33 : Diagramme du traitement d'image en couleurs

La transformation en pseudo-couleurs consiste en la représentation d'une image noir et blanc, en un dégradé de couleurs (ex. Bleu, Vert et Rouge).



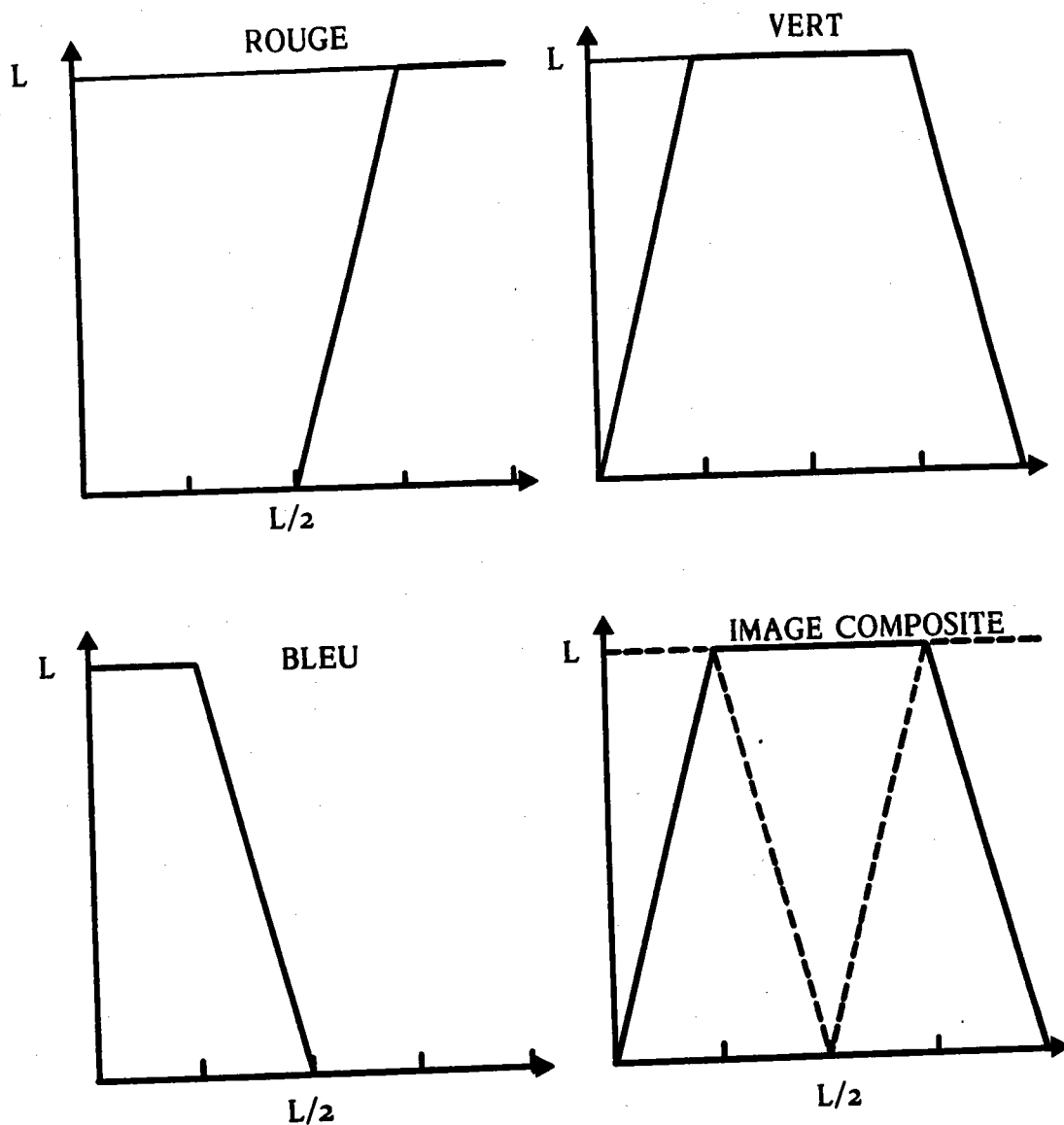


Figure III-34 : Exemple de transformations en pseudo-couleurs.

L'image couleur obtenue est la superposition de trois images monochromes. A chacune de ces transformations correspond une fonction de transformation de luminance indépendante. On obtient ainsi une image composite  $F_{RVB}^{ij}$  dont la couleur est modulée par les fonctions de transformations choisies.

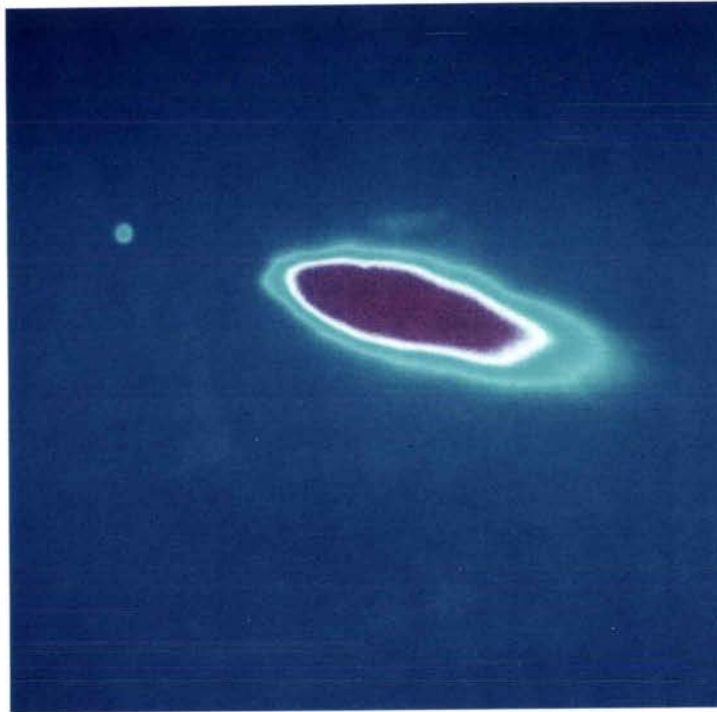


Figure III-35 : Exemple d'amélioration d'image par la méthode des pseudo-couleurs. Cette technique est utilisée à la S.N.P.E. pour caractériser la post-combustion de propulseurs solides. Les fonctions de transformations utilisées permettent de représenter une image monochrome en un dégradé allant du rouge au bleu en passant par le vert.

#### III-2-4-2 - Transformations locales

La plupart des méthodes classiques utilisées reposent sur le traitement du signal : la convolution dans le domaine spatial, ou l'équivalent (produit) dans le domaine fréquentiel après passage à la transformée de FOURIER. Ces méthodes ont l'avantage d'être linéaires, c'est-à-dire d'être facilement programmables et **réversibles**, par contre elles traitent identiquement tout point de l'image.

En général, les filtres morphologiques ne présentent aucune propriété de linéarité ; par contre, ils devront être idempotents : ce qui se traduit par :

$$T^2 . f (X) = T . f (X) \quad \text{III-(27)}$$

$f (X)$  : image initiale

$T$  : Transformation

Les différences existant entre les différentes propriétés des filtres morphologiques et des filtres linéaires traduisent deux conceptions différentes.

La linéarité permet la déconvolution; ainsi à partir d'une image floue ( [15] , p. 89-93), on peut remonter à l'image nette car on ne perd pas d'informations dans les convolutions qui ont conduit à l'image initiale floue.

Avec les filtres morphologiques, le filtrage n'est plus convolutif jusqu'au stade final. La solution recherchée (image finale) s'accompagne d'une perte d'information, qu'il sera nécessaire d'analyser et de prévoir.

#### i) Filtrage linéaire par convolution

Le filtrage linéaire consiste à remplacer la valeur de chaque pixel par une combinaison linéaire des luminances, des pixels appartenant à un voisinage de taille  $MXM$ .

$$G (X) = \sum_{-\frac{M-1}{2}}^{+\frac{M-1}{2}} \cdot \sum_{-\frac{M-1}{2}}^{+\frac{M-1}{2}} h_{ij} . f (x + i , y + j) \quad \text{III-(28)}$$

Ainsi suivant les valeurs des coefficients  $h_{ij}$ , il est possible de réaliser un filtre passe-bas ou un filtre passe-haut.

a) filtre passe-bas ou filtre d'adoucissement

Outre le filtrage du bruit, ce dernier adoucit considérablement les contours de l'image, il enlève les composantes spectrales de fréquences élevées (bruit de fond). Le filtre III-36a est le filtre le plus simple, cependant il est peu utilisé car le point central et ses voisins sont pris avec le même poids. On préfère utiliser le filtre III-(36b) qui attribue au point central, des valeurs approximativement inversement proportionnelles à leur distance de ce même point. S'il élimine le bruit de fond, le filtrage passe-bas rend plus délicat l'extraction des lignes à cause de l'adoucissement de l'image.

$$[h_{ij}] = \begin{matrix} \begin{bmatrix} 1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & 1 \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} 1 & 2 & 1 \\ 2 & 4 & 2 \\ 1 & 2 & 1 \end{bmatrix} \\ (a) & (b) \end{matrix}$$

Figure III-36 : Exemples de filtres passe-bas



Figure III-37a : Image initiale.



Figure III-37b : Lissage avec les coeff. 1 2 1  
2 4 2  
1 2 1

On obtient une image à l'aspect moins heurté, mais moins fine. On remarque en particulier la formation de plages pratiquement uniformes, et surtout la fonte de la Joconde dans le paysage.



Figure III-37c : En utilisant des coefficients

- 1 -1 -1  
- 1 9 -1  
- 1 -1 -1 on note une nette amélioration des contours au prix d'un plus grand bruit sur les zones auparavant homogènes.



Figure III-37d : En utilisant un filtre linéaire dans l'intervalle où les pixels sont plus nombreux, la Joconde présente un aspect plus doux ; les cheveux se distinguent mieux.

b) filtre passe-haut

Le filtre passe-haut permet non seulement un rehaussement des détails de l'image, mais également une mise en évidence des contours entre les plages de différents niveaux de gris.

| Filtre laplacien                                                                     | Filtre gradient                                                                 |
|--------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------|
| $h_{ij} = \begin{bmatrix} -1 & -1 & -1 \\ -1 & 9 & -1 \\ -1 & -1 & -1 \end{bmatrix}$ | $h_{ij} = \begin{bmatrix} 1 & 1 & 1 \\ 0 & 0 & 0 \\ -1 & -1 & -1 \end{bmatrix}$ |

Figure III-38 : Exemples de filtres passe-haut.

Sur des images très bruitées on effectue parfois au préalable un filtrage passe-bas (sensibilité du filtre au bruit).

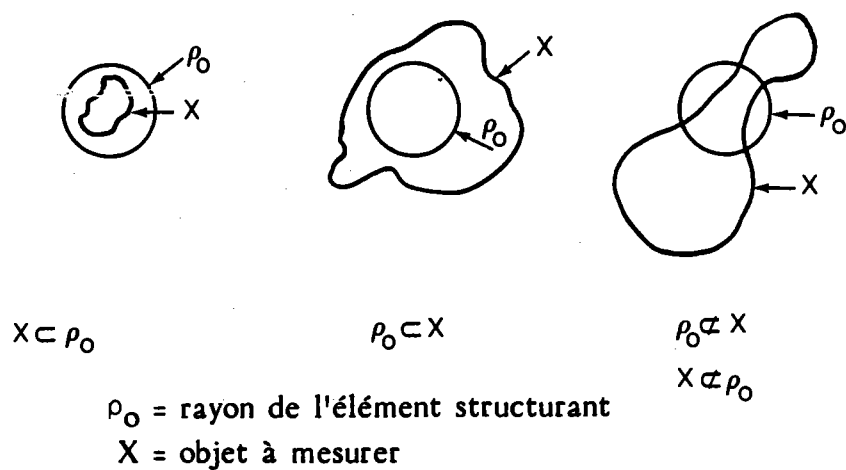
ii) Filtrage morphologique

a) Notions d'élément structurant

L'idée de base de la morphologie mathématique est de comparer les objets ou particules que l'on veut analyser, à un autre objet, à une autre particule de forme connue appelé élément structurant.

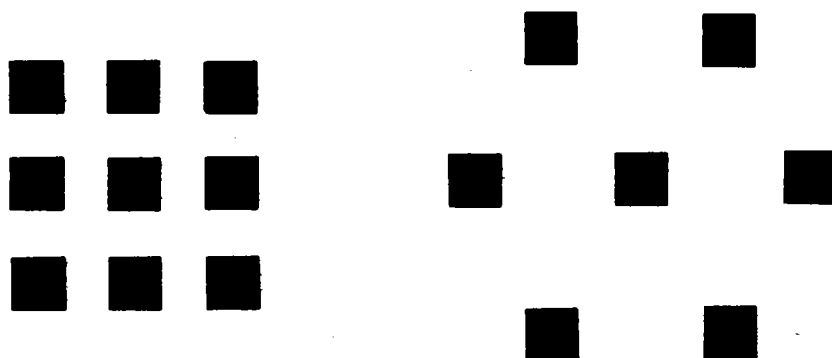
Pour étudier ces formes sur ces images bivaluées, on utilise des éléments structurants simples, par exemple : des disques pleins. Pour les définir, il suffit de connaître le centre et la longueur du rayon  $e$  :  $O(m, \rho_0)$ .

Si l'on choisit un disque de rayon  $r$  fixe mais de centre  $m$  variable, cet élément structurant peut nous aider à résoudre certains problèmes de reconnaissance des formes.



**Figure III-39 : Reconnaissance de 3 types de particules**

Cet exemple est très simpliste, une analyse plus puissante consiste à faire également varier le rayon.



**Figure III-40 : Approximation d'un disque de rayon unité en trame carrée et hexagonale.**

Autres exemples d'éléments structurants : segment, bipoint.

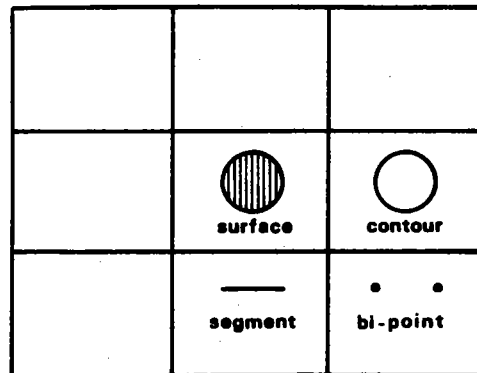
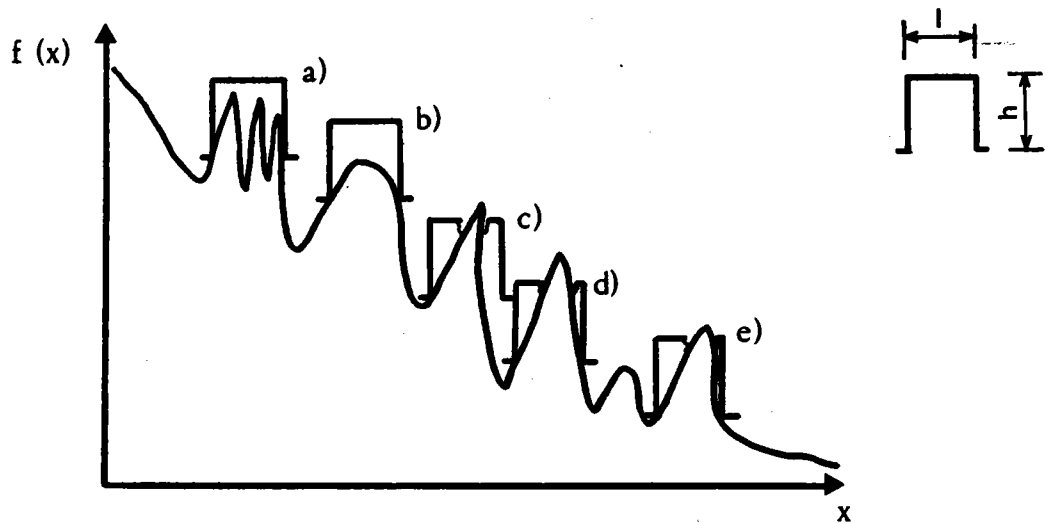


Figure III-41 : Exemples d'éléments structurants.

b) la transformation chapeau haut-de-forme

Cette transformation est ainsi appelée car l'on ne conserve de l'image que les portions entrant dans le chapeau et crevant son sommet. La figure III-42 donne un exemple de cette transformation. Le profil b) ne serait pas détecté car entièrement recouvert par le chapeau. Le profil a), trop large empêche le chapeau de passer. Les pics c), d), e) par contre, sont suffisamment minces à leurs bases, passent aisément dans le chapeau et sont suffisamment hauts pour le percer.





**Figure III-42 :** Transformation chapeau haut-de-forme sur l'image  $f(x)$ . Cet algorithme de construction est très simple, il dépend de deux variables, le rayon du chapeau et sa hauteur. On remarque sur cette figure que le filtrage sera d'autant plus sévère que  $h$  sera petit et  $l$  grand .



**Figure III-43 :** Types de courbes en cloche détectés par la transformation par chapeau haut-de-forme.

Sur un exemple monodimensionnel, le chapeau haut-de-forme est caractérisé par 2 contraintes : ( $h$  et  $l$ ). Ceci permet de coiffer le vrai pic et non le plateau qui lui fait suite.

En mode bidimensionnel, la longueur ( $l$ ) devient le diamètre du chapeau ( $\varnothing$ ), coiffant ainsi les maxima valides.

### III-2-4-3 : Détection des défauts. Algorithmes utilisés

A partir des algorithmes élémentaires vus dans le paragraphe III-2-4, on peut définir des opérations plus complexes nécessaires à la détection de défauts ou de particules.

#### i ) Le seuillage

L'outil de base qui est câblé dans tout analyseur d'images est le seuillage. Seuiller une image consiste à choisir une gamme de gris;  $f(x)$ , et à mettre à blanc tous les points de l'image qui sont dans cette gamme de gris, à noircir les autres.

Pratiquement, on répartit les pixels en 2 catégories en comparant l'intensité de chaque pixel à une valeur seuil :  $(m)$

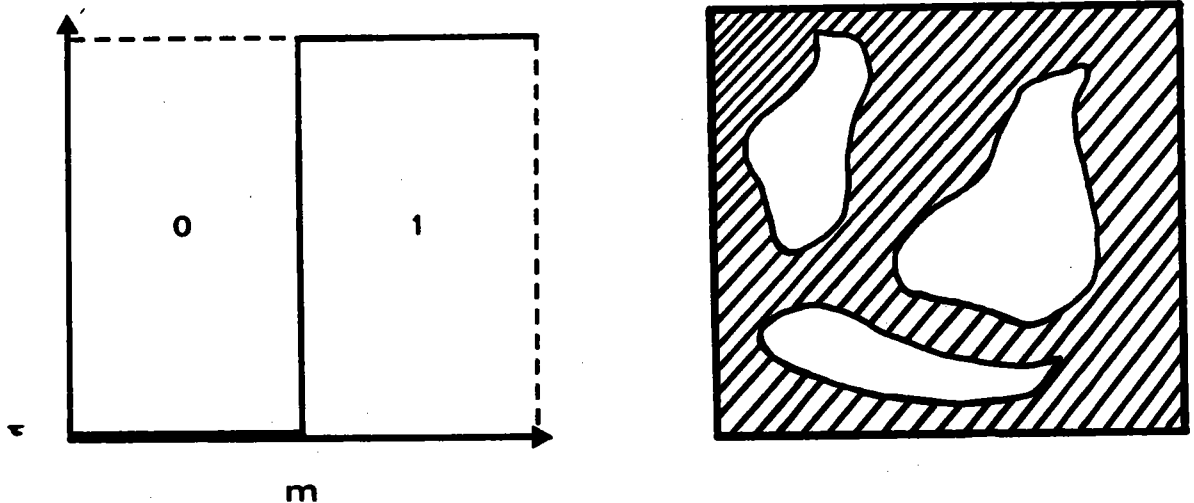


Figure III-44 : Fonction de seuillage a) et image bivaluée b)

$m$  = luminance seuil de l'image initiale

$f(x,y)$  = image bivaluée obtenue après seuillage

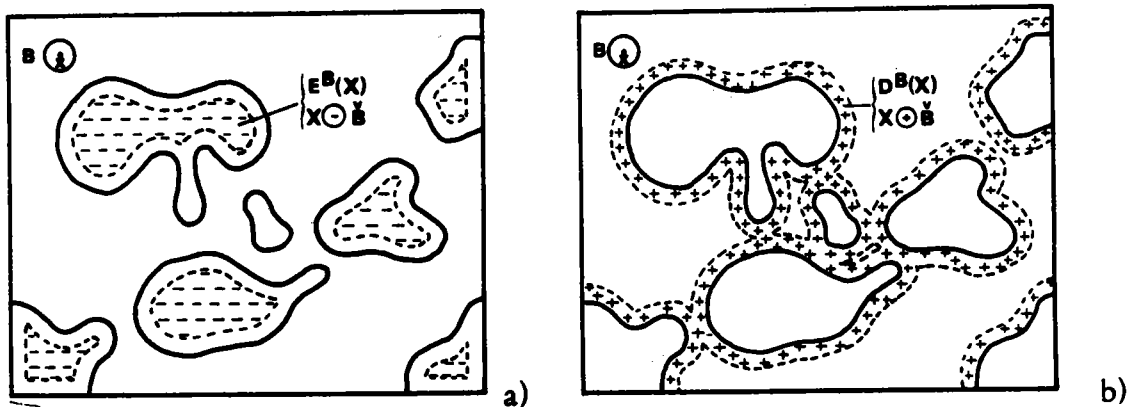
$$f(x,y) = \begin{cases} 0 & \text{si intensité} \leq m \\ 1 & \text{si intensité} > m \end{cases}$$

SEUILLAGE

Image en niveaux de gris      -----> Image noire et blanche

## ii ) l'érosion, la dilatation

L'érosion est une opération élémentaire qui consiste à éplucher couche par couche une figure X, grâce à un élément structurant B.

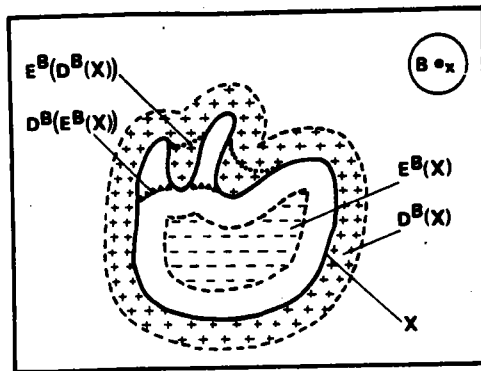


**Figure III-45 :** E rodé d'un ensemble d'objets X par un élément structurant circulaire de rayon  $\rho$ .

(a) érodé de X par un disque de rayon :  $X - \rho B$

(b) dilaté de X par un disque de rayon :  $X + \rho B$

On remarque sur ces 2 figures que la perte d'information est liée au rayon  $\rho$  de l'élément structurant.

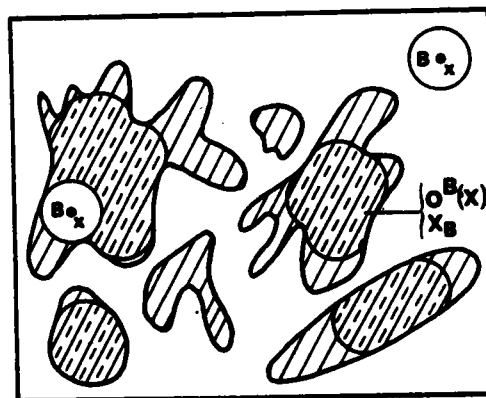


**Figure III-46** : Exemple montrant qu'un ensemble érodé puis dilaté est inclus dans l'ensemble dilaté puis érodé par le même élément structurant B.

### iii ) ouverture et fermeture morphologiques

#### a) notion d'ouverture

L'érosion et la dilatation étant des opérations itératives, on peut effectuer sur un ensemble X une érosion par un élément structurant de taille  $\rho_B$ , puis de dilater l'ensemble obtenu par le même élément structurant B. Cette opération s'appellera une ouverture, elle est notée  $O^B(X)$ .



**Figure III-47** Ouverture d'un ensemble d'objets X par un élément structurant circulaire

En général les contours de l'ensemble ouvert  $O^B(X)$  sont plus réguliers mais moins riches en détails. L'ouverture joue le rôle d'un filtre qui adoucit les contours, mais supprime les petits détails.

b) notion de fermeture

A l'inverse de l'ouverture morphologique, l'opération de fermeture est l'opération qui consiste à dilater un ensemble  $X$  par un élément structurant de taille  $\rho B$ , suivie d'une érosion.

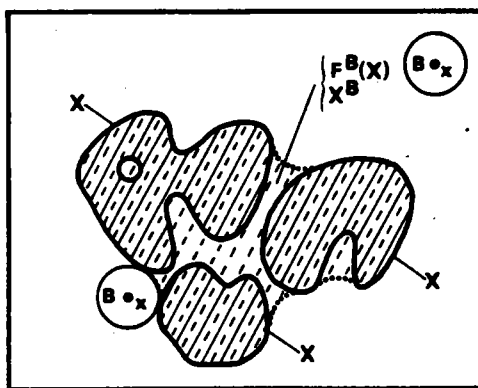


Figure III-48 :Fermeture d'un ensemble de particules  $X$  par un élément structurant  $B$ . Tout comme l'ensemble ouvert, l'ensemble fermé, l'ensemble ouvert présente moins de détails que l'ensemble initial, les parties enclavées sont bouchées.

III-2-4-4 - Mesure des images binaires

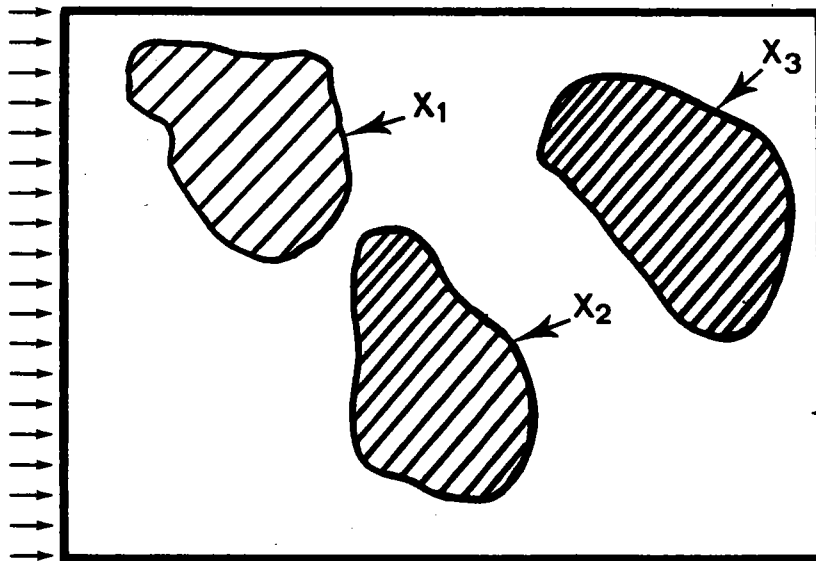
En général, l'image est réduite à deux niveaux de valeur lorsqu'il y a recherche de contours. Le codage de pixels binaires fut réalisé très tôt (années 1950). Les contours peuvent être traduits sous forme de segments comme en informatique graphique, ou par le codage de FREEMAN, plus spécifique à l'image [ II ] (compression d'image).

i) analyse individuelle

L'image à analyser est segmentée en deux régions,

- Objets à analyser en blanc (intensité = 1)
- Le fond en noir (intensité = 0).

On effectue ensuite une analyse individuelle de chaque objet en marquant chaque objet avec un niveau de gris correspondant à son numéro d'apparition dans l'image. Pour ce faire, on procède à une lecture séquentielle ligne par ligne avec déclenchement d'un algorithme de suivi de contours et incrémentation d'un compteur pour chaque objet rencontré.



**Figure III-49** : Exemple d'analyse individuelle : les objets apparaissent avec un niveau de gris correspondant à leur ordre d'apparition dans l'image.

Ensuite, il est possible de calculer, pour chaque objet un ensemble de paramètres de formes. On utilise souvent le codage de FREEMAN, qui consiste à remplacer les contours par une série de directions.

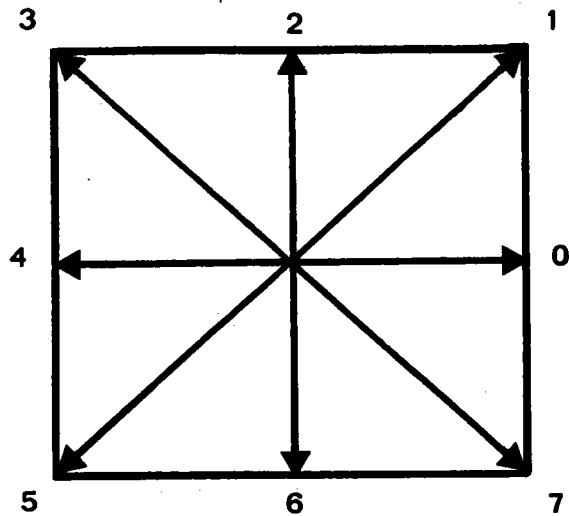


Figure III-50 : Exemple de codage sur 3 bits.

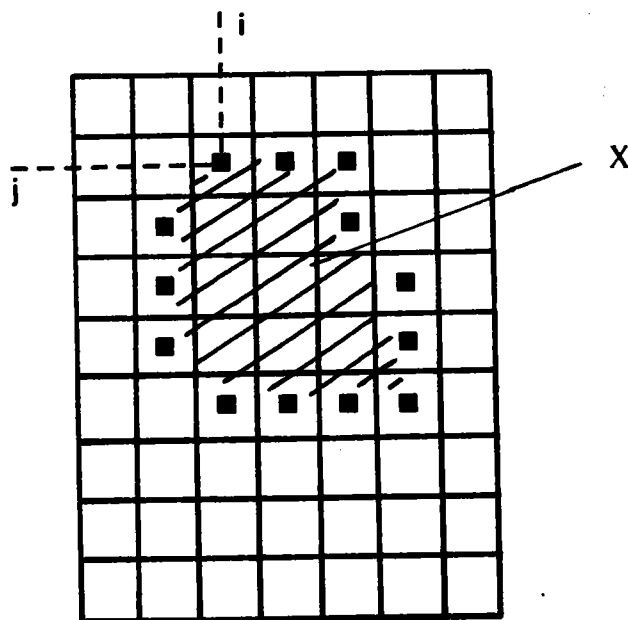


Figure III-51 : L'élément X est codé par la méthode de FREEMAN

Cette image est codée par :  $\{ [ 3, 2 ] , (0, 0, 6, 7, 6, 6, 4, 4, 4, 3, 2, 2) \}$

- coordonnées du point de départ      - code de FREEMAN du contour de X

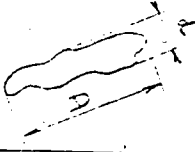
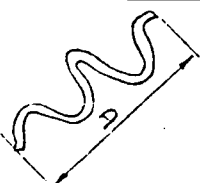
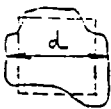
## ii ) le logiciel CYTIX \*

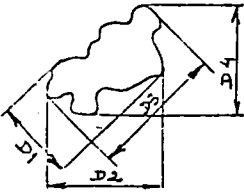
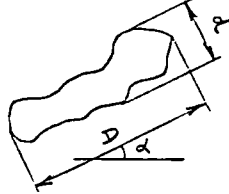
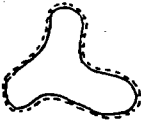
Tous les systèmes d'analyse d'images modernes comportent un logiciel de microscopie quantitative. Le logiciel CYTIX réalise l'analyse "individuelle" d'un ensemble d'objets ou particules se distinguant par rapport à un fond.

A l'intérieur d'une zone déterminée, le système calcule pour chaque objet 42 attributs de forme qu'il stocke sur fichier. Ce logiciel permet donc d'effectuer une analyse statistique sur les caractéristiques morphologiques d'une population d'objets.

\* *Logiciel de microscopie quantitative développée par la Société Digital Design.*



|                                                                                                  |                                                                                   |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------|
| <b>FACTEURS DE FORME</b>                                                                         |                                                                                   |
| • ELONGATION $D/d$                                                                               |  |
| • IRREGULARITE DU POURTOUR<br>$\frac{\text{PERIMETRE}}{\text{PERIMETRE CONVEXE}}$                |  |
| • PROPORTION DE TROUS<br>$\left(1 - \frac{\text{AIRE EXCLUSIVE}}{\text{AIRE}}\right)$            |  |
| • CIRCULARITE<br>$\frac{4\pi \cdot \text{AIRE}}{(\text{PERIMETRE})^2}$<br>CERCLE $\rightarrow 1$ |  |
| • ENROULEMENT<br>$\frac{\text{PERIMETRE}}{2 \cdot (\text{DIAMETRE DE FERET MAXIMUM})}$           |  |
| • QUADRATURE<br>$\frac{\text{PERIMETRE}}{A \cdot (\text{LARGEUR})}$                              |  |

|                                                                                     |                                                                                                |
|-------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------|
|   | DIAMETRES DE FERET                                                                             |
|   | PLUS GRAND DIAMETRE (D)<br>PLUS PETIT DIAMETRE (d)<br>ELONGATION $D/d$<br>INCLINAISON $\alpha$ |
|    | AIRE (A)                                                                                       |
|  | AIRE EXCLUSIVE (A')                                                                            |
|  | AIRE DES TROUS (A - A')                                                                        |
|   | PERIMETRE CONVEXE                                                                              |
|  | PERIMETRE                                                                                      |

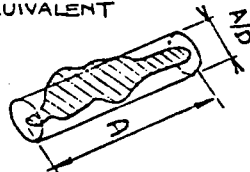
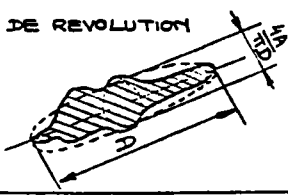
|                                                                                                              |                                                                                     |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------|
| • RAYON MOYEN (RAYON DU CERCLE DE MEME SURFACE)<br>$R_c = \frac{2 \cdot (\text{SURFACE})}{\text{PERIMETRE}}$ |  |
| • DIAMETRE DE FERET MOYEN<br>$D_c = \frac{\text{PERIMETRE CONVEXE}}{\pi}$                                    |                                                                                     |
| • VOLUME DU CYLINDRE EQUIVALENT<br>$\frac{\pi \cdot (\text{AIRE})^2}{L \cdot \text{LONGUEUR}}$               |  |
| • VOLUME DE L'ELLIPSOIDE DE REVOLUTION<br>$\frac{8 \cdot (\text{AIRE})^2}{3\pi \cdot \text{LONGUEUR}}$       |  |
| • VOLUME DE LA SPHERE EQUIVALENTE<br>$\frac{4}{3\pi} (\sqrt{\text{AIRE}})^3$                                 |  |

Figure III-52 : Facteurs de forme et paramètres de taille.

### III-3 - Applications de la fractographie quantitative aux problèmes de rupture

#### III-3-1 - Historique

La fractographie quantitative est une technique relativement "nouvelle" ; elle est née vers les années 1970 avec l'apparition des premières études quantitatives de l'intersection d'une surface polie et d'une surface de rupture [ 6 ]

Depuis ce temps, un grand pas a été fait tant dans le domaine de la fragmentation dynamique de matériaux métalliques [ 17 ] , [ 18 ] , [ 19 ] , [ 20 ] polycarbonates [ 22 ] , propergols composites [ 21 ] , [ 28 ] que dans l'étude topologique de surfaces de rupture, [ 1 ] , [ 2 ] , [ 3 ] , [ 4 ] , [ 5 ] , [ 6 ] , [ 7 ] , [ 8 ] .

Afin de compléter ce qui vient d'être dit précédemment, nous allons présenter quelques exemples illustrant l'utilisation des principes de la fractographie quantitative.

Cette étude est divisée en 2 parties :

La première partie concerne l'étude de la réponse de matériaux aux sollicitations dynamiques utilisant la mécanique microstatistique de la rupture, la deuxième partie s'attache plus particulièrement à l'étude fractographique de surfaces de rupture de matériaux composites.

#### III-3-2 - Etude microstatistique des processus de rupture dynamique

Dans le domaine de la rupture dynamique un des objectifs principaux est la prévision quantitative du niveau de dommage produit sous une sollicitation dynamique donnée. Dans la plupart des cas, les auteurs [ 19 ] , [ 22 ] , [ 23 ] donnent peu de détails concernant le(s) moyen(s) d'analyse des fragments ou des surfaces de rupture. L. SEAMAN et al. [ 19 ] , [ 24 ] ont examiné des échantillons de polycarbonate après des essais d'impact. Des photos de différentes sections polies (Fig. III-54a) révèlent nettement les traces de fissures

(rupture fragile) (Fig. III-52) ou de vacuoles (rupture ductile) (Fig. III-53).

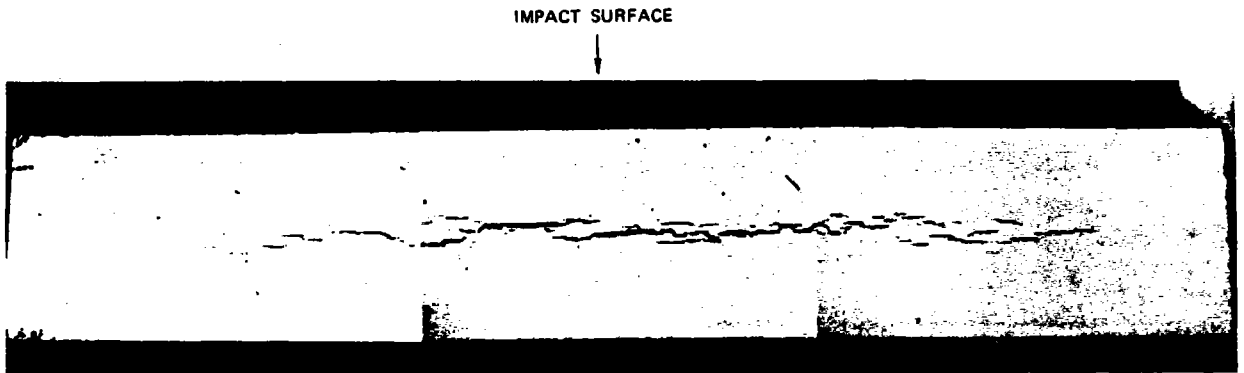
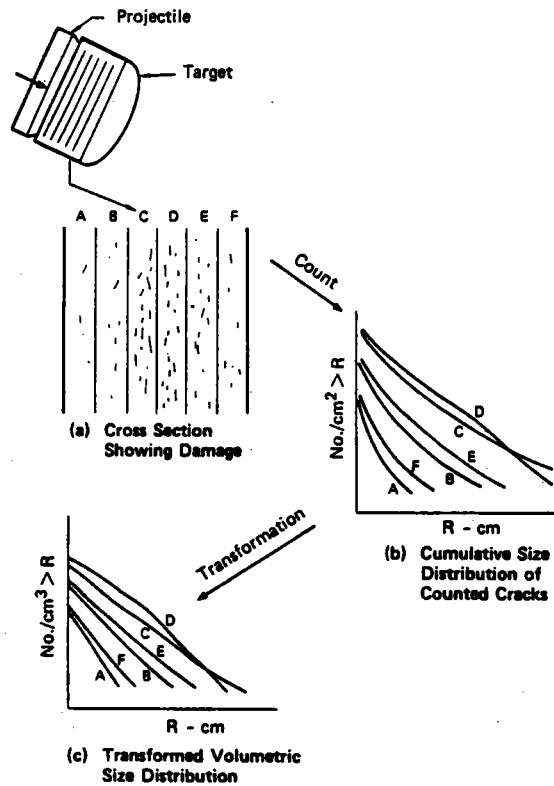


Figure III-52 : Section polie d'un spécimen en polycarbonate impacté, montrant la distribution de fissures à sa surface (d'après [ 18 ]).

Les échantillons ainsi impactés font l'objet d'une analyse fractographique dont les résultats sont corrélés avec la pression hydrostatique afin de quantifier l'endommagement en termes de densité volumique de défauts (fissures ou vacuoles) (D.R. CURRAN et al. [ 22 ]).



Figure III-53 : Section polie d'un acier de blindage XAR30 montrant le phénomène de coalescence [ 12 ] de deux fissures planes (d'après [ 18 ]).



**Figure III-54 :** Acquisition et transformation des valeurs de tailles de fissures sur les surfaces d'échantillons de polycarbonate impactés (d'après [ 22 ])

Les photographies des sections polies permettent le dénombrement de la mesure des fissures et leur dépouillement statistique exprimé en terme de densité surfacique de fissures ( $N_A$ ). (Fig. III-54b) puis transformé en densité volumique ( $N_V$ ) (Fig. III-54c).

Les figures III-55 et III-56 montrent la forme exponentielle (1) du nombre de fissures observées en fonction de leur taille lors d'un essai d'impact. D.R. CURRAN et al. [ 22 ] et SEAMAN et al. [ 19 ] supposent que le nombre de fissures est assez élevé pour permettre une analyse statistique correcte des résultats, au moyen du code (BABS-2) implanté sur ordinateur au Stanford Research Institut.

$$(1) N_g(R) = N_o \exp - \left( \frac{R}{R_o} \right)$$

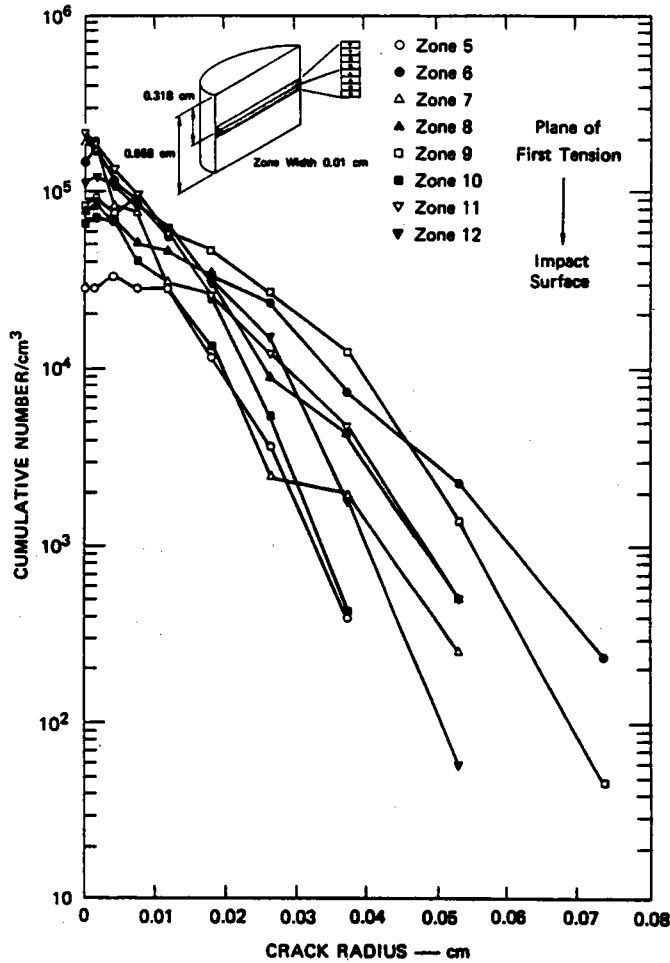


Figure III-55 : Distribution en volume des fissures à plusieurs distances de l'impact dans un échantillon en polycarbonate (d'après [ 18 ]).

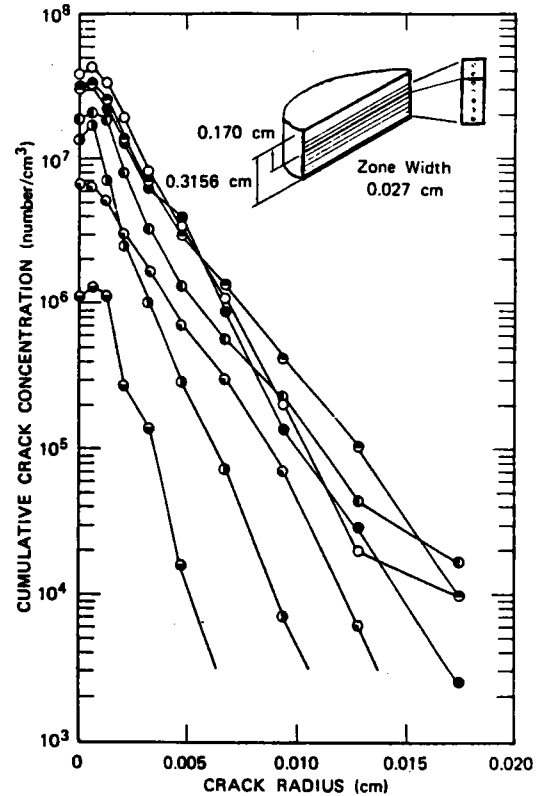
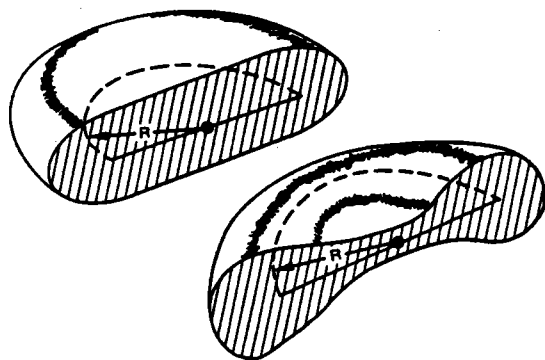


Figure III-56 : Distribution de taille de fissures après un impact monodimensionnel dans un acier Armco d'après [ 18 ].

Pour passer à la distribution en nombre L. SEAMAN et al. [ 19 ] utilisent une méthode de stéréologie développée par E. SCHEIL [ 5 ] (1934), puis modifiée et explicitée par J. SALTYKOV [ 5 ] en 1958, pour une population de particules sphériques.



Figures III-57 : Différentes formes de fissures d'après [ 24 ]

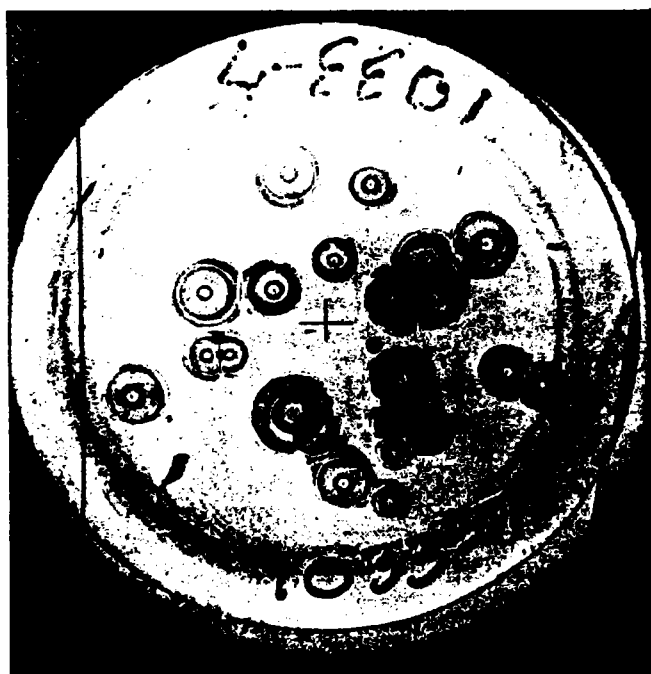


Figure III-58 : Fissures internes produites par l'impact dans un polycarbonate d'après [ 18 ].

En réalité une fissure n'est pas sphérique, ; dans le cas du polycarbonate (Fig. III-58), sa géométrie est proche de celle d'un disque (Fig. III-57). L. SEAMAN et al. [ 24 ] donnent une expression du volume d'un défaut faisant intervenir un facteur de forme dépendant du matériau.

$$V_c = T_c \cdot R^3 \quad \text{III-(30)}$$

$T_c$  = facteur de forme (dépendant du matériau)

$R$  = rayon

D'après L. SEAMAN et al. [ 24 ], les valeurs du coefficient  $T_c$  peuvent atteindre ( $T_c = 20$ ) dans le cas de rupture fragile (fissures) et tendre vers des valeurs proches de l'unité ( $T_c = 1$ ) dans le cas de rupture ductile (vacuoles).

E.L. LEE et al. [ 28 ] supposent que, dans le cas de propergols composites, les sites de décohésion liant-charges (Fig. III-59) sont à l'origine de la rupture dynamique. L'étude montre que les grains de HMX servent de sites privilégiés à l'amorçage d'une fissure, par contre la figure III-60 indique que la fissure passe préférentiellement par la phase HMX.

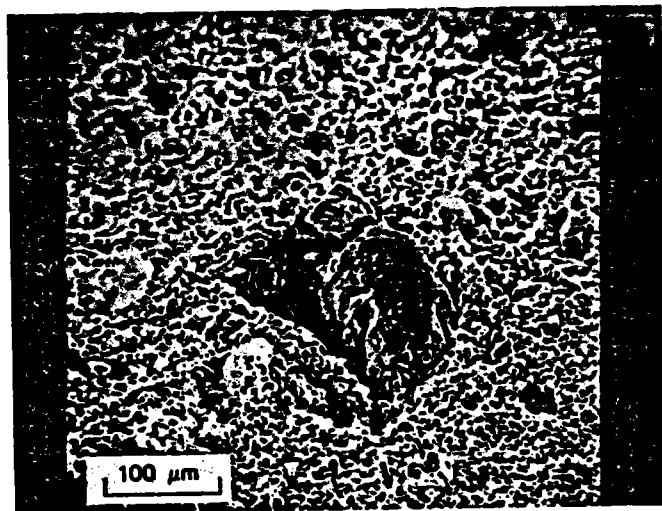


Figure III-59 : Micrographie montrant un site de décohésion entre un cristal de HMX\* et la matrice d'après [ 28 ].

\* HMX : perchlorate d'amonium

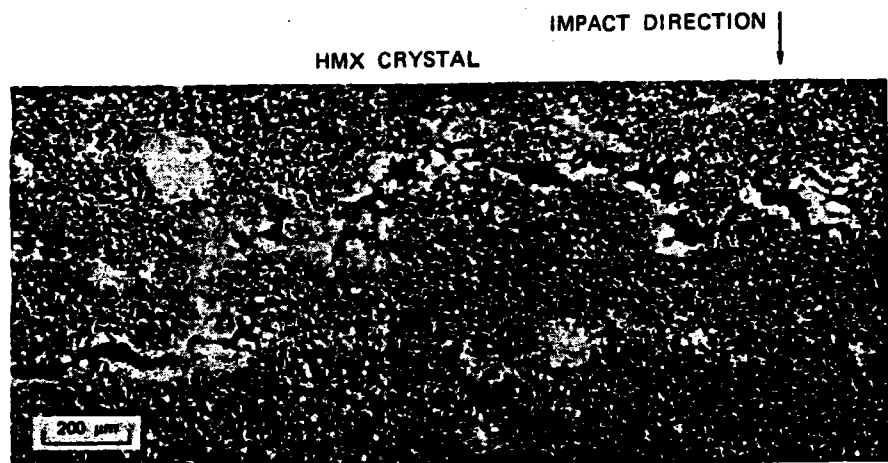


Figure III-60 : Micrographie d'un échantillon de propergol montrant une fissure sur la surface d'impact (d'après [28]).

E.L. LEE et al. supposent également que la distribution de défauts initiale est approximativement la distribution des grains de HMX dans le propergol à l'état vierge. Le nombre de grains de HMX activés, mesuré sur les surfaces de rupture est donc transformable en termes de densité volumique (Fig. III-60). La concentration des défauts activés est représentée comme souvent sous la forme (III-29). Il aurait été intéressant de comparer la distribution en nombre des grains de HMX activés avec la distribution granulométrique initiale. Malheureusement cette comparaison n'a pas été présentée dans leur publication [28].



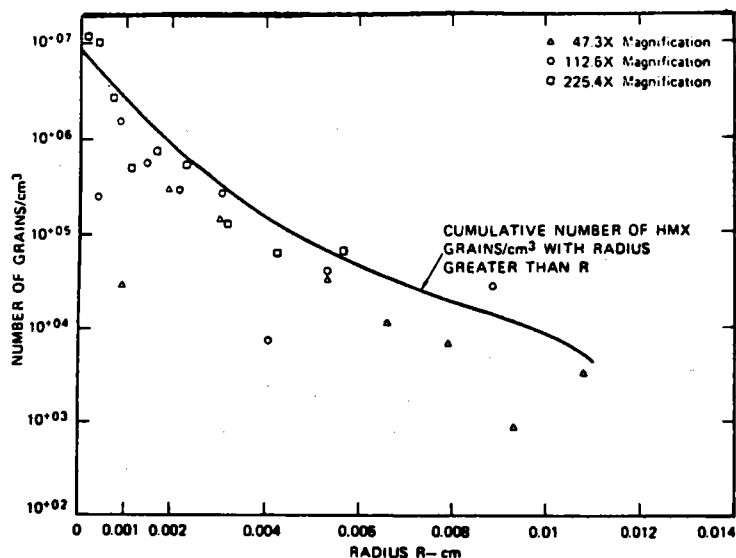
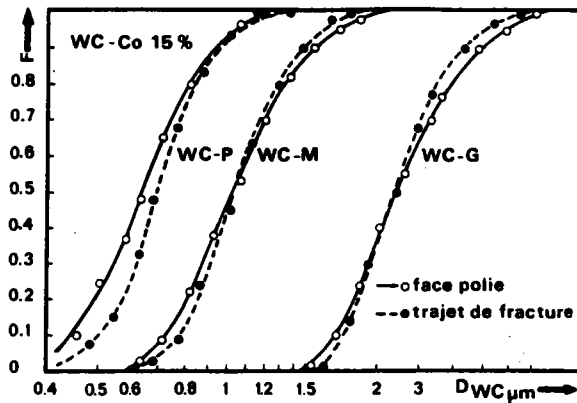


Figure III-61 : Distribution des tailles de grains de HMX dans un propergol (d'après [28])

Enfin, E.L. LEE et al. considèrent que le processus de vacuolisation conduisant à la rupture est amorcé à partir des grains de HMX les plus gros ( $r > 100 \mu\text{m}$ ).

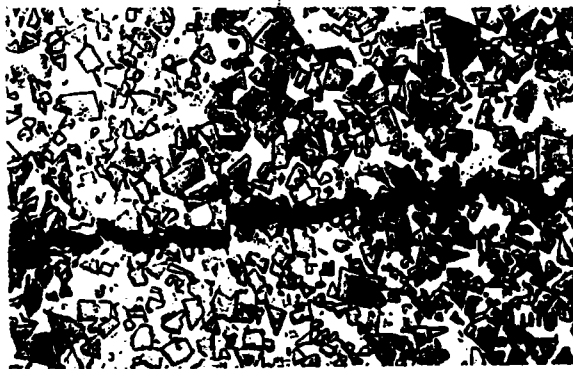
### III-3-3 - Etude fractographique quantitative de profils ou de surfaces de rupture

Les premiers travaux dans le domaine de la fractographie quantitative sont obtenus par J.L. CHERMANT et al. [9] en 1976. L'étude traite de la comparaison entre les granulométries d'un matériau massif, et celle des cristaux cassés. Dans le cas d'éprouvettes de  $W_c-C_0$  rompues en flexion et pour un matériau de fine granulométrie ( $d < 2 \mu\text{m}$ ) la rupture est essentiellement intergranulaire, alors que pour les matériaux à grosse granulométrie ( $d > 5 \mu\text{m}$ ) la rupture est transgranulaire. (Fig. III-62).



**Figure III-62 :** Courbes de distribution de taille des cristaux de WC sur une surface polie et sur une surface de rupture pour des matériaux WC-Co 15 % poids de différentes granulométries : WC-P : 0,7  $\mu\text{m}$  ; WC-M : 1,1  $\mu\text{m}$  ; WC-G : 2,2  $\mu\text{m}$ ). (d'après [ 9 ]).

Les cristaux de WC observés le long du chemin de rupture (Fig. II-63) correspondent à une décohésion intergranulaire, cependant la proportion de cristaux fragmentés augmente sensiblement avec la taille de ceux-ci.



**Figure III-63 :** Chemin de fracture pour WC-Co 25 % pds,  $\bar{D}_{WC} = 2.2 \mu\text{m}$ . Eprouvette de flexion entaillée (d'après [ 9 ])

Des travaux similaires utilisant des méthodes semi-automatiques ont permis l'étude du profil et de la surface de rupture en flexion d'alliages (W-Ni-F<sub>e</sub>)

[ 26 ] . Cette étude met nettement en évidence le rôle de la taille moyenne des grains sur les faciès de rupture.

S. BEUCHER et M. BLANC [ 25 ] ont mené une étude quantitative par stéréométrie des faciès de rupture d'éprouvettes rompues au mouton de choc.

Le matériau étudié est un acier allié au  $N_i$ - $M_n$ - $M_o$  présentant les caractéristiques mécaniques suivantes (Tabl. III-2).

| Traitement thermique             |                                          | HV  | Re<br>N/mm <sup>2</sup> | Rm<br>N/mm <sup>2</sup> | A<br>% | Z<br>% |
|----------------------------------|------------------------------------------|-----|-------------------------|-------------------------|--------|--------|
| Température<br>d'austénitisation | Trempe                                   |     |                         |                         |        |        |
| 1100°                            | eau : $\Delta t \frac{700}{300} = 3s$    | 370 | 860                     | 1120                    |        |        |
| 900°                             | eau : $\Delta t \frac{700}{300} = 3s$    | 370 | 855                     | 1110                    | 19     | 76     |
| 900°                             | huile : $\Delta t \frac{700}{300} = 22s$ | 275 | 620                     | 815                     | 22     | 77     |
| 900°                             | air : $\Delta t \frac{700}{300} = 500s$  | 225 | 490                     | 680                     | 27     | 72     |

Composition (%) :

C = 0,067  
Mn = 1,37  
Ni = 2,0  
Mo = 0,51  
Al = 0,027  
N<sub>2</sub> = 0,011.

**Tableau III-2 : Nature et caractéristiques de l'acier étudié (d'après S. BEUCHER et M. BLANC [ 25 ] )**

Pour les faciès de rupture destinés à l'examen fractographique, les éprouvettes ont été rompues au plateau fragile ( $\theta = -196^\circ$ ) (Tabl. III-3)

| Traitement<br>thermique                  | Taille de grain $\gamma$ |                         | Largeur des<br>paquets de<br>lattes ( $\mu m$ ) | diamètre des<br>facettes de<br>pseudo clivage<br>( $\mu m$ ) | TK <sub>100 J</sub><br>(° C) |
|------------------------------------------|--------------------------|-------------------------|-------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------|------------------------------|
|                                          | norme<br>04-102          | diamètre<br>( $\mu m$ ) |                                                 |                                                              |                              |
| $\theta_f = 1100^\circ C$<br>trempe eau  | 4                        | $\sim 80$               | $\sim 50$                                       | $\sim 50$                                                    | 0                            |
| $\theta_f = 900^\circ C$<br>trempe eau   | 8 - 9                    | $\sim 15$               | $\sim 15$                                       | $\sim 15$                                                    | - 40                         |
| $\theta_f = 900^\circ C$<br>trempe huile | 8 - 9                    | $\sim 15$               | $\sim 15$                                       | $\sim 15$                                                    | - 40                         |
| $\theta_f = 900^\circ C$<br>trempe air   | 8 - 9                    | $\sim 15$               | -                                               | $\sim 20$                                                    | - 20                         |

**Tableau III-3 : Relations entre microstructure, morphologie des cassures et température de transition de résilience (d'après [ 25 ] )**

Les relations structures-propriétés mécaniques de ces aciers sont regroupées dans le Tableau III-2. Ces résultats confirment un grand nombre de certains résultats de la littérature. En particulier les tailles moyennes des facettes de pseudo-clivage (Fig. III-64) dépendent de la taille moyenne des grains.

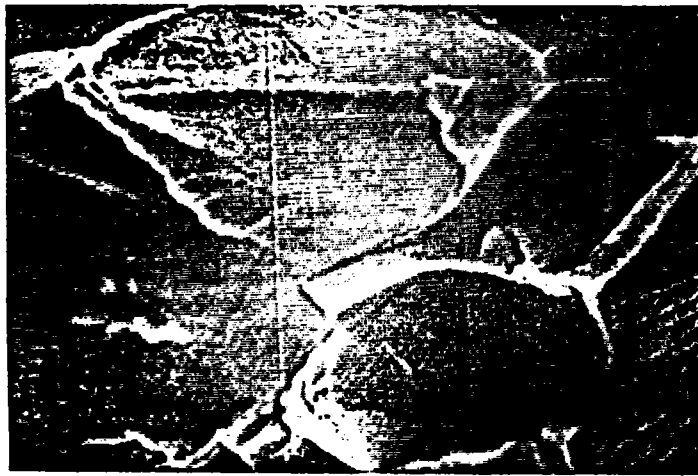


Figure III-64 : Image de rupture au M.E.B. (d'après [ 25 ])

Les facettes de pseudo-clivages sont généralement assez mal délimitées dans un relief assez confus (Fig. III-64) ce qui rend leur extraction très délicate. H. OHTANI et al. [ 27 ] ont su montrer distinctement ces facettes de pseudo-clivage dans leurs publications.

Une étude de la transition fragile-ductile d'acier a été également réalisée [ 28 ], en mesurant le périmètre et la surface des zones de clivages en mode fragile et les zones de rupture en mode ductile dans le cas de 2 aciers : un acier extra-doux ( $F_E$ ) et un acier allié au  $C_r-M_n$ . La figure III-65 représente la comparaison des résultats obtenus à partir de la fractographie quantitative et de ceux obtenus à partir d'essais de résilience (mouton de choc) avec la mesure du taux de cristallinité. Les deux méthodes semblent montrer des résultats satisfaisants.

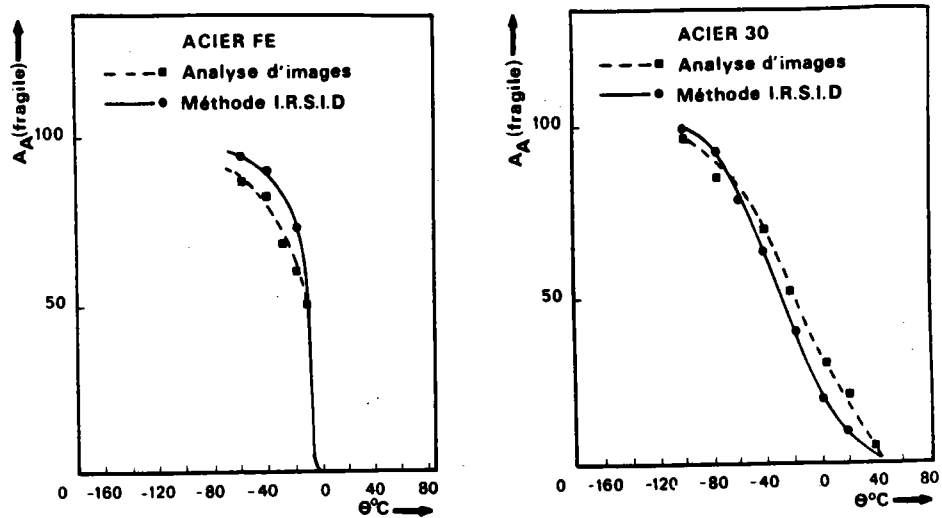


Figure III-65 : Transition de rupture fragile-ductile dans le cas de 2 aciers analysés selon la méthode de fractographie quantitative et la méthode IRSID (mesure du taux de cristallinité).

La méthode originale de T. KOBAYASHI et al. [16] semble également donner de bons résultats dans l'étude de la transition du processus de rupture d'aciers (rupture des fibres ou rupture par clivage). (Fig. III-66).

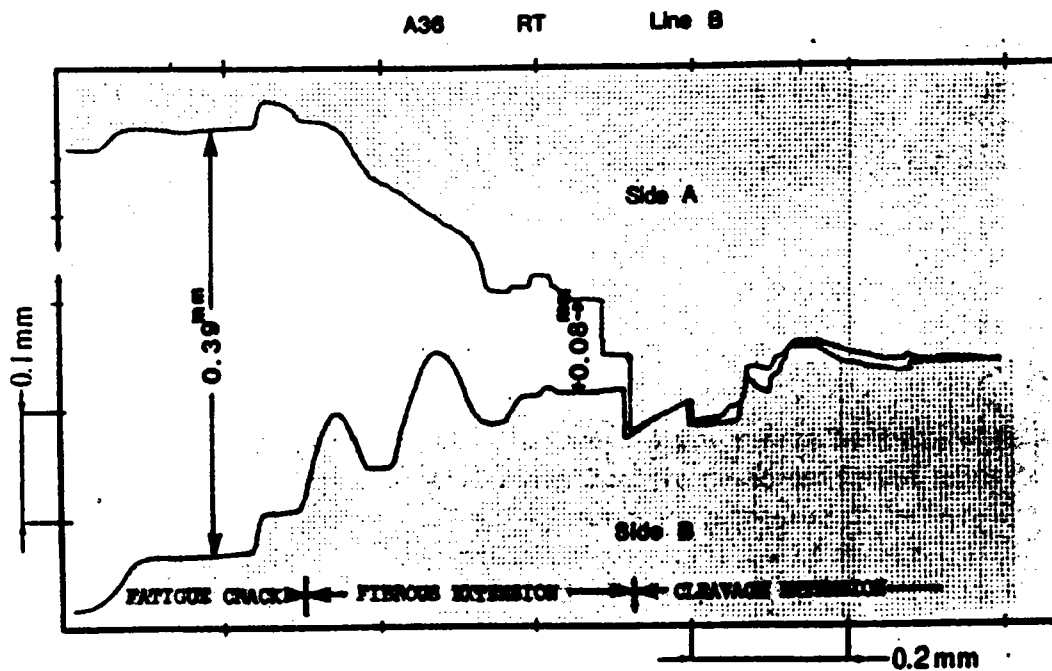


Figure III-66 : Surface de rupture (d'après [16])

L'examen topographique et stéréographique de 2 surfaces de rupture appariées permet d'obtenir des informations permettant l'établissement d'un modèle de comportement à la rupture aux environs de la température de transition.

### III-4 - Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons essayé de présenter, à travers quelques exemples, l'outil de travail indispensable et complémentaire à la mécanique de la rupture : la fractographie quantitative.

Nous avons montré que les méthodes stéréologiques développées dans le cas de surfaces planes polies par Ewald R. WEIBEL [ 5 ], puis étendues à l'étude de faciès de rupture par S.M. El. SOUDANI [ 6 ], [ 7 ] apportent des données très utiles pour une meilleure connaissance du comportement à la rupture des matériaux.

La quantification de l'endommagement de structures soumises des ondes de chocs, et les mécanismes microstructuraux mis en jeu lors d'essais mécaniques dynamiques sont des informations qui sont quantitativement impossibles à obtenir par d'autres méthodes d'investigation.

### **BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE III**

#### **CHAPITRE III-I**

- [ 1 ]      Ph. HUMBERT, Ph. BOULE  
              "Quantitative fractography of composite explosives"  
              7th International Congress for Stereology, Caen, France, 2-9  
              Sept. (1987)
  
- [ 2 ]      B. TOLBA, G. PLUVINAGE  
              "Probabilistic aspect of dynamic fracture"  
              Impact, Congrès de Brême, R.F.A., 18-21 (Mai 1987).
  
- [ 3 ]      G. PLUVINAGE, B. TOLBA, Ph. BOULE  
              "Probabilistic aspect of dynamic fracture"  
              7th European Congress on Fracture, Budapest, Hongrie, (19-24  
              Sept. 1988) (à paraître).
  
- [ 4 ]      Ph. HUMBERT, F. STANKIEWICZ, Ph. BOULE  
              "Image analysis and high filled polymer failure study"  
              International Symposium on Pyrotechnics and Explosives, Pekin,  
              Chine, (2-9 Oct. 1987)
  
- [ 5 ]      Ewald R. WEIBEL  
              "Stereological Methods"  
              Vol. 2. , Academic Press (1980)
  
- [ 6 ]      S.M. El. SOUDANI  
              "Theoretical basis for the quantitative analysis of fracture"  
              Metallography, Vol. 7, p. 271-311, (1974).
  
- [ 7 ]      Q.M. El. SOUDANI  
              "Profilometric analysis of fracture"  
              Metallography, vol. 11., p. 247-336, (1978)

- [ 8 ] M. COSTER, J.L. CHERMANT.  
"Récents developments in quantitative fractography"  
International Metal Review, Vol. 4, N° 28, (1983).
- [ 9 ] J.L. CHERMANT, M. COSTER, F. OSTERSTOCK,  
"Utilisation de la métallographie quantitative et de la stéréologie à l'étude des matériaux composites. Application à l'étude de la rupture d'éprouvettes de flexion en  $W_c-C_o$ "  
Metallography, Vol. 9, p. 503-523, (1976).
- [ 10 ] M. COSTER, J.L. CHERMANT, P. DUJARDIN.  
"Quantitative fractography with digitalization table"  
Mikroskopie, Vol. 37, p. 364-372, (1980).

### CHAPITRE III-2

- [ 11 ] GONZALEZ Rafaël C., Paul WINTZ  
"Digital Image Processing"  
Adison Wesley Pub. Company, Reading, Massachussets, (1977).
- [ 12 ] G. MATHERON  
"Eléments pour une théorie des milieux poreux"  
Editions Masson, Paris, (1967).
- [ 13 ] G. MATHERON  
"Raudom Sets and Integral Geometry"  
J. Wiley, (1975).
- [ 14 ] J. SERRA  
"Image analysis and mathematical morphology"  
Academic PRESS, (1982)
- [ 15 ] "Journal de Microscopie et de Spectroscopie Electronique"  
N° 1, Vol. 12, Fév. 1987.



CHAPITRE III-3

- [ 16 ] T. KOBAYASHI, G.R. IRWIN, X.J. ZHANG  
"Topographic examination of fracture surfaces in fibrous cleavage transition behavior"  
Fractography of ceramics and metal failures  
ASTM STP 827, p. 234-251, (1984).
- [ 17 ] D.A. SHOCKEY, L. SEAMAN, K.C. DAO, D.R. CURRAN  
"Kinetics of voids development in fracturing A533B tensile bars"  
Journal of pressure technology, Vol. 12, p. 14-21, (1980).
- [ 18 ] D.A. SHOCKEY, L. SEAMAN, D.R. CURRAN  
"The microstatistical fracture mechanics approach to dynamic fracture problems"  
Int. Jour. of Fracture, Vol. 27, p. 145-157, (1985).
- [ 19 ] L. SEAMAN, D.R. CURRAN, W.J. MURRI  
"A continuum model for dynamic tensile microfracture and fragmentation"  
Journ. Of. Appl. Mech., Vol. 52, p. 593-600, (1985).
- [ 20 ] D.E. GRADY, M.E. KIPP  
"Geometric statistics and dynamic fragmentation"  
Journ. Of. Appl. Phys. Vol. 58, p. 1210-1222, (1985).
- [ 21 ] W.J. MURRI, D.R. CURRAN, L. SEAMAN  
"Fracture model for high energy propellant"  
Lawrence Livermore National Laboratory  
Contract P.O. 7250109 under W-7405-Eng. (48) (1982).
- [ 22 ] D.R. CURRAN, D.A. SHOCKEY, L. SEAMAN  
"Dynamic fracture criteria for a polycarbonate"  
Journ. Of. Appl. Phys., Vol. 44, N° 9, p. 4025-4038, (1973).
- [ 23 ] L. SEAMAN, T.W. BARBEE Jr., D.R. CURRAN  
Air Force Weapons Laboratory  
Technical report N°. AFWL-TR-71-156 (1972)

- [ 24 ] L. SEAMAN, D.R. CURRAN, D.A. SHOCKEY  
"Computational models for ductile and brittle fracture"  
Journ. Of. Appl. Phys., Vol. 47, N° 11, p. 4814-4826, (1976).
  
- [ 25 ] S. BEUCHER, M. BLANC  
"Stéréométrie de faciès de rupture fragile - Application de la  
morphologie mathématique à l'analyse quantitative de surfaces  
non planes".  
Rapport DGRST-IRSID-CMM-Contrat N° 78-7-2444/2445,  
(1981)
  
- [ 26 ] M. COSTER, J.L. CHERMANT, J. LAVOLE  
"Third European Symposium on Stereology"  
Ljubljana, Yougoslavie, 22-27 Juin 1981
  
- [ 27 ] H. OHTANI, T. KUNIKATE, F. TERASAKI, Y. OHMONI  
Transaction Institut for Iron and Steel of Japan  
Vol. 12, p. 118-146, (1972)
  
- [ 28 ] E.L. LEE and al. US Dept. of Energy by the Lawrence  
Livermore National Laboratory  
Contract N° W-7405-ENG-48, (1977).
  
- [ 29 ] M. COSTER, J.L. CHERMANT  
"Précis d'analyse d'images"  
Editions du CNRS, Paris, (1985).

## **CHAPITRE IV : MODALITÉS EXPERIMENTALES**

*Dans ce chapitre, nous avons rassemblé tout ce qui a trait aux matériaux et aux méthodes expérimentales étudiés tout au long de ce travail.*

### **IV-1 - Introduction : Intérêt des études aux grandes vitesses de déformation**

Sous l'influence de chargements dynamiques, la présence de défauts in-situ est susceptible d'altérer les propriétés énergétiques des propergols et explosifs composites. Par conséquent, l'évaluation mécanique ou physique de la vulnérabilité des missiles (propulseurs) et des têtes militaires, la connaissance du comportement à la rupture de ces matériaux pyrotechniques aux grandes vitesses de déformation sont d'un intérêt considérable, (M. NAIT Abdelaziz [ 1 ]). Le caractère à la fois composite et agrégataire de ces matériaux implique l'existence de relations étroites entre leur propriétés mécaniques et leur microstructure. (Ph. HUMBERT, Ph. BOULE [ 2 ], Ph. HUMBERT [ 3 ] et al.).

L'objectif principal de cette étude consiste à dégager les effets des composantes individuelles (charges cristallines, liant) sur les mécanismes de rupture des explosifs et des propergols composites lors de sollicitations en traction.

### **IV-2 - Matériaux étudiés**

#### **IV-2-1 - Composition et mise en oeuvre**

Les propergols et explosifs composites que nous avons étudiés sont constitués principalement de deux parties distinctes (1).

i) la charge énergétique

ii) la matrice ou liant

Nous présenterons sous forme de tableau, les différentes compositions étudiées ainsi que leurs principales caractéristiques, à savoir, la nature du produit, le type de charge énergétique et le type de liant.

| nature du produit | type de charge énergétique (1) | % pondéral | type de liant (1) | % pondéral |
|-------------------|--------------------------------|------------|-------------------|------------|
| propergol 1B      | perchlorate d'amonium + al     | 86         | polybutadiène     | 14         |
| explosif 21       | octogène *                     | 86         | polyuréthane      | 14         |
| explosif 30       | octogène                       | 86         | polyuréthane      | 14         |
| explosif 4E       | octogène                       | 82         | polyuréthane      | 18         |
| explosif 5B       | octogène                       | 82         | polybutadiène     | 18         |
| explosif 5E       | octogène                       | 82         | polyuréthane      | 18         |

Tableau IV-1 : Caractéristiques des matériaux étudiés

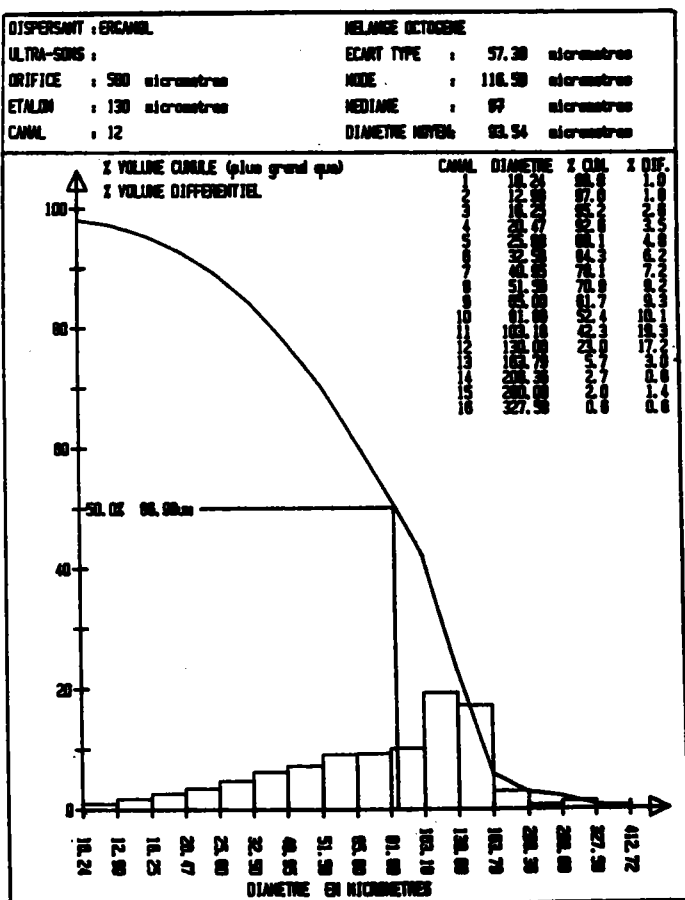
La mise en oeuvre des propergols et explosifs composites s'effectue par un malaxage des deux parties précitées (1) auxquelles on ajoute généralement un catalyseur. Ensuite, ces produits sont coulés dans des moules de différentes formes, puis placés à l'intérieur d'une étuve pour une durée de 15 20 jours.

\* octogène : charge cristalline explosive

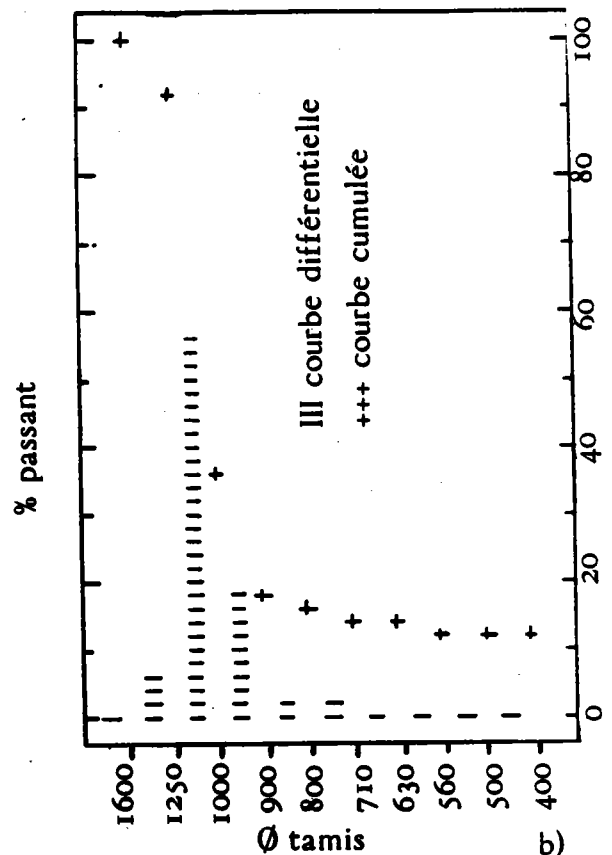
## IV-2-2 - Granulométrie

Les répartitions granulométriques en mesure des différentes compositions étudiées ont été obtenues par tamisage ou par sédimentation. Ce dernier procédé est utilisé pour des granulométries dont le diamètre moyen des grains sont inférieurs à  $\approx 50\text{-}100\mu\text{m}$  selon la nature des charges.

Un exemple de ces différentes mesures est présenté Fig. IV-1 :

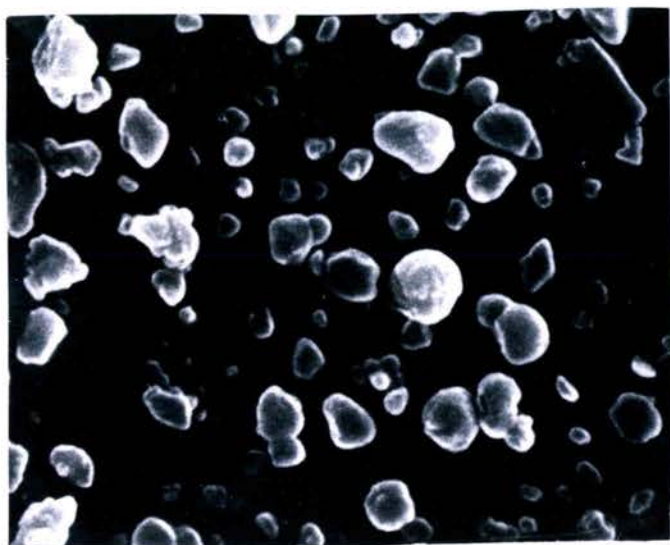


a)

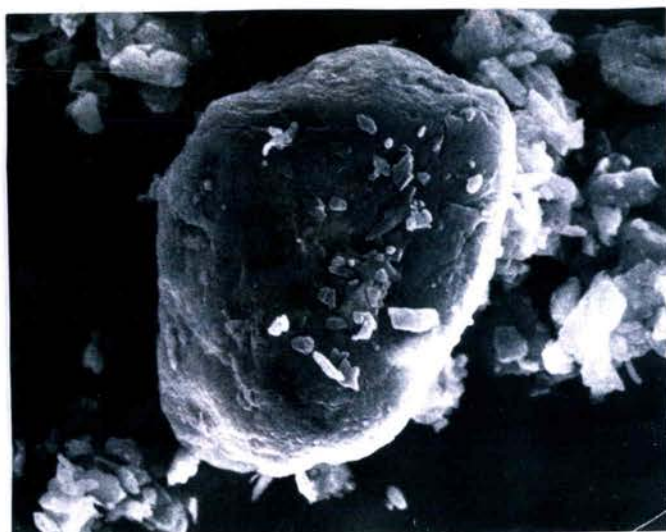


b)

Figure IV-1 : Résultats d'analyses granulométriques par un procédé de sédimentation (fine granulométrie) a) et par un procédé de tamisage (grosse granulométrie) b).

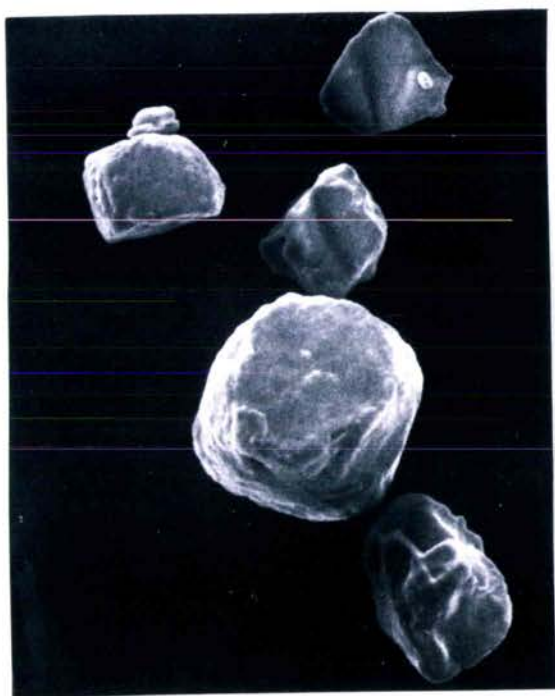


x 400



x 800

a)



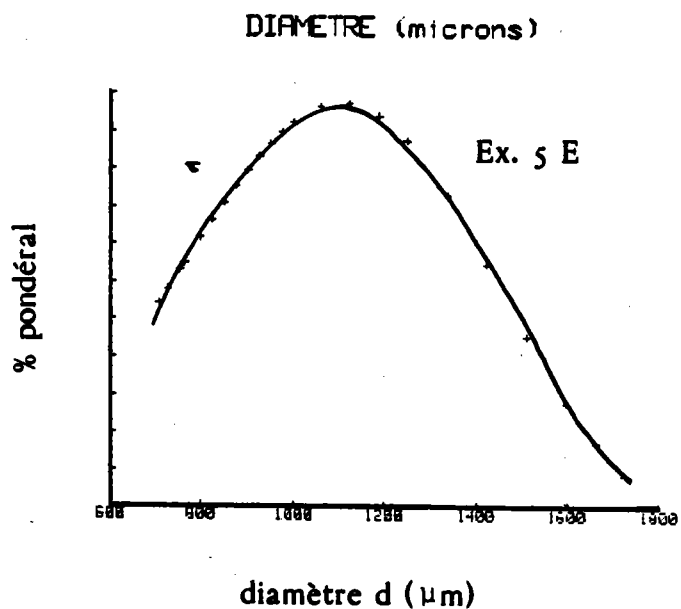
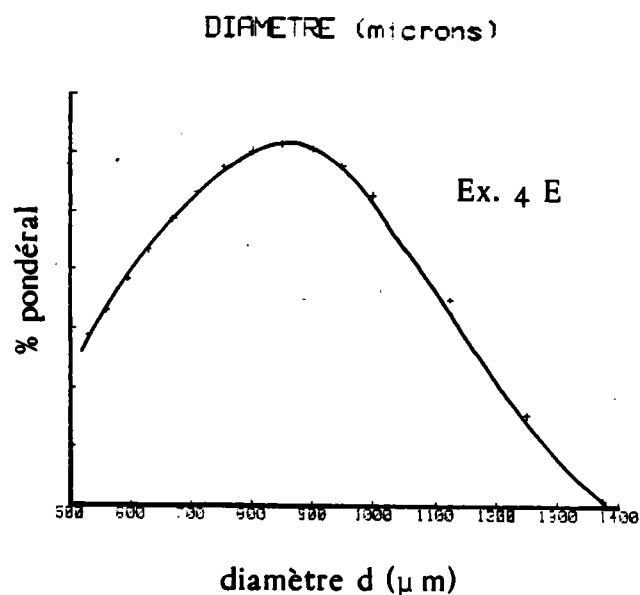
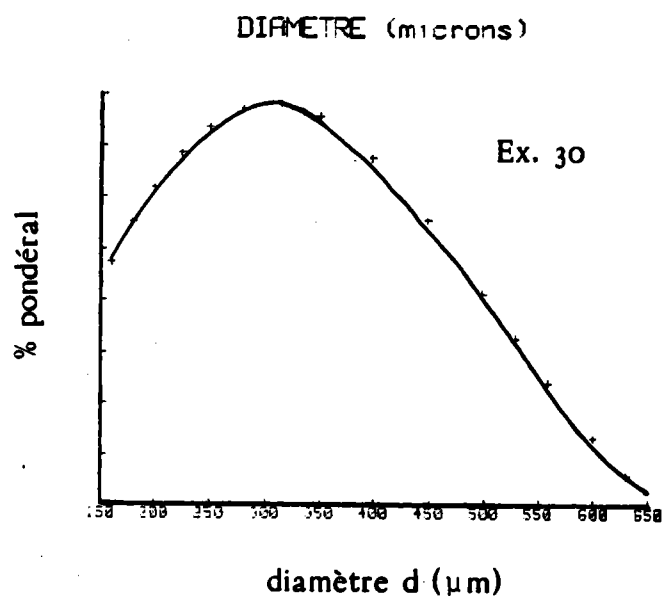
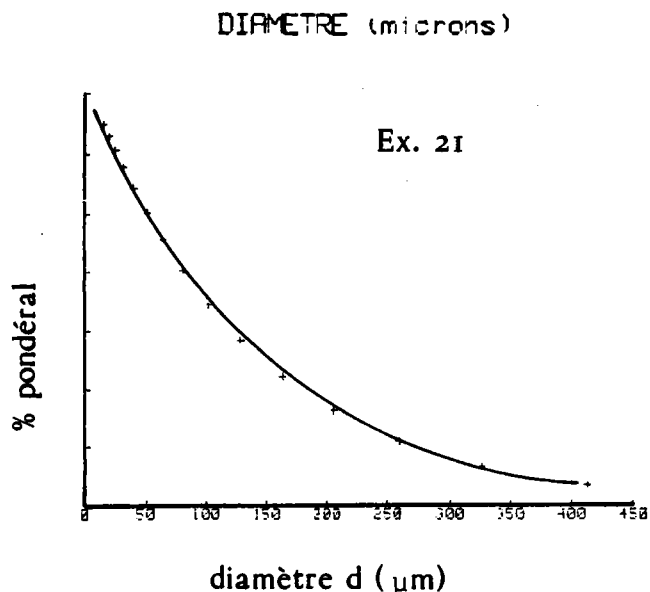
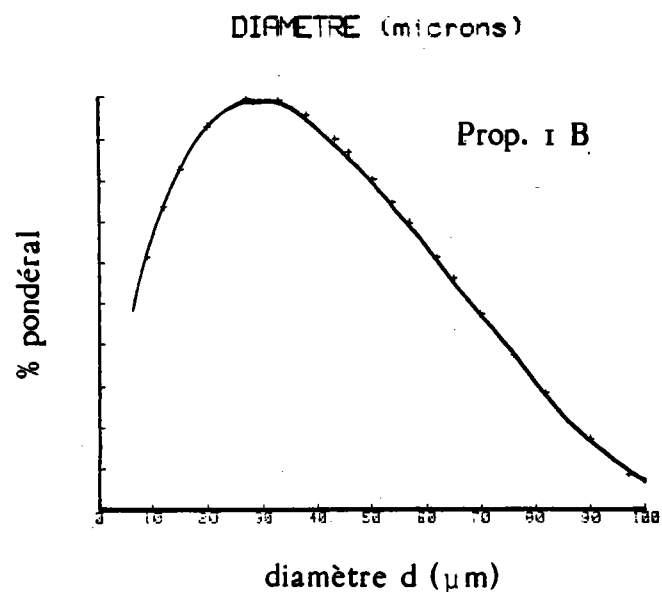
x 100



x 400

b)

Figure IV-2 : Différents types de charges cristallines  
a) octogène et b) perchlorate d'amonium



$$f(d) = \frac{m}{d_0} \cdot \left(\frac{d}{d_0}\right)^{m-1} \cdot \exp\left\{-\left(\frac{d}{d_0}\right)^m\right\}$$

**Figure IV-3 :** Distributions de tailles de charges cristallines des matériaux étudiés (d'après Eq. IV-1)

Afin de décrire parfaitement la granulométrie en mesure des tailles de charges cristallines (Fig.IV-2) nous avons utilisé la méthode de WEIBULL [ 4 ] sous la forme :

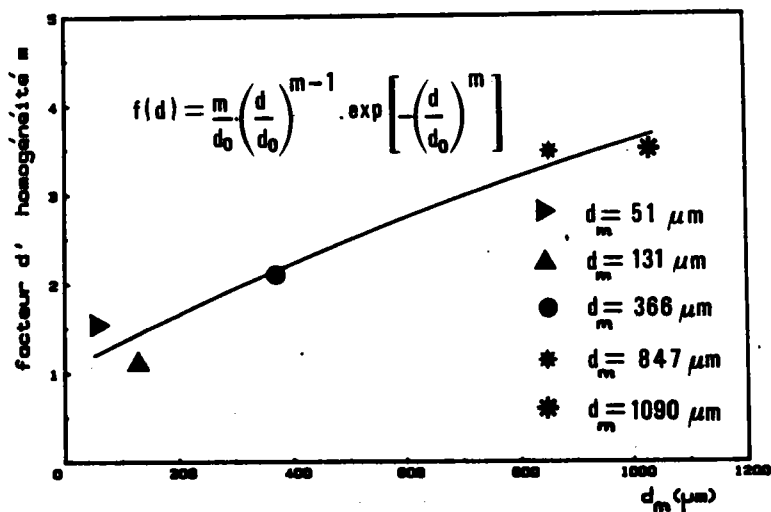
$$f(d) = \frac{m}{d_0} \cdot \left( \frac{d}{d_0} \right)^{m-1} \cdot \exp \left\{ - \left( \frac{d}{d_0} \right)^m \right\} \quad \text{IV-1}$$

$d$  = diamètre de grain

$d_0$  = constante de normalisation

$m$  = facteur d'homogénéité ou module de Weibull

La figure IV-3 montre les résultats obtenus pour les différentes compositions étudiées. On remarque que les distributions sont correctement décrites à l'aide de l'éq. IV-1, le facteur d'homogénéité étant une fonction effective du diamètre moyen ( $d_m$ ) des charges cristallines (Fig. IV-4). Ces résultats sont en accord avec ceux obtenus par (GANGULEE et GURLAND [ 5 ]), pour des particules de silicate de formes allongées dont les valeurs du diamètre moyen sont 2,5, 3,5 et 9,8  $\mu\text{m}$ , respectivement.

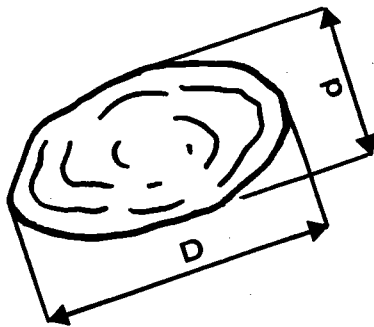


**Figure IV-4 :** Distributions de taille des particules :Relation entre facteur d'homogénéité ( $m$ ) et le diamètre moyen de grain ( $d_m$ )



La dépendance de  $m$  vis-à-vis de  $d_m$  est vraisemblablement due au fait que certaines particules présentent des formes d'ellipsoïdes de révolution d'une certaine élongation  $D/d$  variant elle-même avec la taille des particules.

Néanmoins, l'écart observé sur le facteur d'inhomogénéité semble moins important dans notre cas, puisque les valeurs du diamètre médian varient entre 51  $\mu$ m et 1090  $\mu$ m respectivement.



$D$  = plus grand diamètre

$d$  = plus petit diamètre

$D/d$  = élongation

Figure IV-5 : Facteur de forme

### IV-3 - Machine de traction grande vitesse

#### IV-3-1 - Description technologique

Les essais de traction dynamique sont effectués sur une machine de traction hydraulique représentée (Fig. IV-6)

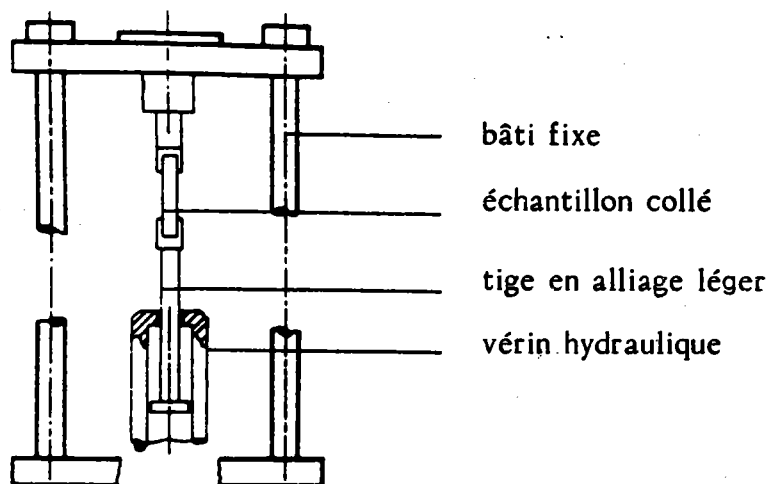


Figure IV-6 : Schéma descriptif de la machine de traction à grande vitesse

Ce système expérimental est composé essentiellement d'un vérin hydraulique et d'un lanceur en alliage d'aluminium. L'échantillon est collé sur des mors venant s'insérer entre le lanceur et le bâti fixe. Le chargement de l'éprouvette s'effectue grâce à une onde de tension générée par l'impact du vérin hydraulique sur le lanceur en alliage d'aluminium. La déformation induite par l'onde de tension est mesurée au moyen d'un capteur inductif tandis que l'amplitude de la contrainte est obtenue grâce à des jauges de déformation montées sur la partie supérieure du bâti fixe, ou bien sur la tige du lanceur impacté. Les différents signaux sont éventuellement amplifiés grâce à deux ponts d'extensométrie SEDEME type TS 106 puis enregistrés sur un oscilloscope à mémoire numérique NICOLET 4197. Ensuite, les résultats sont stockés sur disquettes ou sur le disque dur d'un ordinateur BULL MICRAL 30 avant le traitement.

#### IV-3-2 - Essais réalisés

Les divers critères de rupture abordés au Chapitre II, nécessitent la connaissance des courbes charge-déplacement, pour différentes vitesses de chargement. De plus, l'analyse statistique des résultats requiert un nombre suffisant

d'essais, pour chaque type de chargement.

Les caractéristiques mécaniques des explosifs et propergols composites étant dépendantes de la vitesse de déformation pour laquelle elles sont mesurées, il est intéressant d'effectuer des essais pour plusieurs valeurs de ce paramètre (Tabl. IV-2), et ce, pour toutes les compositions étudiées

| Vitesse de traction | Statique | Vitesses intermédiaires |           |      | Dynamique |
|---------------------|----------|-------------------------|-----------|------|-----------|
|                     | 50mm/mn  | 500mm/mn                | 5000mm/mn | 2m/s | 20m/s     |
| Nombre d'essais     | 25       | 5                       | 5         | 6    | 25        |

Tableau IV-2 : Tableau regroupant les différentes vitesses de sollicitation et les nombres d'essais correspondants.

Les premières mesures ont été réalisées sous sollicitation statique (2) de façon à disposer des premières données puis sous chargement dynamique (2), but de notre étude.

#### IV-3-2-1 - Essais statiques

La machine de traction utilisée pour les essais de traction statique ( $V_T=50\text{mm/mn}$ ) est une INSTRON 1195 pilotée par un ordinateur BULL MICRAL 30. Dans ce cas, les courbes charge-déplacement sont directement proportionnelles aux enregistrements de l'essai. Un exemple de dépouillement d'essai statique est représenté sur la figure IV-7a

---

(2) Par convention dans cette étude, nous entendrons par sollicitation statique, les vitesses de traction de 50 mm/mn et par sollicitation dynamique ceux à 20m/s (limite des capacités machine).

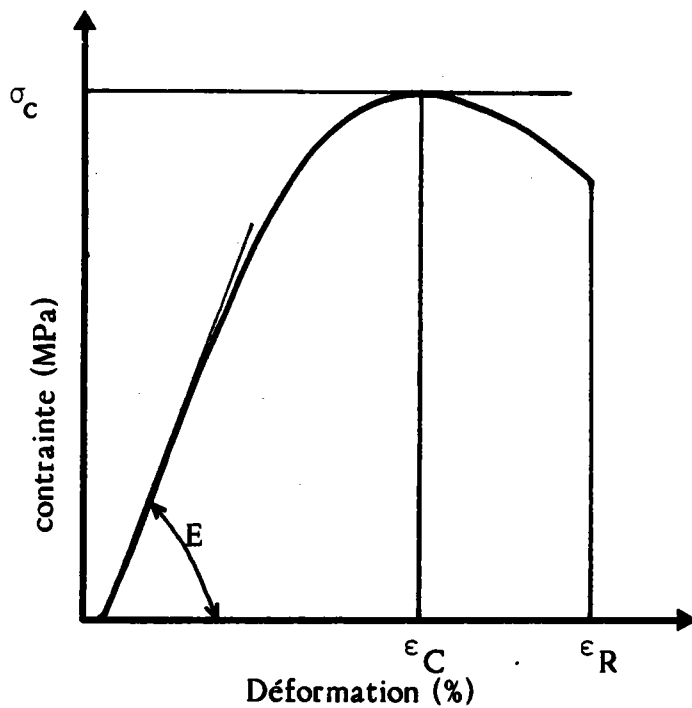


Figure IV-7a : Exemple de dépouillement d'un essai de rupture sur une éprouvette haltère

#### IV-3-2-2 - Essais dynamiques

Pour ces essais, les évolutions des forces (contraintes) et des déplacements (déformations) se déduisent de l'enregistrement des signaux obtenus lors de l'essai de traction rapide (Fig. IV-7b).

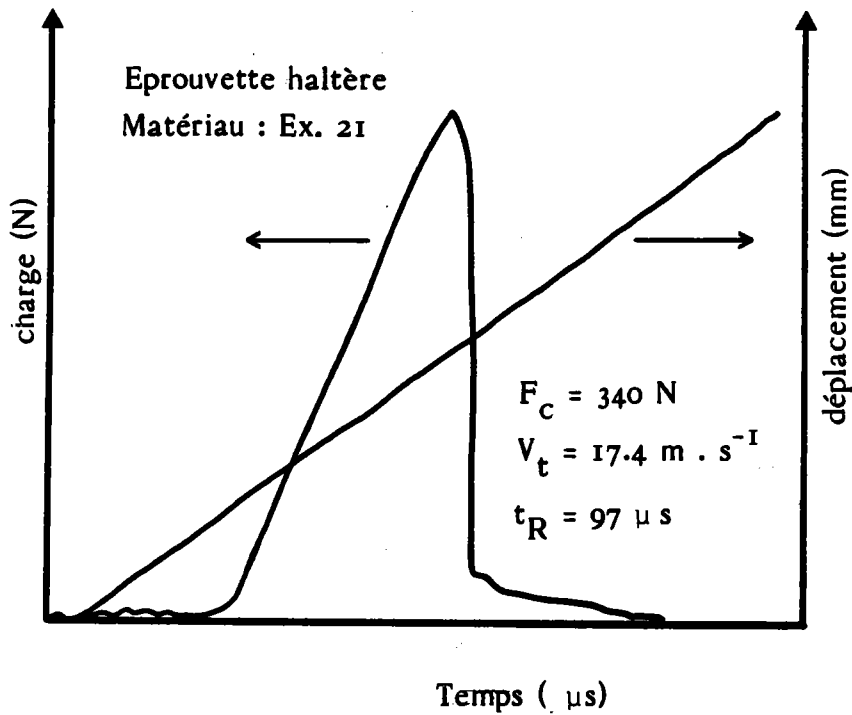


Figure IV-7b: Exemple d'enregistrement d'un essai dynamique .

#### IV-3-3 - Détermination des contraintes, des déformations et vitesses de déformation

Dans tous les cas de chargement (Tabl. IV-2) les contraintes et les déformations sont calculées à partir des forces et des déplacements.

$$\sigma = \frac{P}{S(\epsilon)} \quad \text{IV-(2)}$$

où  $P$  = force appliquée à l'éprouvette

$S(\epsilon)$  = section moyenne instantanée de l'éprouvette

$$S(\epsilon) = \frac{S_0}{1 + \epsilon} \quad \text{IV-(3)}$$

si l'on suppose le volume constant au cours de l'allongement où :

$S_0$  = section initiale de l'éprouvette

$\epsilon$  = déformation

La déformation est donnée par la relation :

$$\epsilon = \text{Log} (1 + u) \quad \text{IV-(4)}$$

où  $u = \frac{\Delta h}{h_0}$  = allongement relatif de l'éprouvette

Dans les différents cas de chargements la vitesse de déformation moyenne est calculée à l'aide de la relation :

$$\dot{\epsilon} = \frac{\epsilon_R}{t_R} \quad \text{IV-(5)}$$

où

$t_R$  représente le temps écoulé de  $t_0 = 0$  jusqu'à la déformation  $\epsilon_R$  finale.

#### IV-3-4 - Géométrie des échantillons

La théorie empirique de WEIBULL [ 6 ] n'impose pas de conditions quant à l'état de contrainte dans l'échantillon testé. Néanmoins, certains effets d'anisotropie dus à la microstructure doivent être observés.

Si l'on considère que dans certains cas de chargement, les charges cristallines servent d'amorçage à la rupture (E.L. LEE et al. [ 7 ] ), celles-ci ne doivent pas présenter d'orientations spatiales particulières: le matériau doit être isotrope à l'échelle macroscopique.

Les différentes compositions étudiées (Fig. IV-3) présentent des granulométries de diamètres médians différents (51, 130, 366, 847 et 1089  $\mu\text{m}$  respectivement). Le tableau IV-3 montre les différentes formes d'éprouvettes utilisées pour les essais de traction.

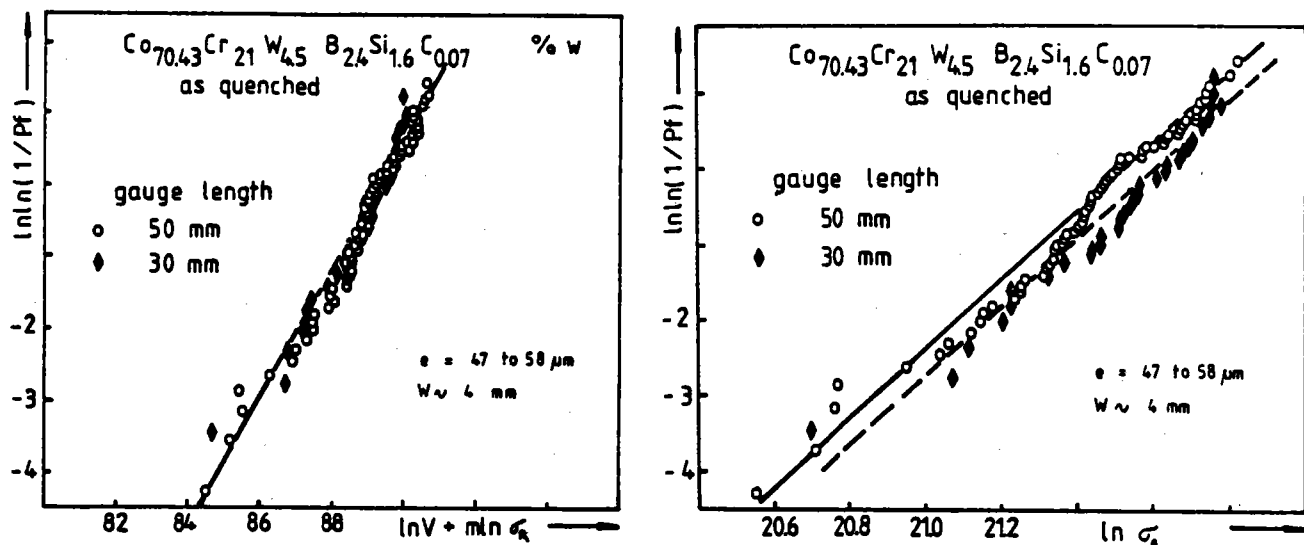
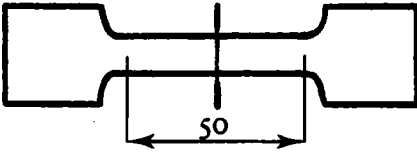
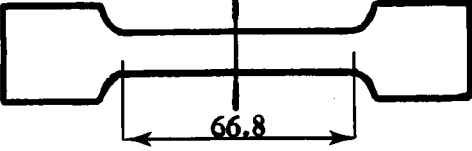


Figure IV-8 : Vérification de l'effet de volume d'après [ 8 ] .

Les diagrammes de Weibull obtenus pour deux valeurs différentes de volume contraint, dans le cas de deux alliages de verres métalliques. Les pentes des deux distributions sont sensiblement identiques dans le cas a), l'effet de volume est parfaitement vérifié dans le cas b).

D'autre part, si l'on se réfère aux travaux de M. CALVO [ 8 ] portant sur la fragilisation des verres métalliques, nous pouvons considérer que la statistique de WEIBULL n'est pas influencée par la variation de volume (Fig. IV-8). Notre choix concernant deux différentes dimensions d'éprouvettes paraît donc raisonnable.

| Compositions                               | Type d'éprouvette                                                                 |
|--------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------|
| Propergol 1B<br>Explosif 21<br>Explosif 30 |  |
| Explosif 4E<br>Explosif 5B<br>Explosif 5E  |  |

Echelle 0.5

Tableau IV-3 : Types d'éprouvettes utilisées

#### IV-4 - Analyse fractographique

L'analyse des surfaces de rupture après essais devient souvent très importante quand on tente de modéliser le(s) mécanisme(s) de rupture. De plus en plus, dans cette entreprise, la fractographie quantitative, à travers l'analyseur d'images, se révèle comme étant l'outil indispensable et complémentaire au microscope électronique à balayage.

##### IV-4-1 - Préparation des échantillons

Les différentes phases en présence sur les surfaces de rupture (liant ou charges cristallines) ne sont souvent pas discernables sur les faciès de rupture à l'état brut. Nous avons utilisé à cet effet une technique de métallisation. Une couche d'or de qq 1/100 Å d'épaisseur est déposée sur les surfaces à observer. Grâce à cette technique, les zones de clivage perpendiculaires à la direction de la sollicitation apparaîtront comme des surfaces réfléchissantes donc brillantes tandis que le liant présentant une surface rugueuse sera diffuseur de lumière et présentera un aspect mat.



#### IV-4-2 Analyseur d'images

##### IV-4-2-1 - Système d'analyse et de traitement

L'analyse automatique des images de faciès de rupture est réalisée sur un processeur digital, l'analyseur d'images VICOM équipé d'un logiciel de microscopie quantitative CYTIX (Chap. III).

##### IV-4-2-2 - Mise au point d'un dispositif expérimental

Nous avons vu au Chapitre III qu'une surface de rupture peut être caractérisée grâce à la proportion de ses différentes phases (liant et charges cristallines) et à sa topographie. Le dispositif expérimental permettant d'effectuer les mesures sur les surfaces de rupture est représenté de manière schématique (Fig. IV-9).

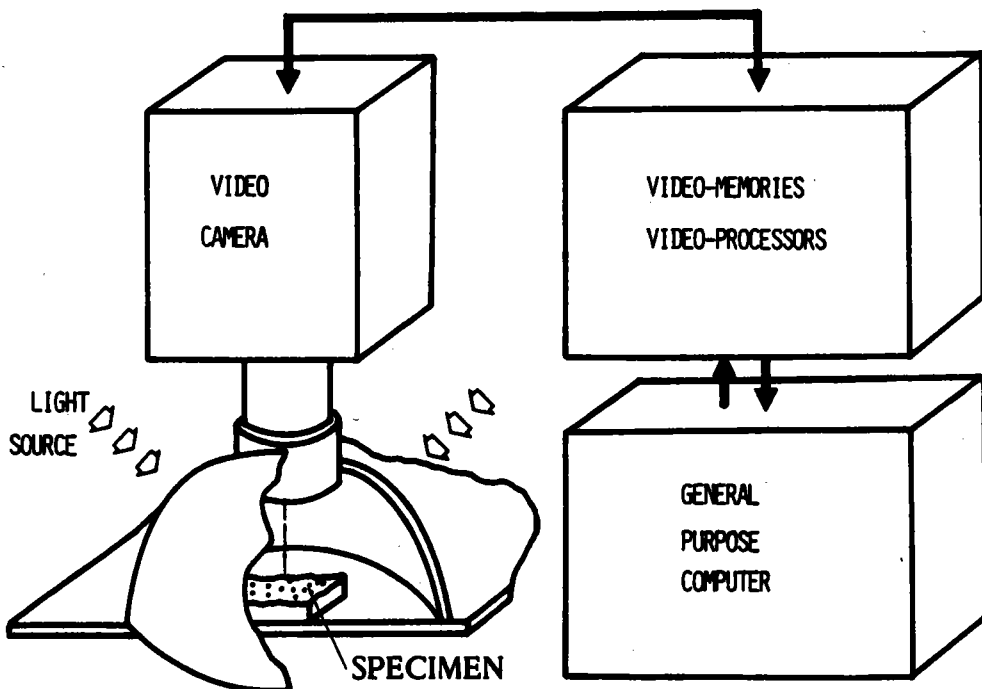


Figure IV-9 : Dispositif expérimental d'analyse.

Pendant l'acquisition de l'image, l'échantillon est disposé sur un banc de macro-photographie. Afin de s'assurer d'une lumière homogène un diffuseur est interposé entre l'objet étudié et les sources lumineuses. De cette manière, l'analyse des surfaces de rupture est rendue plus aisée, car elle permet facilement de mettre en évidence les phases intéressantes qui font l'objet de l'étude.

#### IV-4-2-3 - Méthodologie de dépouillement - Algorithmes utilisés

##### i) analyse profilométrique

Au regard de l'analyse profilométrique la figure IV-10 illustre les notations utilisées. Une analyse paramétrique simple est menée utilisant la rugosité linéaire notée ( $R_L$ ), la rugosité surfacique notée ( $R_A$ ) et l'indice de branchement ( $B_L$ ) définis au Chapitre III.

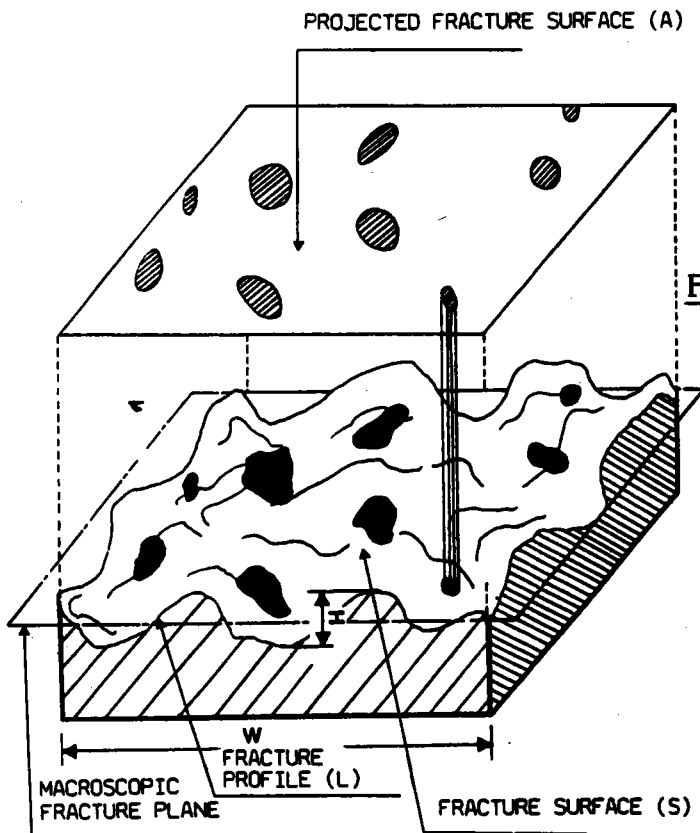


Figure IV-10 : Représentation schématique de la surface de rupture et de ses notations.

$$R_L = L/W \quad \text{IV-(6a)}$$

$$R_A = S/A \quad \text{IV-(6b)}$$

$$B_L = H/W \quad \text{IV-(6c)}$$

La rugosité surfacique  $R_A$  peut être calculée grâce à la relation suivante : (M. COSTER et J.L. CHERMANT [9]),

$$R_A = \frac{R_L + \pi/2 - 2}{\pi/2 - 1}, R_L < \pi/2 \quad \text{IV-(7)}$$

La rugosité surfacique  $R_A$  calculée à partir de la rugosité linéaire  $R_L$  varie avec le grandissement utilisé. Ces paramètres interviennent systématiquement dans les relations stéréométriques en fractographie quantitative. La question qui se pose alors est de savoir quelle valeur de  $R_L$  choisir pour calculer ces relations (IV-6). La précision de la mesure de  $R_L$  est approximativement de l'ordre de grandeur de celle de la microstructure.

Dans notre cas, les mesures de la rugosité sont faites en fonction de la surface réelle dont on analyse le profil avec une résolution capable de résoudre la microstructure des différents produits analysés (Fig. IV-3).

ii) analyse des surfaces de rupture :

Les différents faciès rencontrés sur une surface de rupture peuvent se résumer ainsi :

- rupture transgranulaire
- décohésion intergranulaire
- stries de fatigue...

Ces différentes phases apparaissant sur les faciès peuvent être caractérisés quantitativement par des paramètres relatifs à l'image projetée (A) (Fig.IV-10) de manière analogue à ceux relatifs à ceux de l'image polie (E.R. WEIBEL [10]).

Dans le cas de la rupture de nos matériaux composites les phases présentant un intérêt sont les charges cristallines et le liant. Les analyses sont menées sur la surface projetée  $A^{(n)}$ . La densité numérique  $N_S$  et la fraction surfacique  $S_S$  mesurées sur la surface de rupture  $S_f$  sont obtenues à partir de la densité numérique  $N_A$  et de la fraction surfacique  $A_A$  mesurées sur la surface projetée grâce aux relations stéréométriques suivantes : (S.M. El. SOUDANI [11]), dans le cas de surfaces de rupture avec une courbure aléatoire :

$$N_S = \frac{N_A}{R_A} \quad \text{et} \quad S_S = A_A = V_V; R_A = 2 \quad \text{IV-(8)}$$

Le tableau IV-4 regroupe les différentes notations utilisées pour la caractérisation paramétrique de la surface de rupture.

|                     | Surface de rupture (S) | Projection (A) |
|---------------------|------------------------|----------------|
| Densité surfacique  | $N_S$                  | $N_A$          |
| Fraction surfacique | $S_S$                  | $A_A$          |

Tableau IV-4 : Densités et fractions surfaciques : notations.

(R.T. De HOFF [10]) a établi les différentes relations qui permettent de calculer la densité volumique  $N_V$  de particules dans la plupart des cas qui peuvent se présenter. Dans le cas d'une surface de rupture de courbure aléatoire,

la relation s'écrit :

$$N_V = N_A \cdot \frac{I}{2R} \quad \text{IV-(9)}$$

avec

$$R = \frac{4}{\pi} \cdot \bar{r}$$

où  $N_V$  = densité volumique

$\bar{r}$  = rayon moyen de la particule

$R$  = rayon de la particule.

### iii) Mesures et méthodologie de dépouillement

#### a) profil

Les mesures de profils sont effectuées à l'aide du montage représenté Fig. IV-9 auquel les modifications suivantes ont été apportées :

Les échantillons rompus font l'objet d'une préparation qui consiste à déposer une couche de résine synthétique sur la surface de rupture épousant le plus fidèlement son profil (Fig. IV-11).

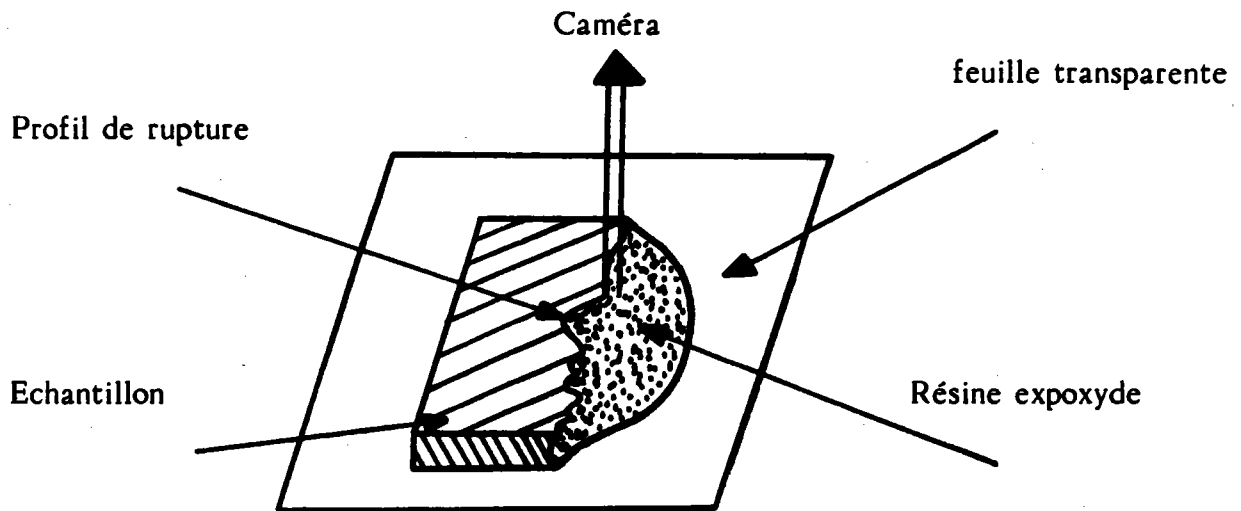


Figure IV-II : Profil de rupture

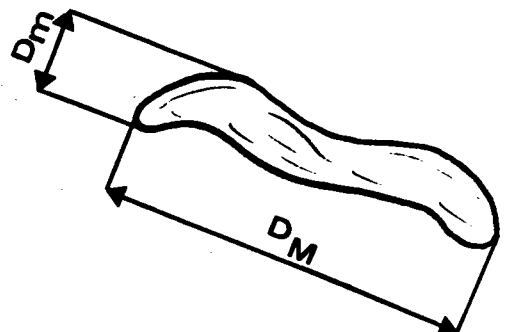
Un film plastique transparent est ensuite disposé sur le profil (résine-matériau) étudié, afin d'effectuer la mesure dans les meilleures conditions. Ce montage permet, une fois disposé sous le diffuseur, une bonne perpendicularité du plan de mesure par rapport à l'axe de la caméra vidéo. Dans ces conditions la mesure de ces profils par relecture des fichiers de paramètres créés par CYTIX nous permet le calcul de la rugosité linéaire  $R_L$  et de l'indice de branchement  $B_L$ , (15 mesures par type de sollicitation et par type de matériau).

Enroulement :

$$R_L = \frac{\text{Périmètre}}{2 \cdot (\text{Diamètre de Férêt max})}$$

$\frac{1}{\text{Elongation}}$  :

$$B_L = \frac{\text{Diamètre de Férêt minimum}}{\text{Diamètre de Férêt maximum}}$$



Les différents algorithmes utilisés pour cette mesure sont représentés sous forme d'ordinogramme (Tableau IV-5) et illustrés à chaque étape du traitement de l'image correspondante.

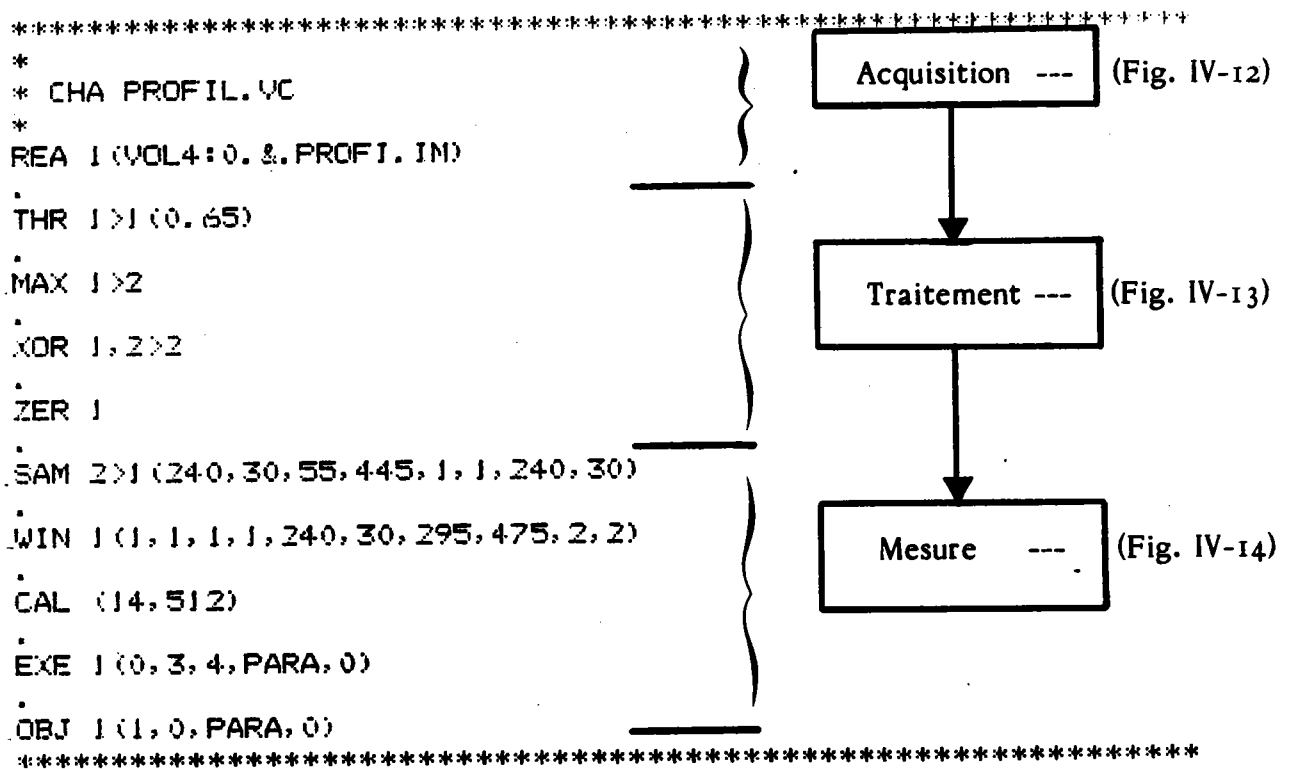


Tableau IV-5 : Algorithmes de dépouillement pour l'analyse du profil de rupture

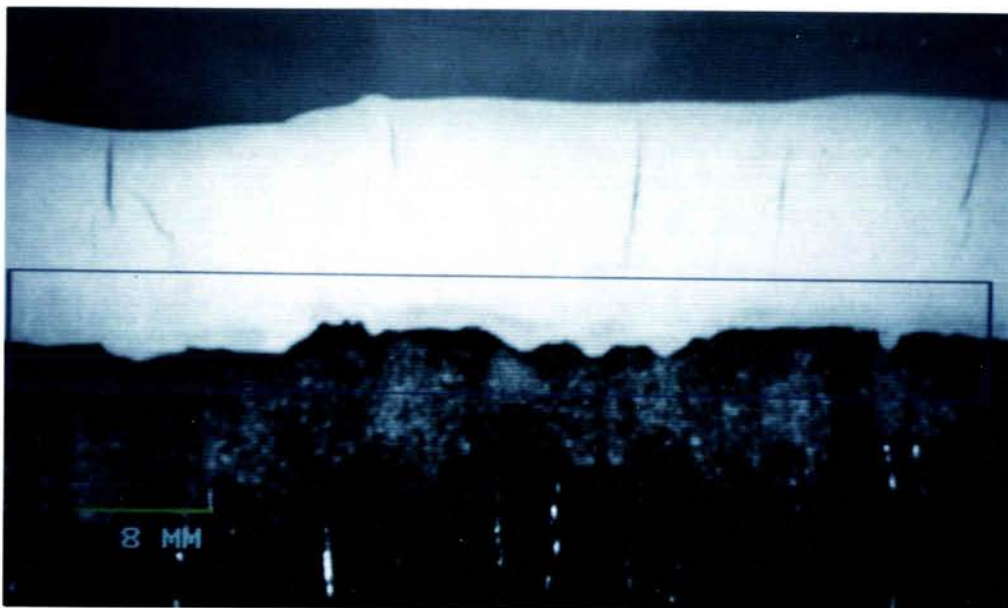


Image numérisée du profil de rupture:  
la zone d'intérêt est encadrée par le  
masque de mesure.

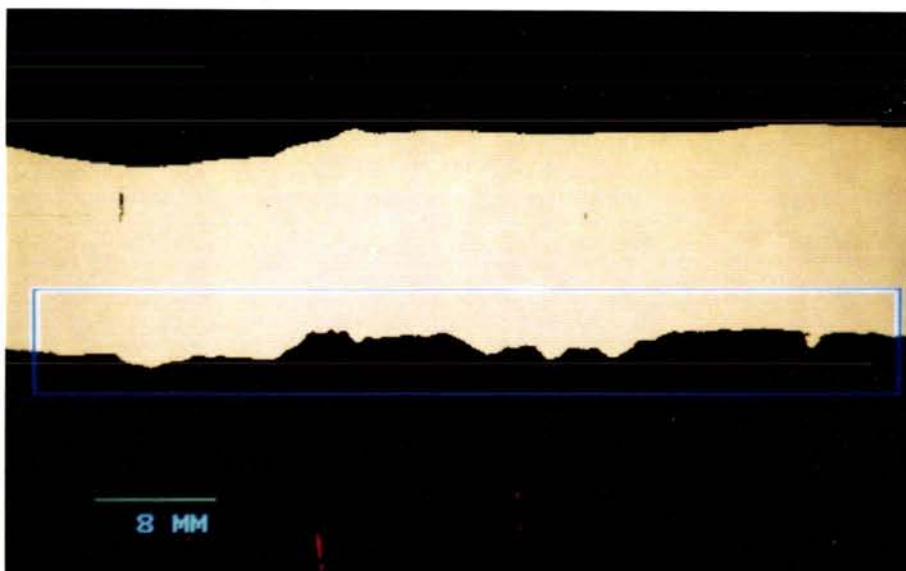
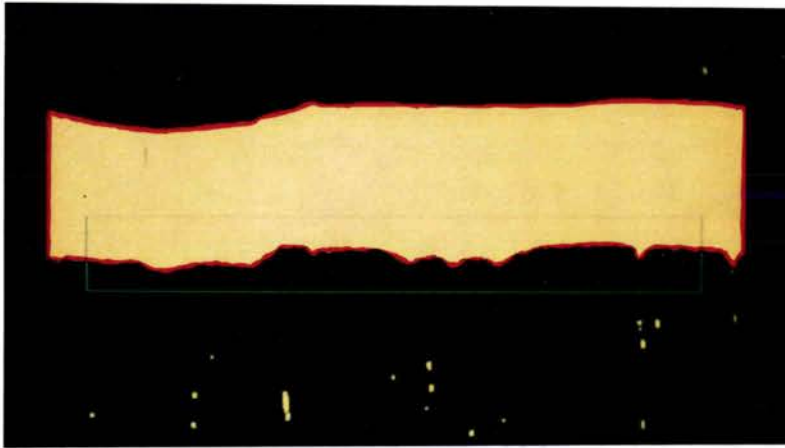


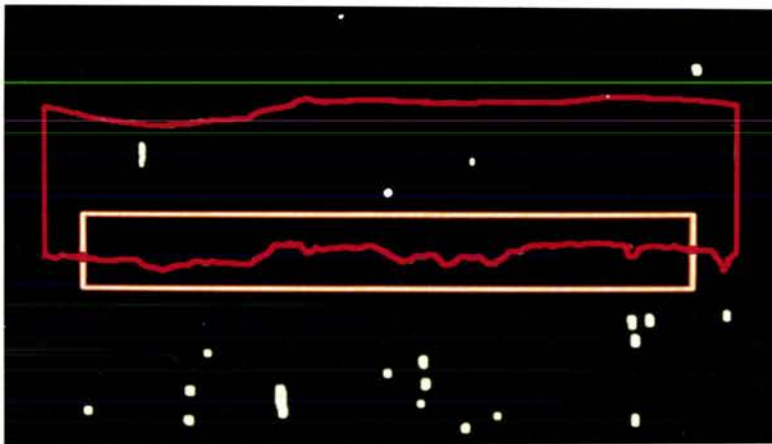
Image binaire obtenue par seuillage semi-  
automatique de l'image numérique.

## ANALYSE PROFILOMETRIQUE : SEUILLAGE





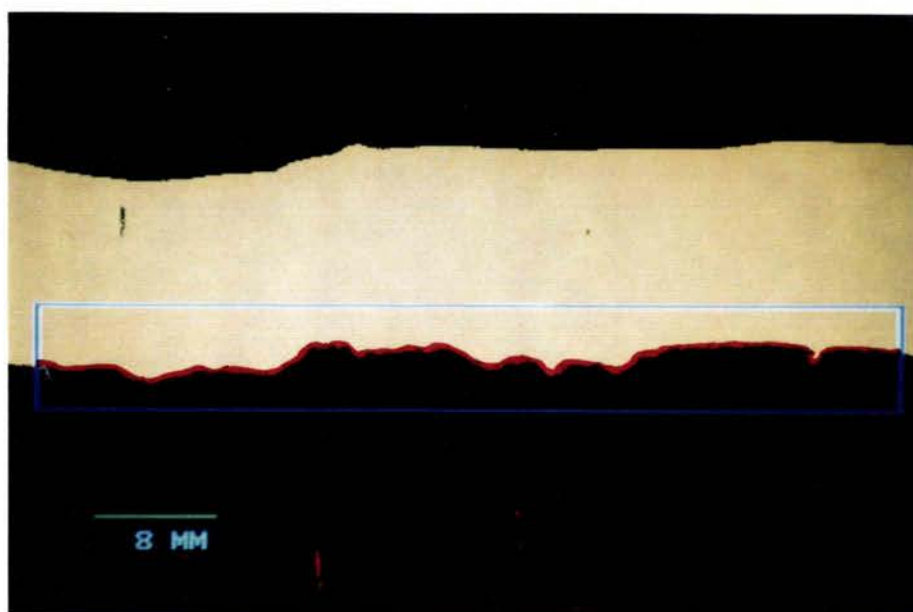
Dilatation par un carré :  ( élément structurant ). La frontière du dilaté est représentée en rouge sur l'image.



Extraction du contour à l'aide d'une soustraction du dilaté et de l'image initiale.

## ANALYSE PROFILOMETRIQUE

## EXTRACTION DU PROFIL



Superposition du profil extrait et de l'image de départ. La mesure du profil détecté (en rouge sur l'image) est effectuée au moyen du logiciel d'analyse individuelle CYTIX.

## MESURE DE L'IMAGE BINAIRE

## CARACTERISATION DU PROFIL

b) surfaces de rupture :

L'analyse quantitative des surfaces de rupture nécessite une succession de transformations d'images. Contrairement au traitement utilisé pour les profils, celui des surfaces de ruptures intègre une transformation de l'histogramme des niveaux de gris de l'image considérée, afin d'en augmenter le contraste. Cette opération préliminaire permet par la suite une binarisation par seuillage plus aisée, donc une détection plus aisée des charges cristallines en présence sur la surface de rupture.

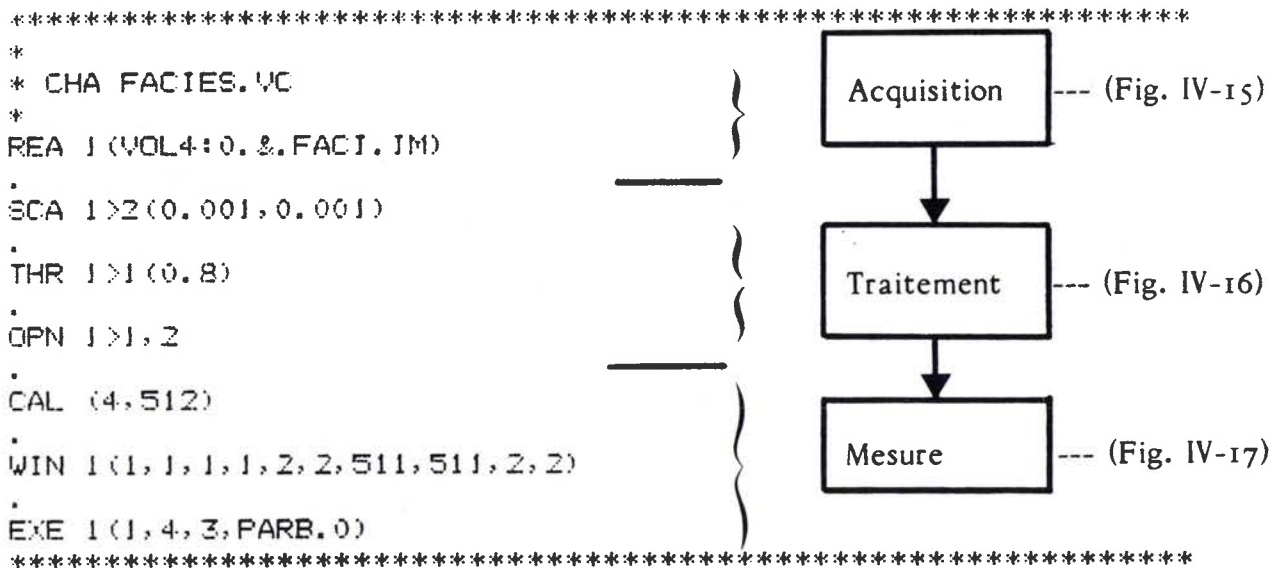


Tableau IV-7 : Algorithmes de dépouillement pour l'analyse d'une surface de rupture

Les différentes étapes du traitement des surfaces de rupture sont représentées ci-après et illustrées des images correspondantes. La mesure des paramètres tels que le rayon moyen, le diamètre de Férêt moyen et la surface) s'effectue automatiquement par CYTIX, puis il sont représentés sous forme d'histogrammes. Les exemples suivants représentent pour un type de matériau et un type de sollicitation donnés une mesure moyenne statistique effectuée sur 15 surfaces de rupture.

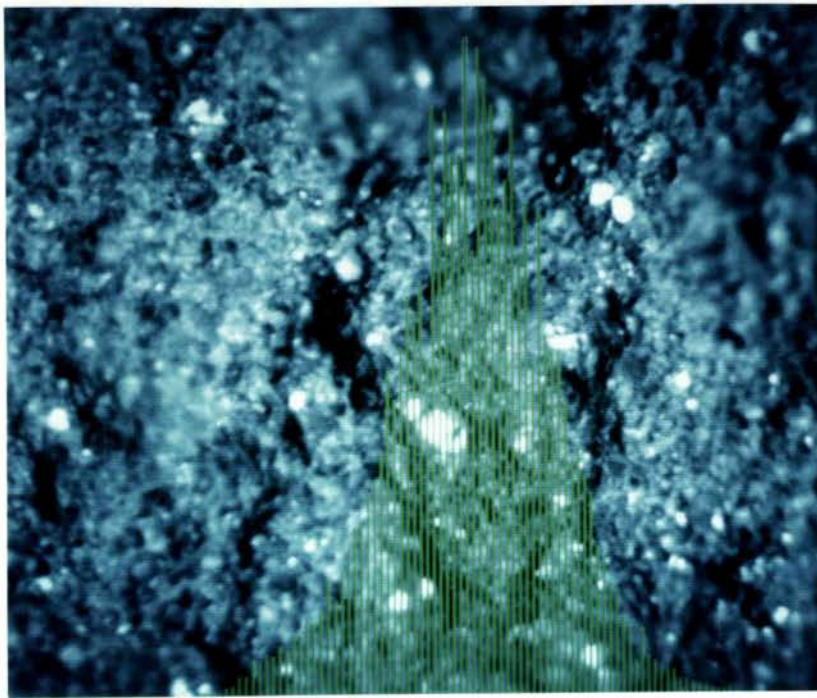


Image numérisée du faciès de rupture et histogramme correspondant des niveaux de gris.

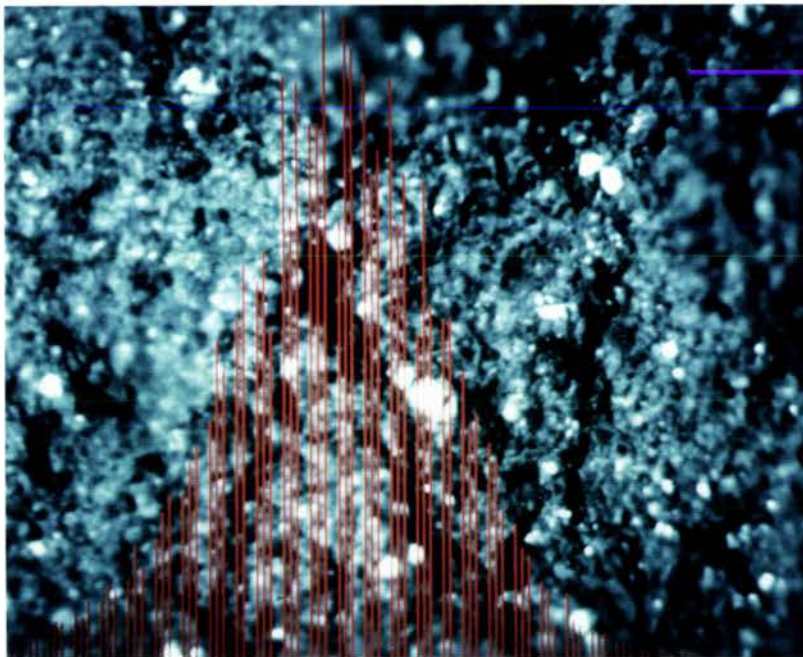


Image améliorée par augmentation du contraste ( scaling ).

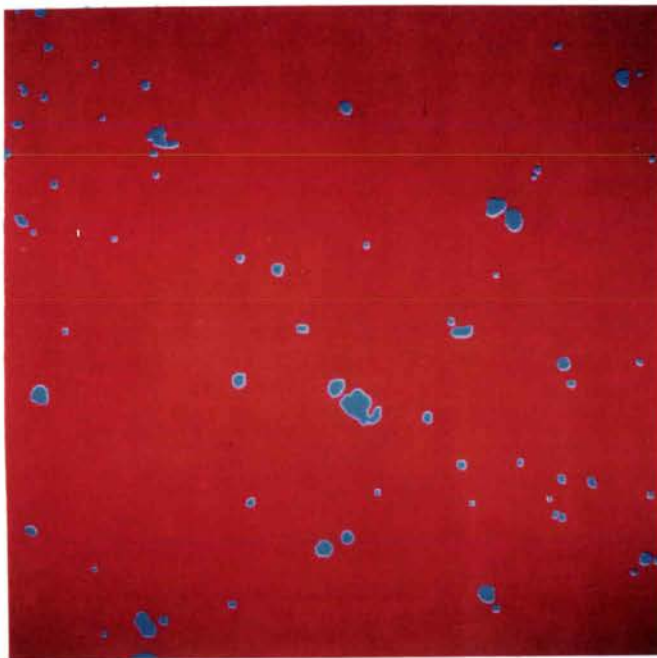
## TRAITEMENT DE L'IMAGE NUMERIQUE

### AMELIORATION DU CONTRASTE



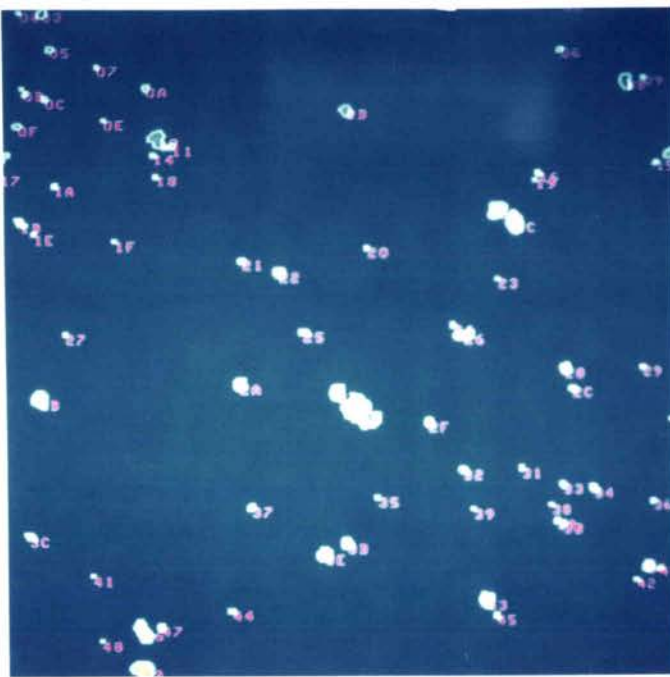


Image binaire obtenue par seuillage de  
l'image numérique; mise en évidence des  
grains cassés.

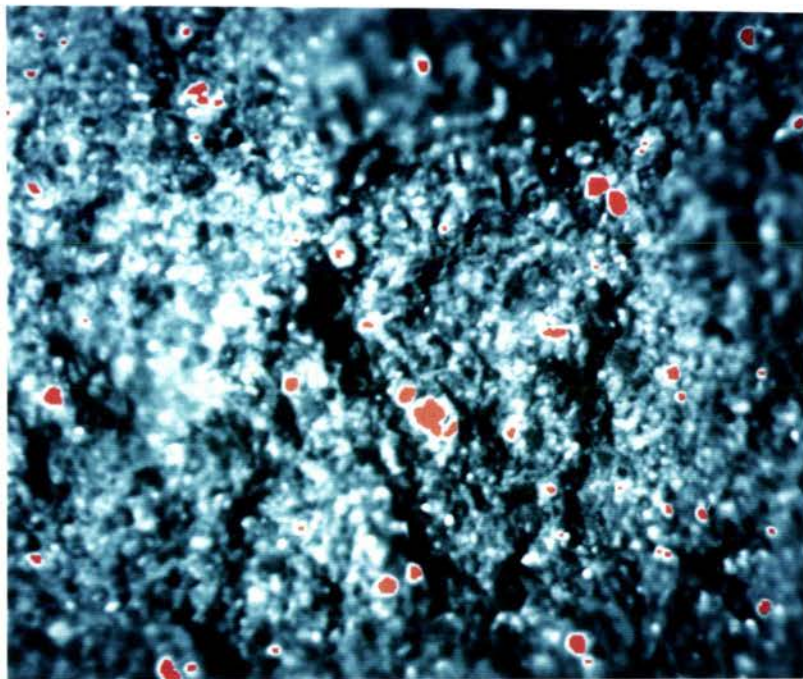


Filtrage par ouverture morphologique:  
élimination des petits grains. ( artefacts )

TRAITEMENT DE L'IMAGE BINAIRE  
ELIMINATION DES ARTEFACTS



Mesure de différents paramètres de taille et de forme au moyen du logiciel d'analyse individuelle CYTIX.



Superposition des grains détectés et de l'image de départ permettant de vérifier la qualité de la segmentation.

## MESURE DE L'IMAGE BINAIRE

## TAILLE ET PROPORTION DES GRAINS CASSES

#### IV- 5 - Conclusions

Dans ce chapitre, nous avons décrit toutes les méthodes expérimentales nécessaires afin de déterminer l'influence de la microstructure sur le comportement à la rupture d'explosifs et de propergols composites. Après des essais de traction à différentes vitesses de sollicitation, les échantillons sont collectés afin de mener une analyse fractographique quantitative. Nous présenterons dans le chapitre suivant les différents résultats obtenus lors de ces investigations. Nous tenterons ensuite d'en donner une interprétation microscopique suite à une analyse statistique.

## **BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE IV**

- [ 1 ] M. NAIT Abdelaziz  
Thèse de Doctorat, I.N.P.L., Nancy, (1985)
- [ 2 ] Ph. HUMBERT, Ph. BOULE  
"Quantitative fractography of composite explosives"  
7th International Congress for Stereology, Caen, France,  
(2-9 Sept. 1987).
- [ 3 ] Ph. HUMBERT, F. STANKIEWICZ, Ph. BOULE  
"Image analysis and high filled polymer failure study"  
International Symposium on Pyrotechnics and Explosives  
Pekin, Chine, (2-9 Oct. 1987).
- [ 4 ] W. WEIBULL,  
"Ing. Ventenkaps. Akad. Handl"., N° 151, (1939).
- [ 5 ] K. WALLIN, T. SAARIO, K. TORRONNEN, Int. Jour. Of Frac.,  
Vol. 32, p. 201-209, (1987).
- [ 6 ] W. WEIBULL, Jour. Of Appl. Mech., Vol. 8, p. 293, (1951).
- [ 7 ] El. LEE and al., U.S. Dép<sup>t</sup>. of Energy by the Law. Liv. Nat. Lab.  
Contract N° W-7405-ENG-48, (1985).
- [ 8 ] M. CALVO, Thèse de Doctorat, Université de Caen, Caen, (1986).
- [ 9 ] M. COSTER, J.L. CHERMANT  
"Recents developments in quantitative fractography"  
International Metal Review, Vol. 4, N° 28, (1983).
- [ 10 ] E.R. WEIBEL, Stereological Methods, Vol. 2, Academic Press, (1980).
- [ 11 ] S.M. El. SOUDANI  
"Profilometric analysis of fracture"  
Metallography, Vol. 11, p. 247-336, (1978).



## **CHAPITRE V : RESULTATS EXPERIMENTAUX**

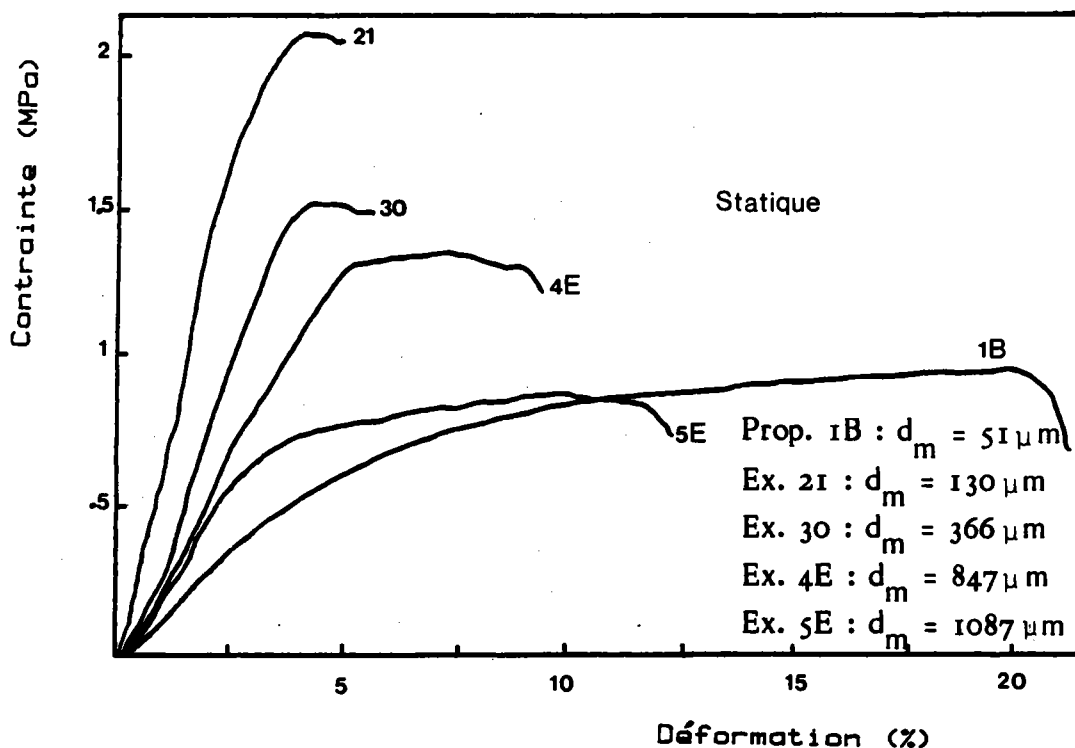
### **V-1 - Introduction**

Dans ce chapitre, nous avons rassemblé les différents résultats obtenus tout au long de ce travail. Nous donnerons tout d'abord les résultats obtenus lors des essais de rupture pour les différents matériaux testés. L'apport de la fractographie quantitative à travers la microscopie électronique à balayage et l'examen fractographique des zones de rupture se révélera indispensable dans l'étude approfondie du mécanisme de rupture.

### **V-2 - Evolution du comportement à la rupture en fonction de la vitesse de sollicitation**

#### **V-2-1 - Courbes contraintes-déformations**

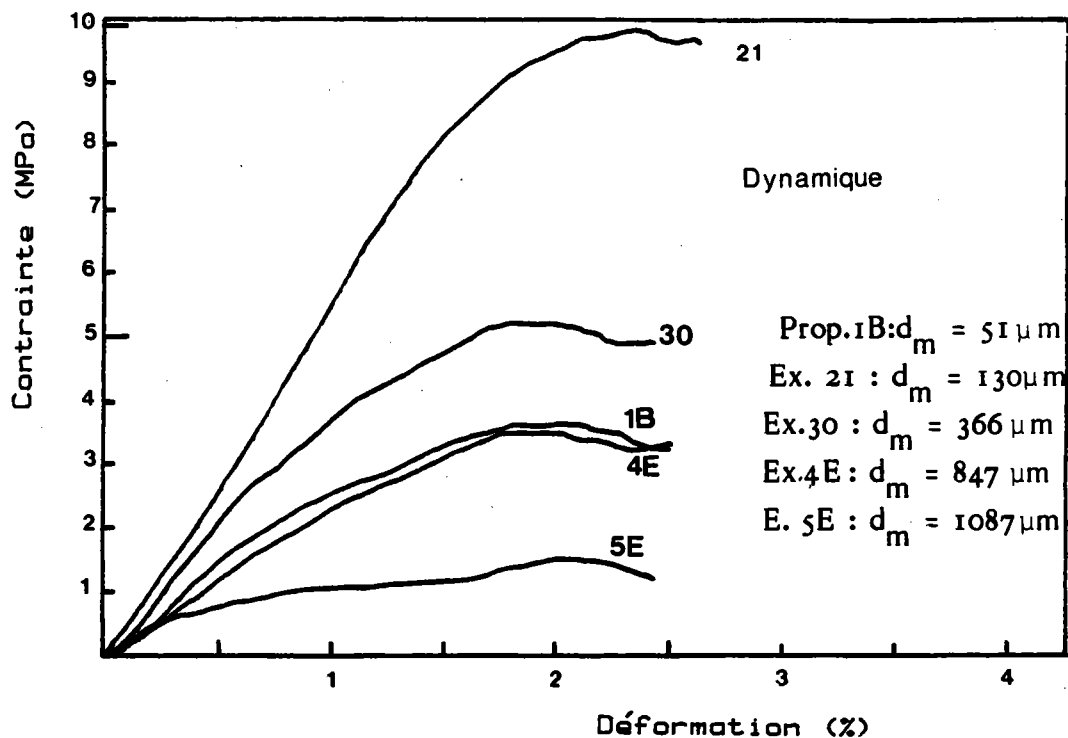
A partir des courbes charge-déplacements obtenues nous avons, pour les différents matériaux déterminé les lois de comportement  $\sigma = f(\epsilon)$  pour deux différents cas de chargement : a), (chargement statique et b), chargement dynamique). Les différentes courbes sont représentées (Fig. V-1 et V-2). Le caractère viscoélastique de ces matériaux laissait prévoir une augmentation sensible des niveaux de contraintes avec l'augmentation de la vitesse de déformation.



**Figure V-1** : Evolution des courbes contrainte-déformation sous une sollicitation statique en traction ( $V_T = 50 \text{ mm/min.}$ ).

| Matériau     | Diamètre moyen des grains<br>$d_m (\mu m)$ |
|--------------|--------------------------------------------|
| Propergol 1B | 51 $\mu m$                                 |
| Explosif 21  | 130 $\mu m$                                |
| Explosif 30  | 366 $\mu m$                                |
| Explosif 4E  | 847 $\mu m$                                |
| Explosif 5E  | 1087 $\mu m$                               |

**Tableau V-1** : Diamètres moyens des compositions étudiées.



**Figure V-2** : Evolution des courbes contrainte-déformation sous une sollicitation dynamique en traction ( $V_T = 20$  m/s)

Les courbes contrainte-déformation des explosifs composites des différentes compositions ont un domaine anélastique assez réduit sous sollicitation statique. Les déformations à la rupture croissent avec la taille granulométrique des particules d'octogène. Sous sollicitation dynamique, le comportement est de type fragile, le domaine anélastique extrêmement réduit, les déformations maximales à la rupture ne dépassent pas 2.5 à 3 %. Dans toutes les équations, nous prendrons, par la suite la valeur de la contrainte calculée à partir de la force maximale appelée aussi force critique ( $F_c$ ) exercée sur le matériau. La différence existant entre cette valeur et la limite pseudo-élastique, observée dans certains cas est négligeable par rapport aux valeurs de contraintes mises en jeu, notamment dans le cas de sollicitations dynamiques.

V-2-2 - Evolution de la contrainte à rupture ( $\sigma_c$ ) en fonction de la  
vitesse de déformation

L'influence de la vitesse de déformation sur la contrainte à rupture est un paramètre qui est très étudié pour les matériaux ou alliages. Pour certains matériaux on observe en particulier deux zones de sensibilités différentes à la vitesse de déformation, caractéristiques de mécanismes de rupture différents (Fig.V-3).

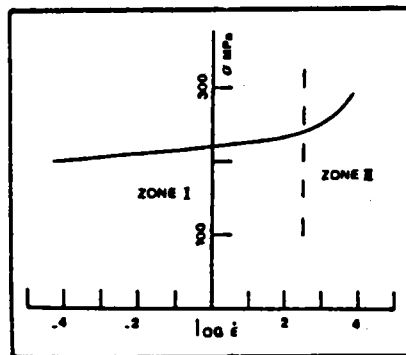


Figure V-3 : Mise en évidence de deux mécanismes de déformation (cas du cuivre) d'après [ 1 ]

Dans la zone I, la contrainte à rupture ( $\sigma_c$ ) est indépendante de la vitesse de déformation.

Dans la zone II, la contrainte à rupture ( $\sigma_c$ ) est proportionnelle à la vitesse de déformation et s'exprime sous la forme :

$$\sigma(\dot{\epsilon}) = \sigma_0 + \alpha \cdot \dot{\epsilon} \quad \text{V-(I)}$$

Les résultats de traction obtenus pour les explosifs composites sont représentés sur la figure V-4.

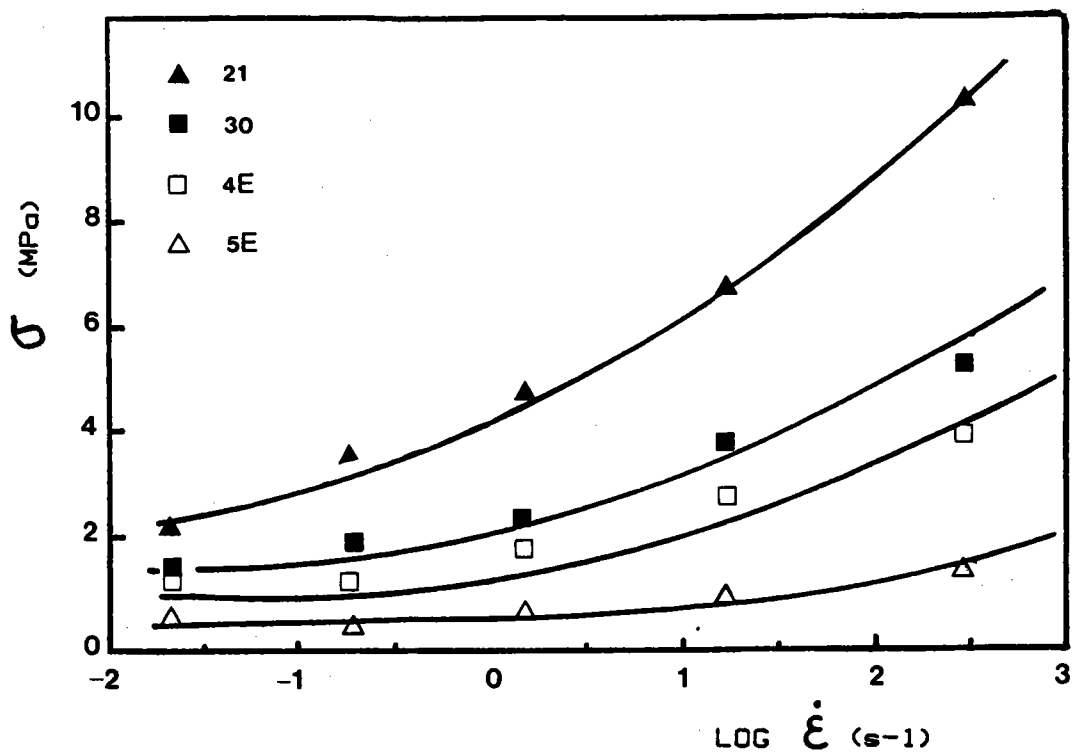


Figure V-4 : Evolution des contraintes à rupture en fonction de la vitesse de sollicitation pour les différents matériaux étudiés.

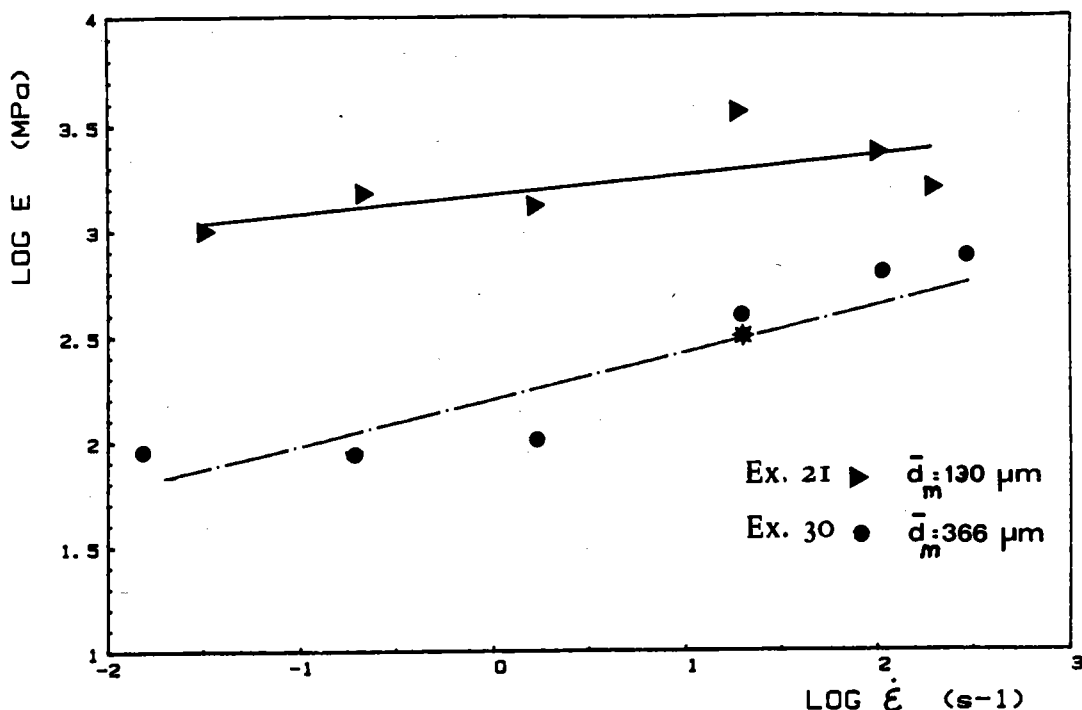
On remarque une très forte influence de la vitesse de déformation sur les contraintes à rupture. Les contraintes de rupture augmentent fortement avec  $\dot{\epsilon}$ , passant d'environ 1 à 2 MPa sous sollicitation statique ( $\dot{\epsilon} \approx 2 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ) à 5 à 10 MPa sous sollicitation dynamique ( $\dot{\epsilon} \approx 4 \cdot 10^2 \text{ s}^{-1}$ ) soient des niveaux de cinq fois plus élevés pour l'explosif 21.

L'influence de la vitesse de déformation observée sur les explosifs composites (Fig.V-4) est très importante. Néanmoins, contrairement au cas du cuivre (A. BERTHAULT et al. [ 1 ]), on ne peut distinguer deux différentes zones dans lesquelles la sensibilité à la vitesse de déformation est différente.

Il semblerait donc, d'après ces différents résultats expérimentaux, qu'il ne soit pas possible, aux grandes vitesses de déformation, de représenter l'évolution de la contrainte de rupture en fonction de la vitesse de déformation par une fonction linéaire (Eq. V-1).

### V-2-3 - Evolution du module d'élasticité

Le module d'élasticité à l'origine est assimilé à la pente élastique des courbes contrainte-déformation (Fig. V-1 et V-2).

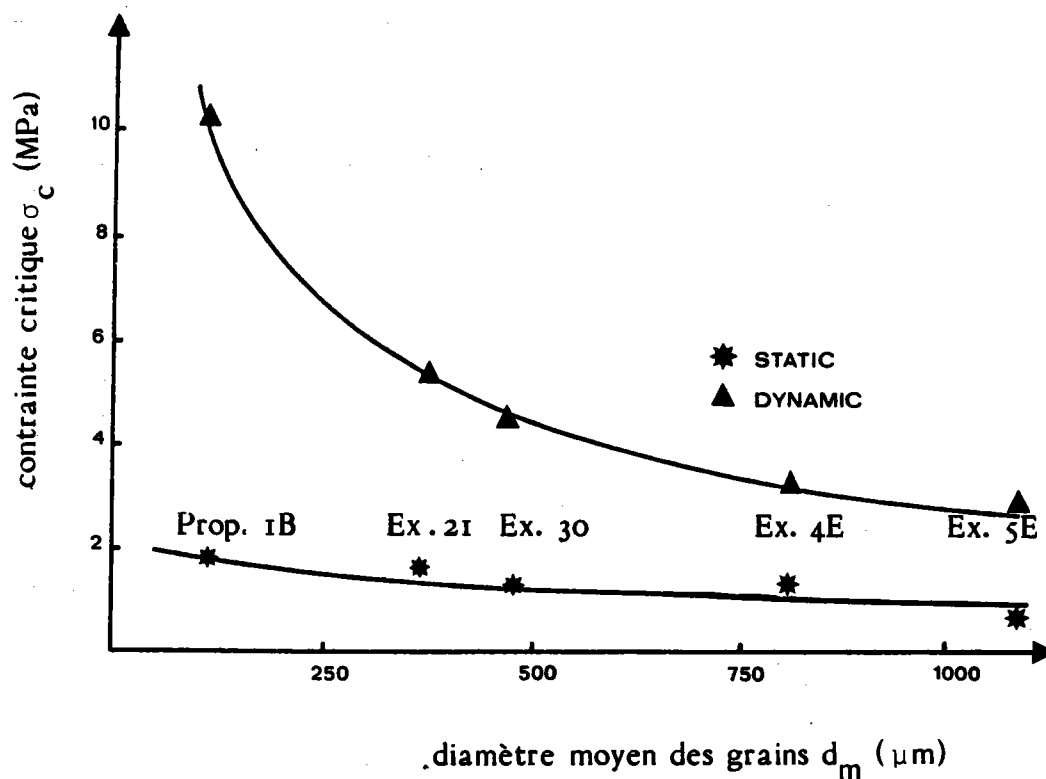


**Figure V-5 :** Evolution du module d'élasticité (E) en fonction de la vitesse de déformation ( $\dot{\epsilon}$ ).

Les valeurs expérimentales sont reportées (Fig. V-5). On peut noter l'influence de la vitesse de déformation sur les modules d'élasticité. Ceux-ci augmentent avec  $\dot{\epsilon}$  passant d'environ 80-100 MPa en statique à 300-350 MPa sous sollicitation dynamique pour les explosifs de taille granulométrique de 366 et 450  $\mu m$  respectivement. L'évolution des modules d'élasticité pour un produit à fine granulométrie (100  $\mu m$ ) est moins marquée, par contre les valeurs des modules d'élasticité atteignent des valeurs très élevées ( $\approx 1000$  MPa sous contrainte statique et environ 2000 MPa en dynamique). La figure V-5 montre également l'influence de la taille moyenne des grains d'octogène sur les valeurs des modules d'élasticité, ces derniers augmentant avec une taille de grains décroissante.

### **V-3 - Influence des paramètres microstructuraux sur les contraintes à la rupture**

#### **- Corrélations entre la structure des explosifs et leurs propriétés mécaniques**



**Figure V-6** : Variation de la contrainte à rupture  $\sigma_c$  en fonction du diamètre moyen des grains d'octogène  $d_m$  dans deux cas de sollicitation en traction.

Dans cette étude, nous avons modélisé l'évolution des contraintes à la rupture en fonction du diamètre moyen des grains ( $d_m$ ).

Les propriétés mécaniques des explosifs composites sont liés également à leur état microstructural. D'autre part, comme le montre très bien la figure V-6, la vitesse de déformation influe d'une manière importante sur les contraintes à rupture. Dans ce cas la relation liant la contrainte critique ( $\sigma_c$ ) au diamètre moyen des grains  $d_m$  peut se mettre sous la forme proposée par HALL-PETCH [2].



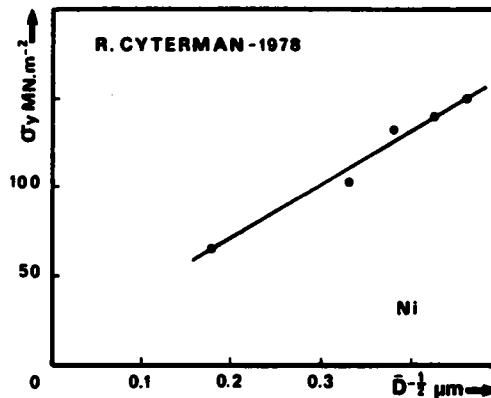
Les propriétés mécaniques de nombreux matériaux sont reliés à l'état microstructural de celui-ci. La célèbre loi de HALL-PETCH, (Eq. V-2)

$$\sigma_y = \sigma_I + k \cdot d_m^n \quad \text{V-(2)}$$

$\sigma_I$ ,  $k$ ,  $n$  : constantes dépendant du matériau

qui relie la limite d'élasticité d'un matériau au diamètre moyen ( $d_m$ ) des grains le constituant en est l'exemple type.

Dans le cas d'une poudre de nickel comprimée et frittée R. CYTERMAN et al. [ 2 ] trouvent une bonne corrélation entre la limite élastique  $\sigma_y$  et la taille moyenne des grains (Fig. V-7) dans le cas d'une sollicitation statique. L'influence de la taille moyenne des charges cristallines sur la contrainte à la rupture des propergols et explosifs composites sous l'action de sollicitations statiques et dynamiques est représentée sur la figure V-6.



**Figure V-7** Corrélation entre la limite élastique  $\sigma_y$ , et la taille des grains,  $d$ , dans le cas d'une poudre de nickel comprimée et frittée. (d'après [ 2 ]).

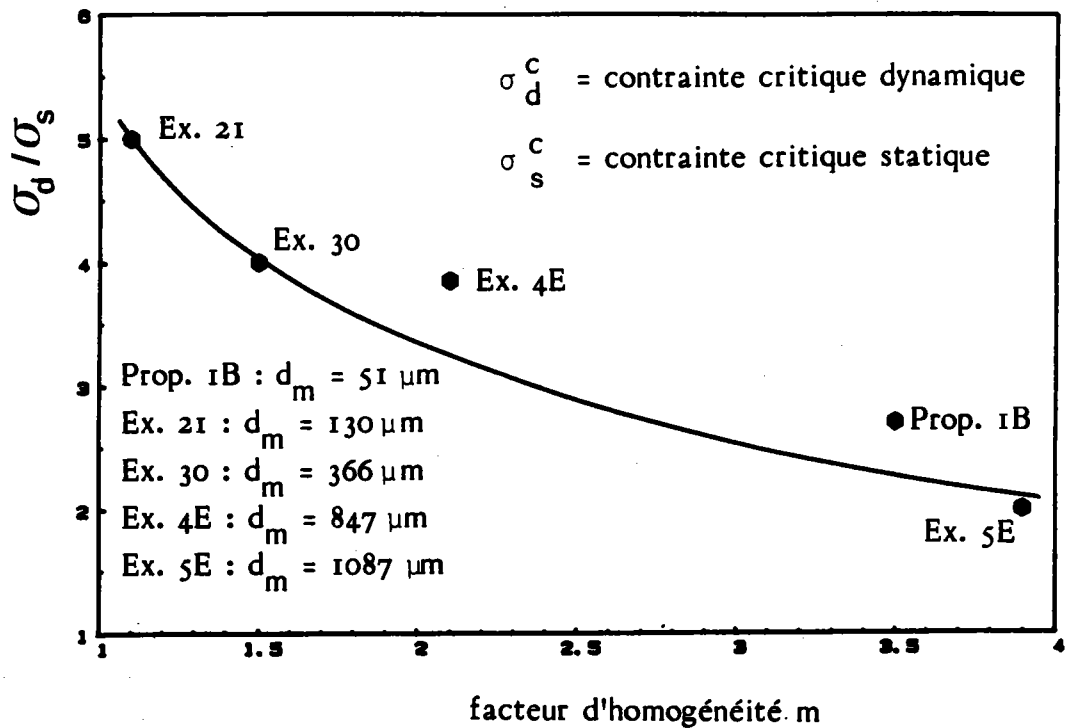
Les valeurs de l'exposant  $n$  calculé à partir des valeurs d'essais expérimentaux sont différents de ceux obtenus dans le cas d'une poudre frittée. Le tableau V-2 regroupe les différentes valeurs observées de l'exposant  $n$ .

| Matériaux                              | Sollicitation statique | Sollicitation dynamique |
|----------------------------------------|------------------------|-------------------------|
| Poudre de nickel frittée d'après [ 2 ] | $n = - 0.5$            | -                       |
| Explosifs composites                   | $n = - 0.3$            | $n = - 0.66$            |

Tableau V-2 : Différentes valeurs de l'exposant  $n$  pour 2 types de matériaux

Les deux différentes valeurs de l'exposant  $n$ , observées dans le cas des explosifs composites montrent la grande sensibilité de ces matériaux à la vitesse de déformation. Sous l'action de sollicitations dynamiques, les contraintes à rupture croissent avec la taille moyenne des grains décroissante.

Comme nous l'avons vu (Chap. IV), les explosifs composites sont très inhomogènes. Nous avons montré que le module de WEIBULL (ou facteur d'homogénéité) décrivant les granulométries était une fonction effective du diamètre moyen des charges cristallines. D'après ces observations, il serait donc intéressant de montrer l'évolution des contraintes de rupture avec ce facteur d'homogénéité (Fig. V-8).



**Figure V-8** : Evolution du rapport  $\sigma_d / \sigma_s$  en fonction du facteur d'homogénéité  $m$  de la répartition granulométrique pondérale.

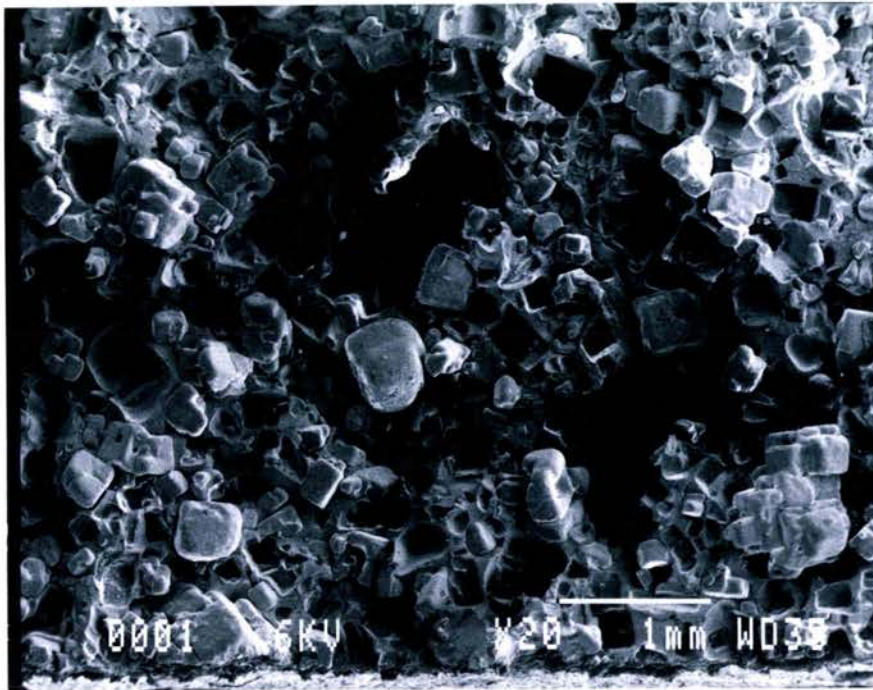
Cette figure montre que la contrainte de rupture est une fonction effective du facteur d'homogénéité  $m$ , décrivant la granulométrie de ces produits (Fig. IV-4). Le rapport contrainte dynamique-contrainte statique ( $\sigma_d / \sigma_s$ ) est d'autant plus élevé que le facteur d'homogénéité est faible, ce qui correspond à un rapport  $\sigma_d / \sigma_s$  d'autant plus élevé que le produit sera homogène à l'échelle de sa microstructure. En effet nous avons indiqué (Chap. II) le pourcentage pondéral maximum pour chaque composition. Il s'avère que celui-ci est maximum (88 %) pour des compositions à granulométrie fine présentant un facteur d'homogénéité faible.

## V-4 - Etude fractographique

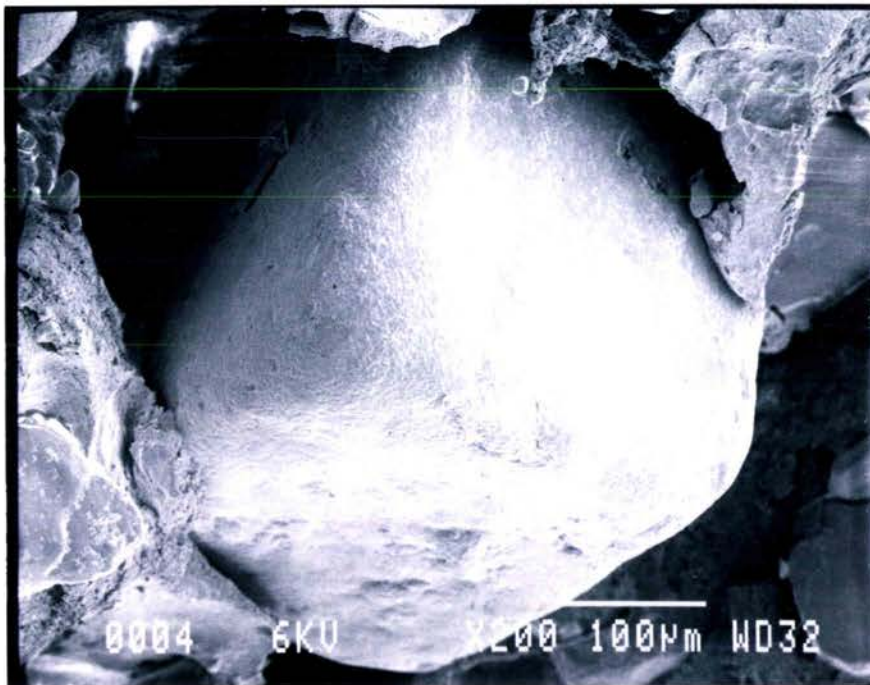
---

### V-4-1 - Introduction

Après rupture, chaque éprouvette a subi deux types d'examens métallographiques : après préparation, le faciès de rupture a tout d'abord fait l'objet d'un examen au microscope électronique à balayage puis ensuite une étude quantitative des profils et des surfaces de rupture a été menée sur un analyseur automatique d'images. L'analyse visuelle des images obtenues au M.E.B. permet la mise en évidence de deux différents types de rupture : la rupture dans la phase liant ou intergranulaire correspondant à une sollicitation statique (Fig. V-9) et la rupture transgranulaire dans la phase des cristaux d'octogène, correspondant à une sollicitation dynamique (Fig. V-10).



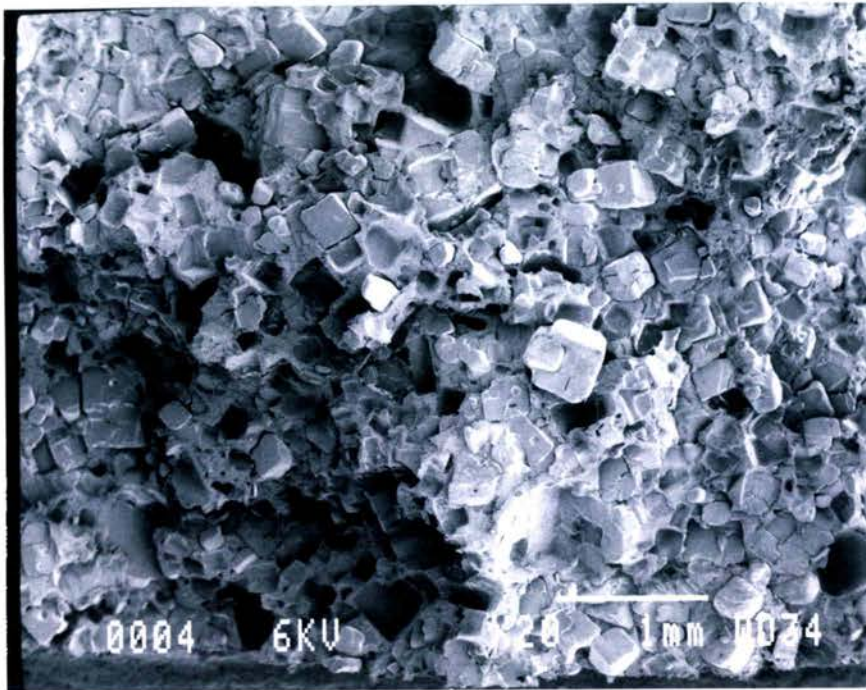
a)



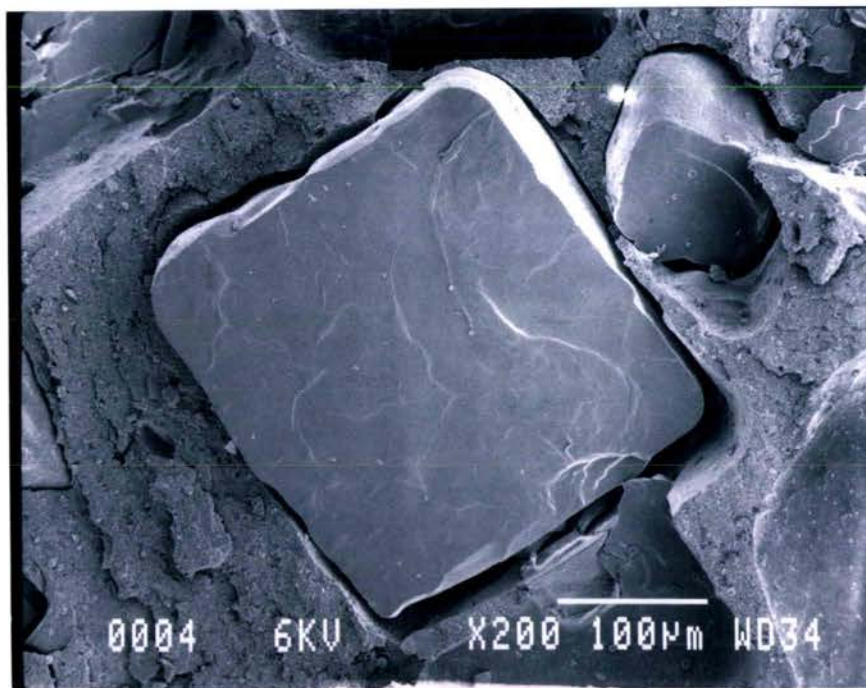
b)

Figure V-9 : Faciès de rupture d'un explosif inerte sollicité en statique. Les clichés révèlent une rupture passant préférentiellement dans la phase liant (a), donnant lieu à de nombreuses décohésions intergranulaires (b).





a)



b)

Figure V-10 : Faciès de rupture d'un explosif inerte sollicité en dynamique. On note de nombreux sites de clivage (grains cassés) (a), responsables de la rupture. La micrographie b) nous montre un exemple d'un grain cassé dans un plan perpendiculaire à l'axe de traction.

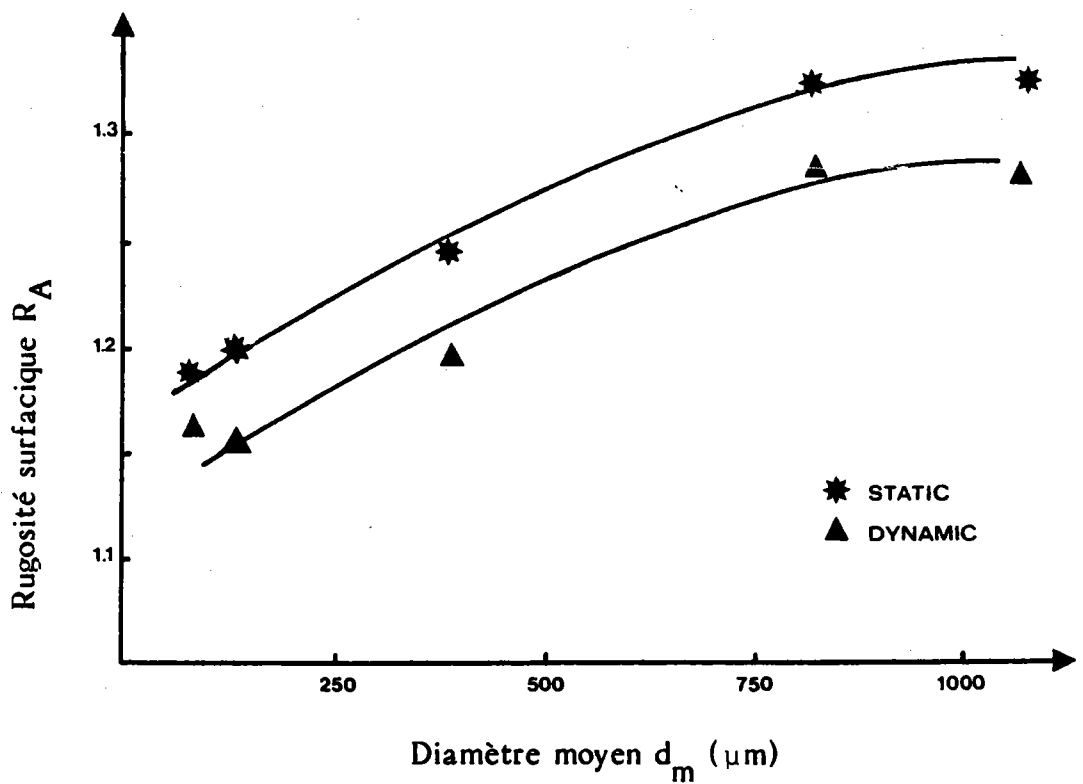
L'analyse de surfaces a permis en outre d'établir la répartition de taille et le nombre des contours apparents des cristaux d'octogène touchés par la rupture transgranulaire dans le cas de sollicitation dynamique. En raison de leur nombre trop faible, il n'a pas été possible de tracer les répartitions des cristaux ayant subi une rupture intergranulaire dans le cas de sollicitation statique.

#### V-4-2 - Résultats de l'analyse profilométrique

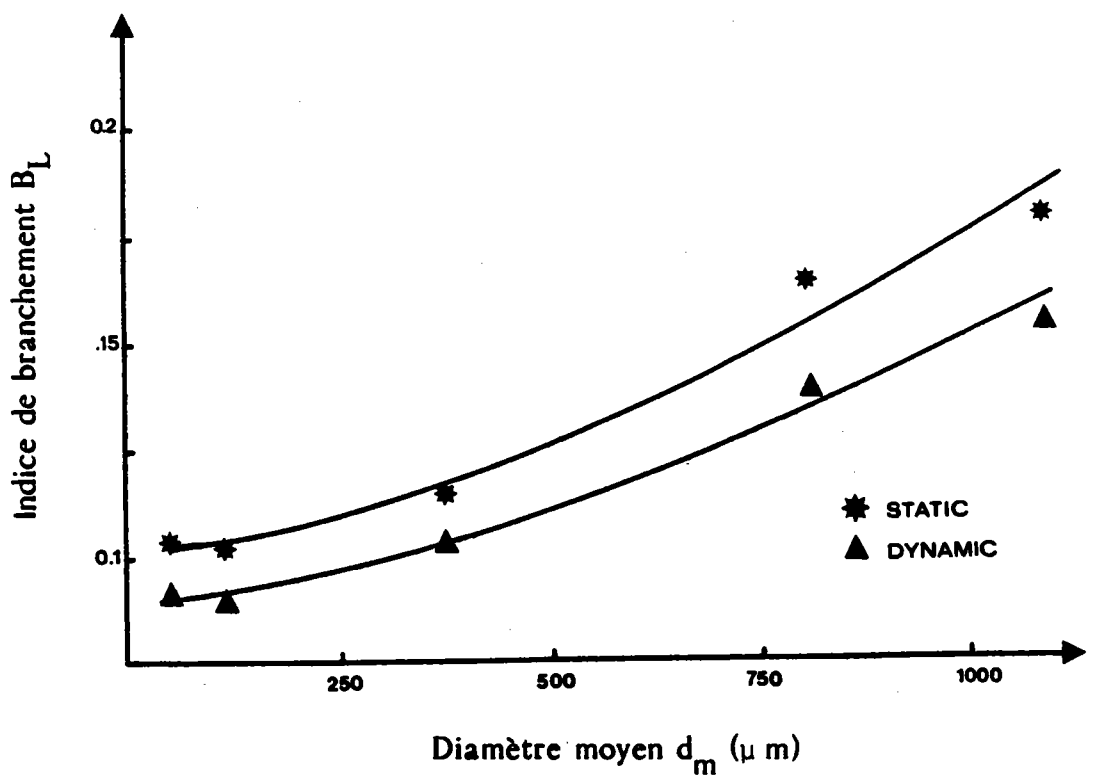
Les résultats de l'étude profilométrique sont donnés sous forme de courbes (Fig. V-11 et V-12) et regroupés dans le tableau V-3. Ils montrent que la morphologie de la rupture dépend de la taille moyenne des grains et du type de sollicitation. Dans le cas de rupture sous l'action d'une sollicitation statique ( $V_T = 50 \text{ mm/min}$ ), la ligne de rupture passe préférentiellement par la phase liant en suivant le contour des grains (Fig. V-9). Par contre, dans le cas de chargements dynamiques ( $V_T = 20 \text{ m/s}$ ), la ligne de rupture passe préférentiellement par la phase cristalline (rupture transgranulaire (Fig. V-10). Les évolutions de la rugosité surfacique  $R_A$  et de l'indice de branchement  $B_L$  en fonction du diamètre médian des charges cristallines et du type de sollicitation confirment ces observations. Les valeurs de rugosité  $R_A$  et de l'indice de branchement  $B_L$  sont toujours inférieurs dans le cas d'une sollicitation dynamique à celles mesurées dans le cas d'une sollicitation statique. Ces informations indiquent que la proportion de ruptures transgranulaires est plus importante dans le cas de chargements dynamiques.

| Matériau | $R_L$ |      | $R_A$ |      | $B_L$ |       |
|----------|-------|------|-------|------|-------|-------|
|          | Stat. | Dyn. | Stat. | Dyn. | Stat. | Dyn.  |
| Prop. 1B | 1.10  | 1.09 | 1.18  | 1.17 | 0.11  | 0.07  |
| Ex. 21   | 1.11  | 1.09 | 1.2   | 1.16 | 0.10  | 0.065 |
| Ex. 30   | 1.14  | 1.11 | 1.24  | 1.19 | 0.13  | 0.105 |
| Ex. 4E   | 1.19  | 1.16 | 1.33  | 1.28 | 0.16  | 0.135 |
| Ex. 5E   | 1.19  | 1.15 | 1.34  | 1.27 | 0.18  | 0.155 |

Tableau V-3 : Résultats de l'analyse profilométrique sous chargements statique et dynamique.



**Figure V-11 :** Evolution de la rugosité surfacique  $R_A$  en fonction du diamètre moyen des grains d'octogène sous chargements statique et dynamique



**Figure V-12 :** Evolution de l'indice de branchement  $B_L$  en fonction du diamètre moyen des grains d'octogène sous chargements statique et dynamique



### V-4-3 - Résultats de l'analyse fractographique des surfaces de rupture

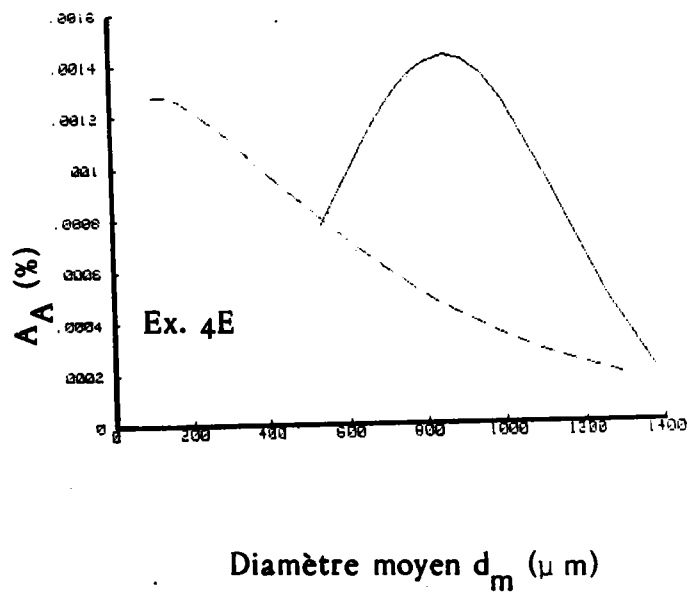
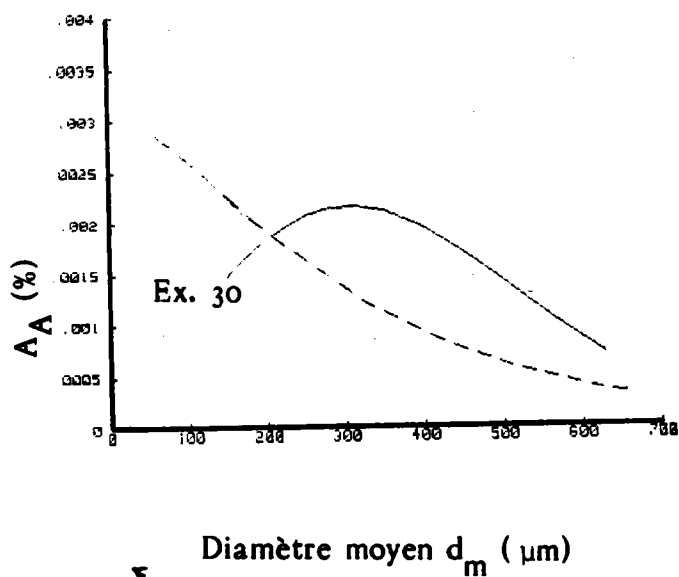
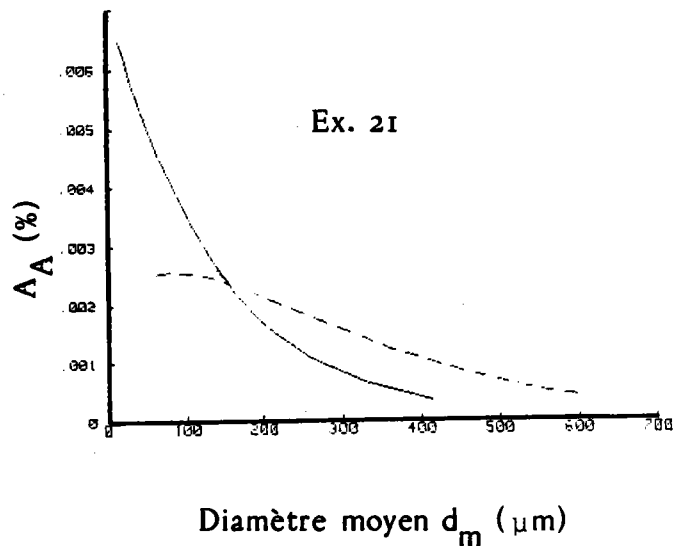
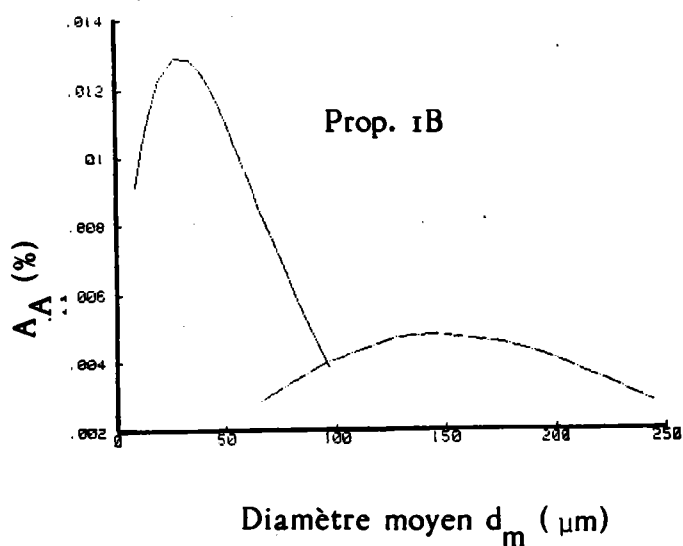
Les résultats de l'analyse fractographique des surfaces de rupture correspondant aux éprouvettes sollicitées en dynamique sont données dans le tableau V-4. Les valeurs des fractions surfaciques ( $A_A$ ) occupées par les cristaux fracturés sont d'autant plus importantes que la taille moyenne des cristaux dans le matériau sain est importante.

| Matériau | Paramètres du matériau   |                            | Paramètres de la surface de rupture* |                            |                      |                            |
|----------|--------------------------|----------------------------|--------------------------------------|----------------------------|----------------------|----------------------------|
|          | $V_v$ (charges)<br>%vol. | $d_m$ (charges)<br>$\mu m$ | $N_A$ (trans)<br>N/cm <sup>2</sup>   | $d_f$ (charges)<br>$\mu m$ | $A_A$ (charges)<br>% | $d_f$ (charges)<br>$\mu m$ |
| Prop. 1B | 86                       | 51                         | 140                                  | 101                        | 0.9                  | 151                        |
| Ex 2I    | 88                       | 130                        | 465                                  | 247                        | 14                   | 260                        |
| Ex 30    | 86                       | 366                        | 218                                  | 220                        | 8.7                  | 270                        |
| Ex 4E    | 82                       | 847                        | 282                                  | 293                        | 18.2                 | 582                        |
| Ex 5E    | 82                       | 1089                       | 329                                  | 377                        | 27                   | 645                        |

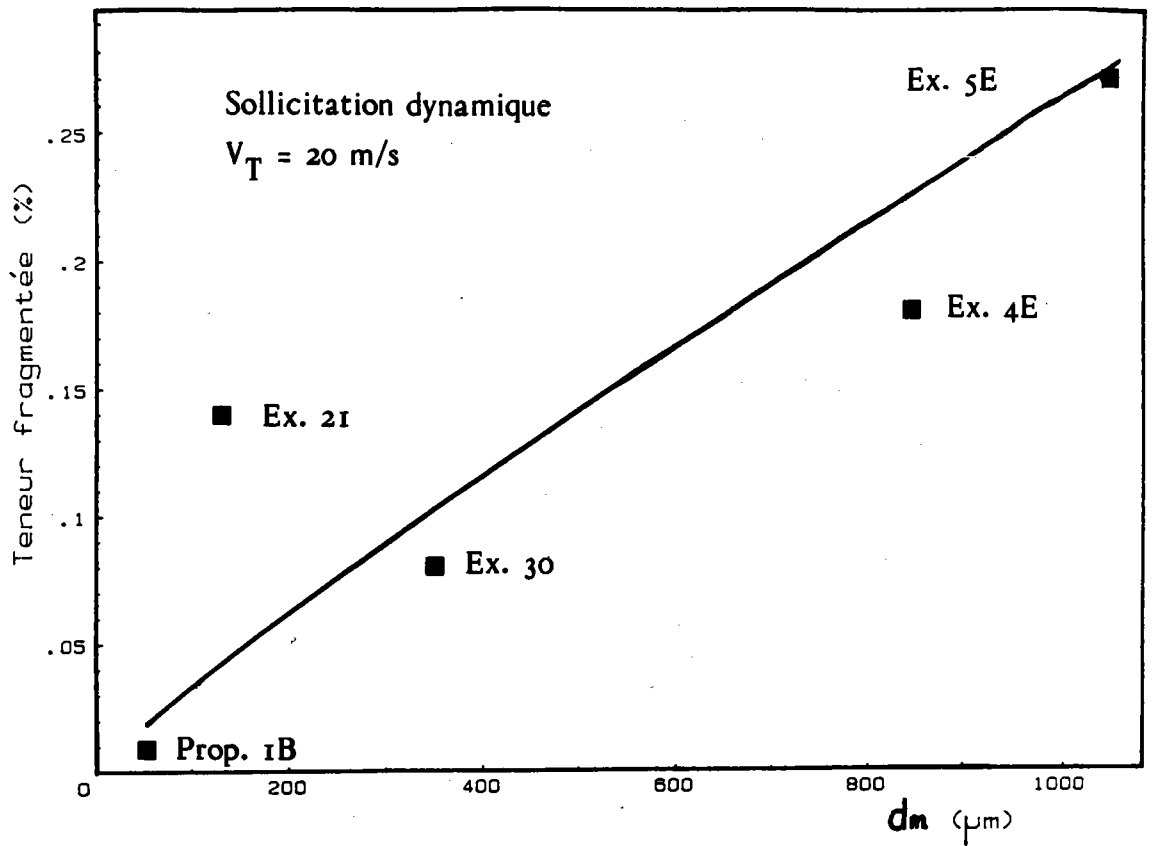
\* Ces valeurs sont le résultat d'une mesure statistique effectuée sur 15 échantillons, elles représentent donc une valeur moyenne.

Tableau V-4: Paramètres microstructuraux des matériaux et des surfaces de rupture avec :  $V_v$  (charges) ; % vol. : pourcentage pondéral des charges actives ;  $d_f$  : diamètre de Férêt moyen des cristaux ;  $A_A$  (charges) : fraction surfacique des cristaux fracturés,  $N_A$  (charges) nombre moyen de cristaux fracturés.

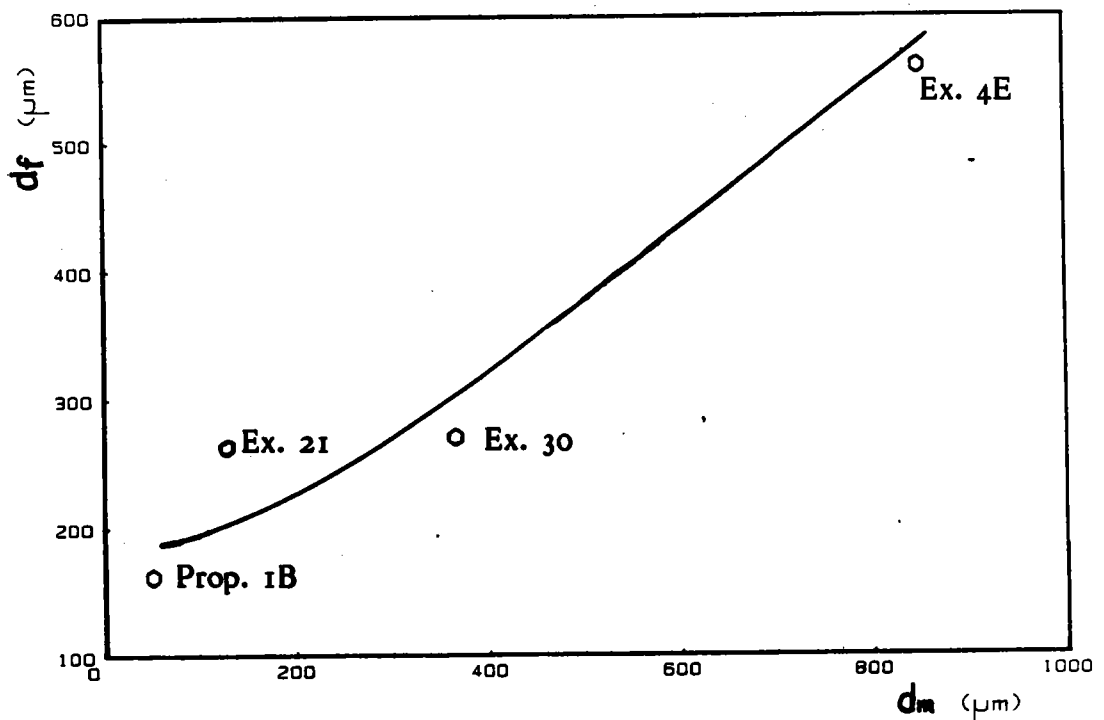
Les cristaux d'octogène qui sont observés sur la surface de rupture (solllicitation statique) correspondent principalement à des décohésions intergranulaires (Fig. V-9).



**Figure V-II :** Courbes de répartition de taille des cristaux cassés en fonction de la taille des cristaux dans le matériau massif.



**Figure V-12** : Evolution de la teneur fragmentée en fonction du diamètre moyen des charges cristallines du matériau massif



**Figure V-13** : Evolution du diamètre moyen des cristaux cassés en fonction du diamètre moyen des cristaux du matériau massif

Il est également intéressant de comparer les courbes de distribution de taille des cristaux dans le matériau massif et de la surface de rupture. La figure V-11 représente les courbes obtenues pour les différents types de granulométries.

Dans le cas des compositions 1B et 2I le diamètre moyen des cristaux fracturés est nettement supérieur à celui du matériau massif. Cette tendance s'inverse dans les cas des compositions (4E et 5E) pour lesquelles la taille moyenne des cristaux cassés devient sensiblement inférieure à la taille moyenne des cristaux du matériau massif. Cet effet est d'autant plus sensible que les cristaux sont gros (Fig. V-13).

#### V-4-4 - Remarque

Avec les résultats du tableau V-3 il est possible d'établir des relations avec les paramètres microstructuraux. La rupture transgranulaire est une fonction de la taille des cristaux du matériau massif. Les figures V-12 et V-13 illustrent ces propos.

D'autre part, les matériaux présentant une plus grande résistance à la rupture (Fig. V-6) sont ceux pour lesquels la proportion de ruptures transgranulaires est la plus faible et passant préférentiellement à travers les gros cristaux. Ces mêmes observations microstructurales avaient déjà été faites concernant la rupture en flexion d'éprouvettes de  $W_c$ -Co (J.L. CHERMANT, M. COSTER, F. OSTERSTOCK [ 3 ] ).

**BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE V**

- [ 1 ]    A. BERTHAULT, R. DORMEVAL, M. STELLY  
          I.C.C.M.3 - Pergamon Press.  
          "Advances in composites materials"  
          Proceeding of the 3<sup>rd</sup> Conference on Composite Materials  
          Vol. 1, Paris, (26-29 Août 1980).
  
- [ 2 ]    R. CYTERMAN, LEPARGNEUX J., MAIRE P., GILLES P.  
          "IIème Symposium Européen d'Analyse d'images en sciences des  
          matériaux, biologie et médecine", Caen, France, 4-7 Octobre  
          1977. Pract. Met., S8, 171, (1978).
  
- [ 3 ]    J.L. CHERMANT, M. COSTER, F. OSTERTOCK  
          Metallography, Vol. 9, p. 503, (1976).

## CHAPITRE VI : INTERPRETATION STATISTIQUE DES RESULTATS - DISCUSSION

### VI-I - Application de la mécanique probabiliste de la rupture aux explosifs et propergols composites

#### VI-I-1 - Introduction

L'étude de l'évolution des propriétés mécaniques des explosifs et propergols composites avec leur microstructure nous a permis de constater l'existence de zones de clivage (grains cassés) provoquant la rupture de ces matériaux.

Dans un premier temps nous avons appliqué le modèle empirique de WEIBULL [ 1 ] afin d'estimer la dispersion des résultats de traction dynamique. L'approche de BATDORF [ 2 ] basée sur les travaux de WEIBULL nous permet de calculer une probabilité de rupture prenant en compte la densité numérique des micro-défauts (charges cristallines).

Ensuite les résultats de l'analyse fractographique des faciès de rupture nous permettra d'appliquer la théorie de K. WALLIN et al. [ 3 ] pour calculer la probabilité de rupture par clivage, et le diamètre des grains cassés.

#### VI-I-2 - Modèle de WEIBULL

Nous avons appliqué la statistique de WEIBULL à toutes les compositions étudiées, dans le cas de sollicitations dynamiques. Des essais de traction ont été effectués sur une série de 25 échantillons par composition. Les diagrammes de WEIBULL obtenus pour les valeurs de contraintes à la rupture sont représentés figure VI-. Les distributions sont linéaires et approximées par les droite de pente m. Nous avons également appliqué cette statistique à l'étude de la répar-

tition des diamètres de grains fragmentés mesurés sur les surfaces de rupture. La figure VI-2 représente les distributions en fréquences des valeurs de diamètres fragmentés obtenues.

Les différentes valeurs de diamètres médians, fragmentés, des contraintes et des modules de WEIBULL sont regroupés dans le tableau VI-1.

| MODELE EMPIRIQUE DE WEIBULL |       |                |       |                |                                    |
|-----------------------------|-------|----------------|-------|----------------|------------------------------------|
| Matériau                    | $m_d$ | $d_m$<br>( m ) | $m_f$ | $d_f$<br>( m ) | $m_\sigma$ $\sigma_{dyn}$<br>(MPa) |
| PROP 1B                     | 1.5   | 51             | 2     | 160            | 12      3.7                        |
| EX 2I                       | 1     | 130            | 1.3   | 260            | 16      10                         |
| EX 30                       | 2.1   | 366            | 1.1   | 277            | 23      5.1                        |
| EX 4E                       | 3.49  | 847            | 1.2   | 577            | 18.5      3.4                      |
| EX 5E                       | 3.69  | 1086           | 1.0 * | 645 *          | 8.2      1.4                       |

\* Pour cette composition, les valeurs de  $m_f$  et de  $d_f$  ont été calculées à l'aide de 5 mesures, c'est pourquoi le diagramme des distributions en fréquence des diamètres fragmentés n'est pas représenté figure VI-2.

**Tableau VI-1** : Récapitulatif des résultats de l'analyse statistique de WEIBULL dans le cas d'un chargement dynamique.

$m_d$  : module de Weibull de la répartition granulométrique pondérale du matériau massif.

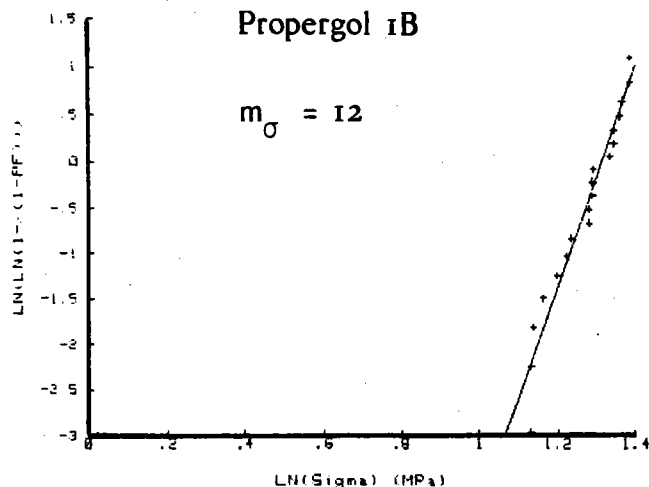
$m_f$  : module de Weibull de la répartition granulométrique des grains cassés mesurés sur la surface de rupture.

$m_\sigma$  : facteur d'homogénéité (selon Weibull) des contraintes dynamiques.

CONTRAINTE (MPa)

Propergol 1B

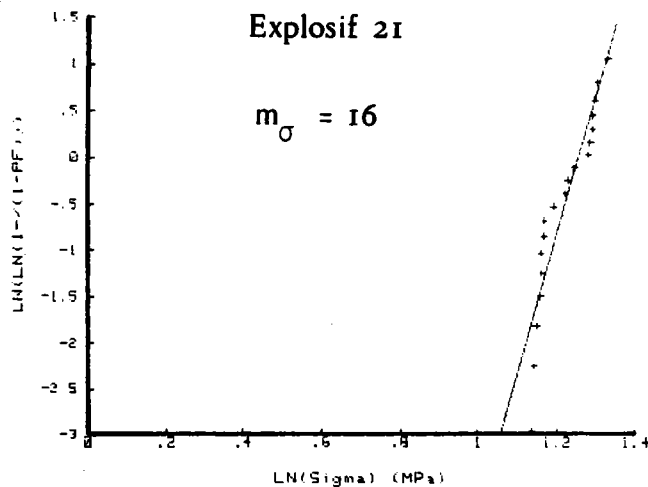
$$m_{\sigma} = 12$$



CONTRAINTE (MPa)

Explosif 21

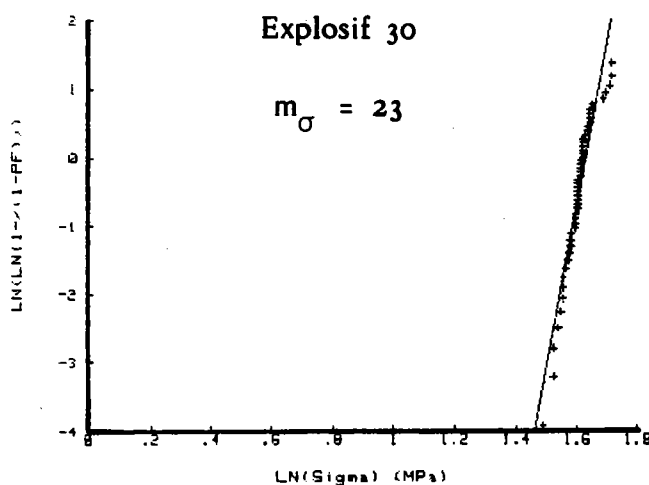
$$m_{\sigma} = 16$$



CONTRAINTE (MPa)

Explosif 30

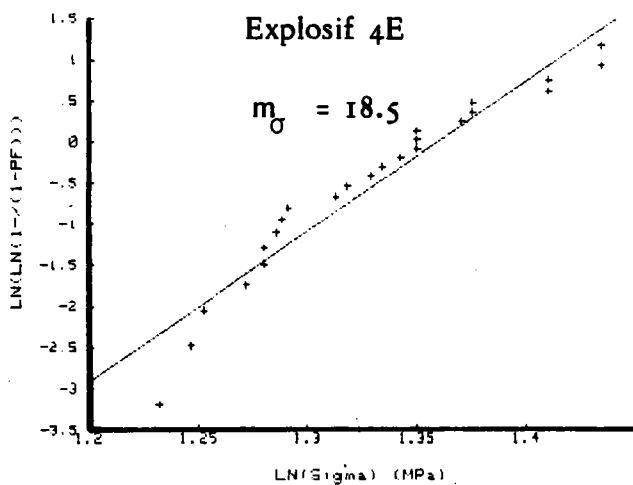
$$m_{\sigma} = 23$$



CONTRAINTE (MPa)

Explosif 4E

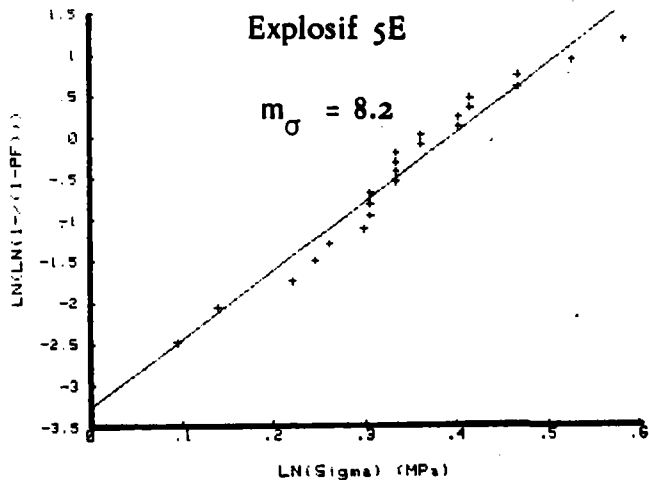
$$m_{\sigma} = 18.5$$



CONTRAINTE (MPa)

Explosif 5E

$$m_{\sigma} = 8.2$$

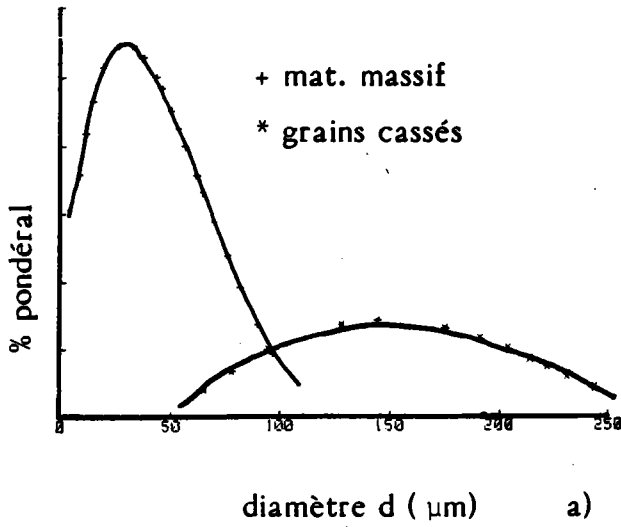


$$\text{Ln} \cdot \text{Ln} \cdot \left( \frac{1}{1-P_f} \right) = m_{\sigma} \cdot \text{Ln} \cdot \left( \frac{\sigma_c}{\sigma_0} \right)$$

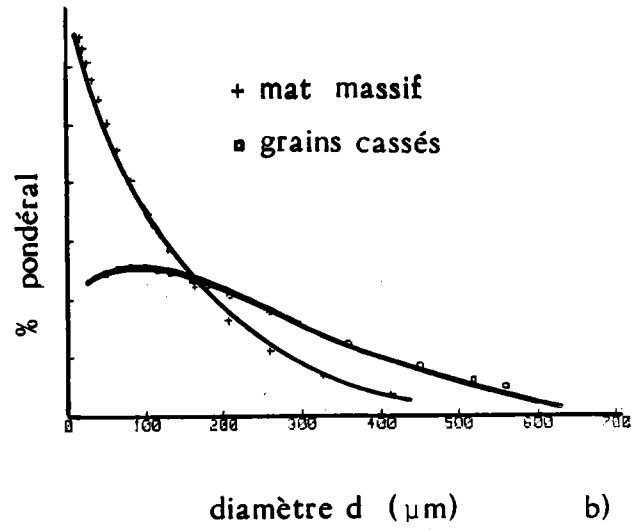
Figure VI-1 : Diagrammes de WEIBULL [ 1 ]  
pour les essais dynamiques  
(d'après l'eq. II-28)



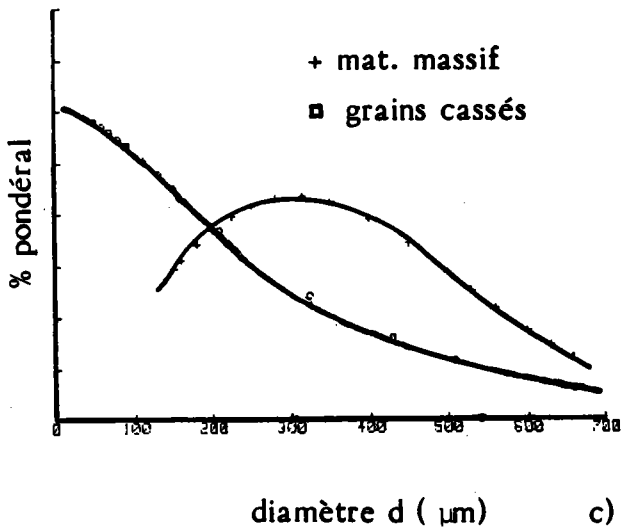
Prop. 1B



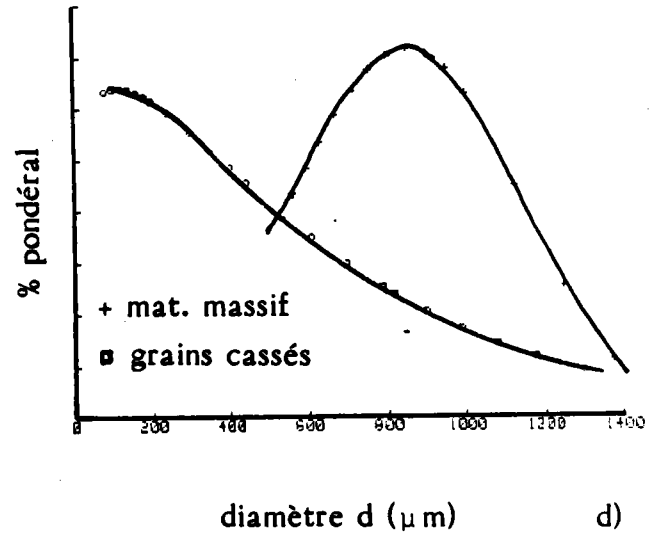
Ex. 21



Ex. 30



Ex. 4E



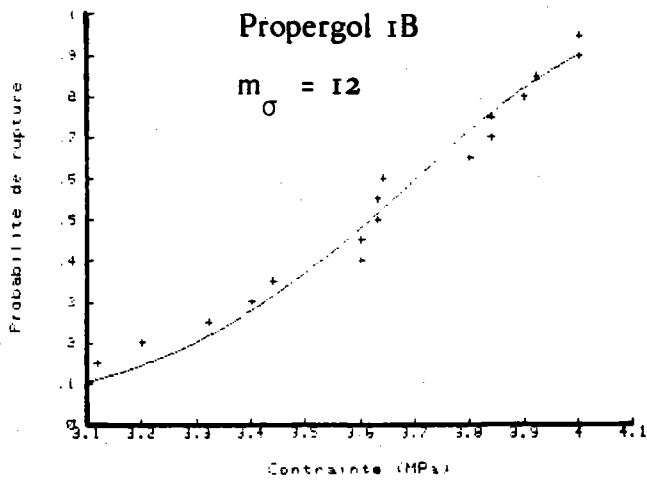
**Figure VI-2 :** Distributions en fréquence des valeurs de diamètres de grains fragmentés et de diamètres de grains du matériau massif.

On peut constater une modification du module de WEIBULL ( $m_f$ ) de la répartition des grains cassés. Ce dernier tend à décroître avec le diamètre moyen des charges ( $d_m$ ) et avec le diamètre moyen ( $d_f$ ) des grains cassés.

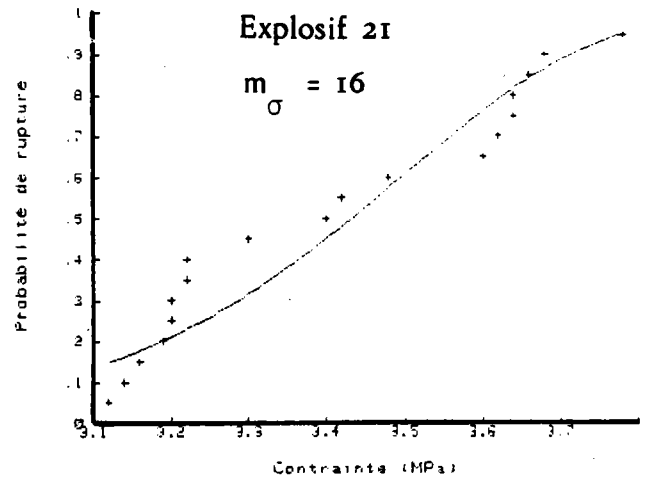
Les résultats suivent pratiquement une répartition gaussienne dans le cas du propergol 1B ( $m=2$ ) et de l'explosif 2I ( $m=1.3$ ) ; (Fig. VI-2a et VI-2b) pour lesquels les diamètres moyens des cristaux cassés sont nettement supérieurs à ceux du matériau massif. On peut considérer avec beaucoup de précaution cependant que les distributions des cristaux cassés des explosifs 30 et 4E suivent une répartition exponentielle quand la taille moyenne des cristaux cassés devient inférieure à la taille moyenne de ceux constituant le matériau massif (Fig. VI-2c et VI-2d).

Dans l'hypothèse de sollicitations uniaxiales en traction, les résultats expérimentaux sont approximés par le modèle de WEIBULL à 2 paramètres. Les probabilités de rupture correspondantes sont représentées (Fig. VI-3) et comparées aux valeurs expérimentales.

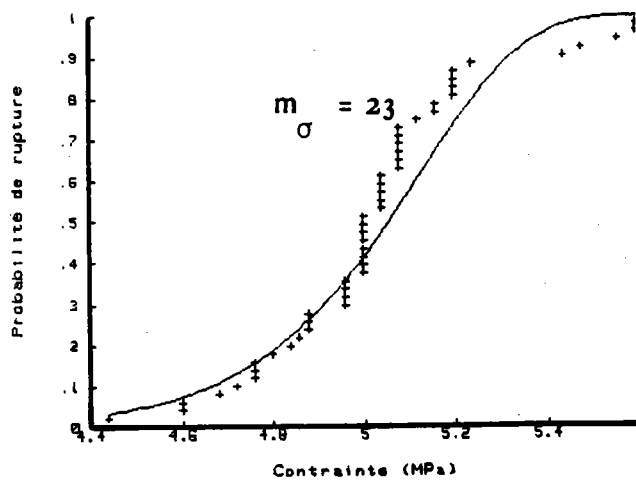
Modèle de WEIBULL



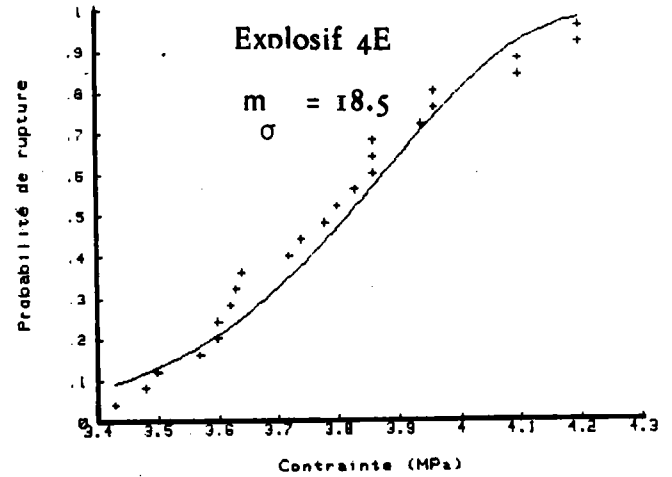
Modèle de WEIBULL



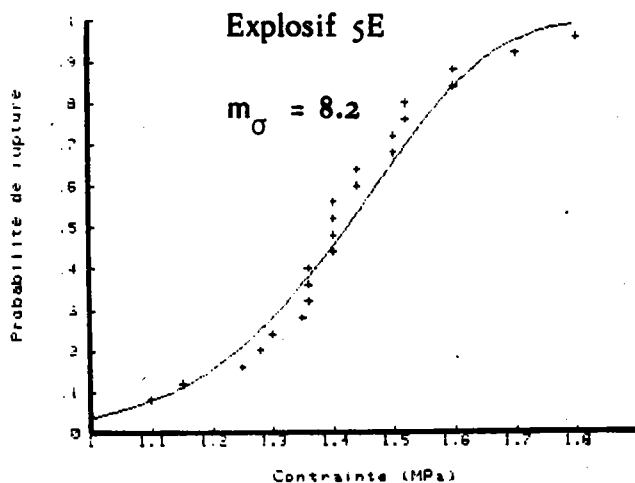
Modèle de WEIBULL



Modèle de WEIBULL



Modèle de WEIBULL



$$P(\sigma_c) = 1 - \exp. \left\{ - \left( \frac{\sigma_c}{\sigma_0} \right)^{m_{\sigma}} \right\}$$

**Figure VI-3 :** Probabilité de rupture d'après le modèle empirique de WEIBULL [1] (d'après l'éq. II-24)

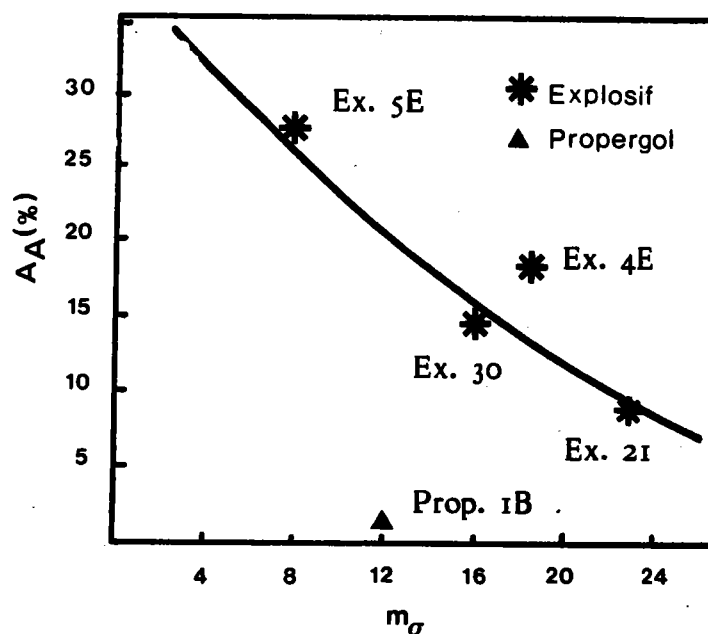


Figure VI-4 : Evolution de la teneur surfacique des cristaux cassés  $A_A$  en fonction du module de Weibull  $m_\sigma$ .

L'augmentation de la teneur surfacique des cristaux cassés  $A_A$  s'accompagne d'une chute du module de WEIBULL  $m_\sigma$ , significative d'une dispersion plus importante des résultats de traction.

#### VI-1-3 - Modèle de BATDORF

L'analyse statistique de S.B. BATDORF [ 2 ] permet de prendre en compte l'effet microstructural des différentes compositions étudiées.

Nous considérons que la probabilité de trouver un grain de taille  $d_m$  supérieur à  $d$  est de la forme :

$$P(d_m) \approx \exp. \left[ - \left( \frac{d_m}{d_0} \right)^{m_d} \right] \quad (\text{Eq. V-1})$$

où

$m_d$  = module de Weibull de la répartition granulométrique pondérale du matériau massif

$d_m$  = diamètre moyen du grain

Si l'on considère que la contrainte à la rupture est reliée à l'état microstructural des matériaux par la relation :

$$\sigma_c(d_m) \approx k \cdot d_m^n \quad (\text{Eq. V-3})$$

où

$k$  = constante du matériau

$n$  = exposant exprimant la sensibilité du matériau à la vitesse de déformation.

La probabilité de rupture correspondante est donnée par la relation VI-(1).

$$P(\sigma) \approx \frac{VN_0}{\frac{m_d}{n}} \cdot \sigma_a^{-\frac{m_d}{n}} \cdot \exp \left[ - \frac{1}{\sigma_a^{-\frac{m_d}{n}}} \right] \quad (\text{Eq. VI-1})$$

$\sigma_a$  : contrainte adimensionnelle

$N_0$  : nombre de grains par unité de volume

Cette forme est différente de celle proposée par S.B. BATDORF [ 2 ] et G. PLUVINAGE et al. [ 4 ] ; elle a l'avantage de tenir compte de la répartition granulométrique des charges actives constituant le matériau, grâce au module de WEIBULL  $m_d$ , et la taille moyenne des grains du matériau actif  $d_m$ .

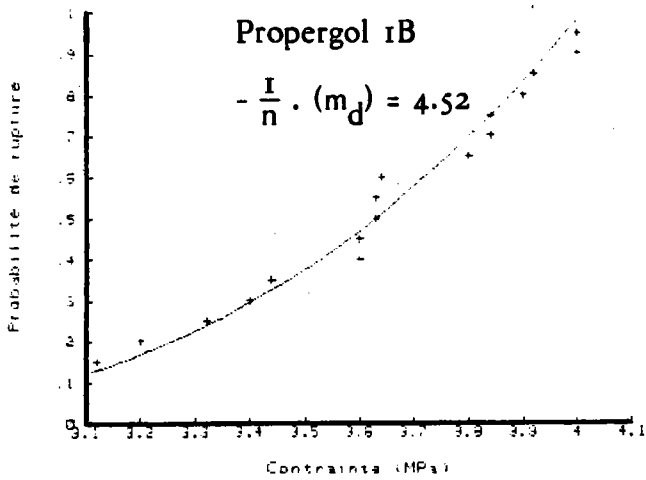
Les résultats de l'analyse de S.B. BATDORF [ 2 ] sont représentés Fig. VI-5 et comparés aux résultats expérimentaux. On remarque une bonne corrélation de la théorie avec les résultats expérimentaux, seulement pour des faibles valeurs de probabilité, ce qui est dû la forme de l'équation VI-(1). Les résultats obtenus à l'aide de la théorie de BATDORF, dans le cas d'un chargement dynamique sont représentés dans le tableau VI-2.

La détermination de la densité numérique ( $N_0$ ) des cristaux du matériau actif s'est avérée très délicate et dans l'immédiat, ne donne pas de résultats satisfaisants.

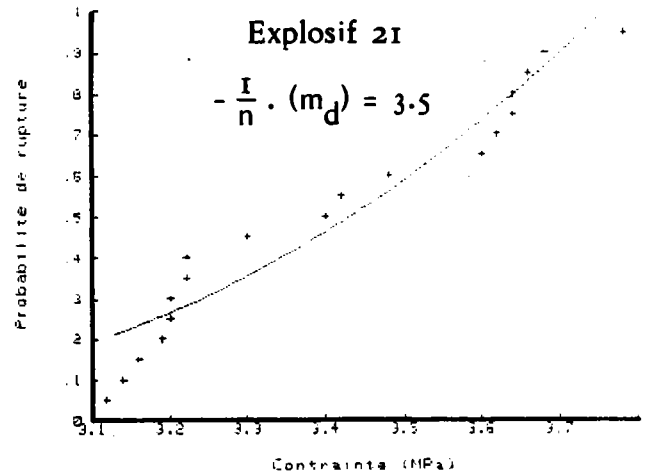
| MODELE DE BATDORF |                                             |                                                        |            |
|-------------------|---------------------------------------------|--------------------------------------------------------|------------|
| Matériau          | Facteur d'homogénéité<br>selon S.B. BATDORF | Exposant de BATDORF<br>$[ - \frac{1}{n} \cdot (m_d) ]$ |            |
|                   |                                             | Théorie                                                | Expérience |
| Prop. 1B          | 1.5                                         | 2.5                                                    | 4.52       |
| Ex. 21            | 1                                           | 1.67                                                   | 3.5        |
| Ex. 30            | 2.5                                         | 3.5                                                    | 6          |
| Ex. 4E            | 3.49                                        | 5.82                                                   | 5.2        |
| Ex. 5E            | 3.69                                        | 6.15                                                   | 5.7        |

**Tableau VI-2** : Résultats obtenus à l'aide de la théorie de S.B. BATDORF [ 2 ], dans le cas d'un chargement dynamique

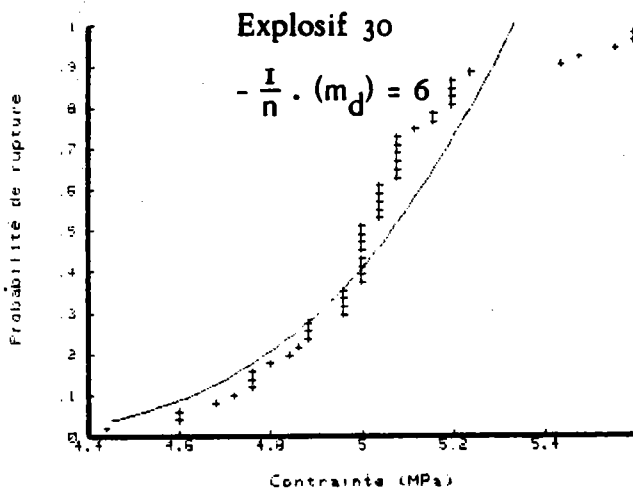
Modèle de BATDORF



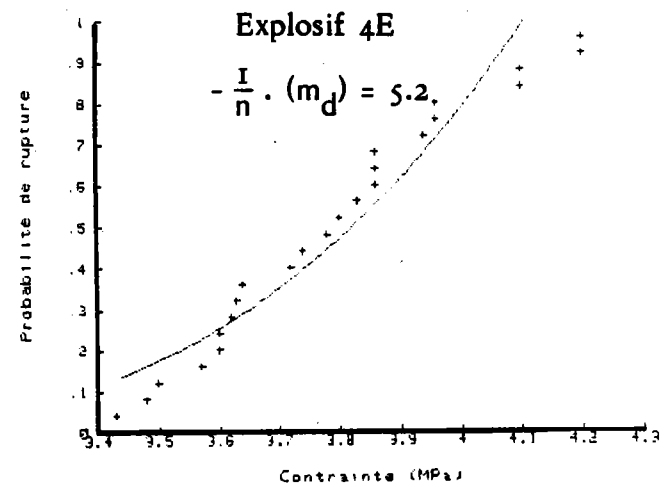
Modèle de BATDORF



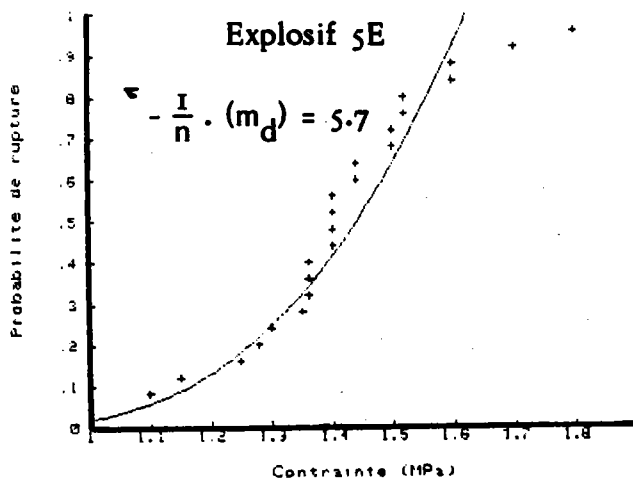
Modèle de BATDORF



Modèle de BATDORF



Modèle de BATDORF



$$P(\sigma) = \frac{V \cdot N_0}{m_d} \cdot \sigma_a^{-\frac{m_d}{n}} \cdot \exp \left[ -\frac{I}{m_d} \cdot \frac{1}{\sigma_a - \frac{m_d}{n}} \right]$$

**Figure VI-5 :** Application de la théorie de S.B. BATDORF [ 2 ] pour prédire la probabilité de rupture. (Eq. VI-(1) )

#### VI-1-4 - Modèle de WALLIN, SAARIO et TORRONEN

Nous avons appliqué le modèle de WALLIN, SAARIO et TORRONEN [ 3 ] à l'étude de la rupture des propergols et explosifs composites. En utilisant la relation II-45, nous avons calculé la probabilité de rupture des différents matériaux étudiés. Les résultats sont représentés sur la figure VI-6.

Il est également possible, à l'aide de ce modèle de calculer le rapport de la taille moyenne des grains cassés sur la taille moyenne des grains du matériau massif (Eq. II-49), (Fig. VI-7).

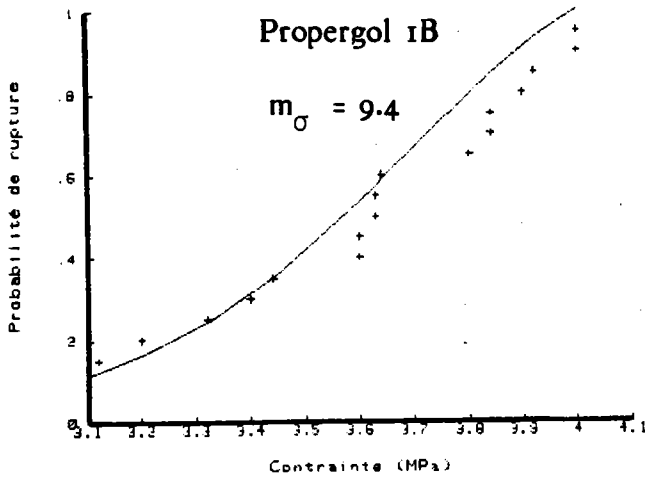
En utilisant les équations (II-45, II-47 et II-48), il est également possible de décrire l'effet de la taille moyenne des particules sur la teneur surfacique des grains cassés (Fig. VI-8). On peut remarquer que la théorie de WALLIN et al. est en parfaite concordance avec les résultats expérimentaux de la mesure des teneurs de grains cassés. Le calcul du rapport  $d_f/d_m$  ne corrèle pas parfaitement les résultats expérimentaux. Ces derniers montrent que le diamètre moyen des grains cassés devient inférieur à la taille moyenne des grains du matériau massif à partir d'une valeur du diamètre médian ( $d_m \approx 300 \mu m$ ), alors que les hypothèses de WALLIN et al. annonçaient un rapport  $d_f/d_m$  toujours supérieur à 1 (Chap. II). Ces différents résultats sont présentés dans le tableau VI-3

| MODELE DE WALLIN, SAARIO ET TORRONEN |                                         |                                |      |                                            |      |
|--------------------------------------|-----------------------------------------|--------------------------------|------|--------------------------------------------|------|
| Matériau                             | Facteur d'homogénéité<br>d'après WALLIN | teneur fragmentée<br>$A_A$ (%) |      | diamètre<br>fragmenté<br>$d_f$ (Eq. II-49) |      |
|                                      |                                         | Théorie                        | Exp. | Théorie                                    | Exp. |
| Prop. 1B                             | 9.4                                     | 5.9                            | 0.9  | 163                                        | 151  |
| Ex. 21                               | 12.8                                    | 7.7                            | 14   | 260                                        | 260  |
| Ex. 30                               | 17.9                                    | 9.5                            | 8.7  | 512                                        | 270  |
| Ex. 4E                               | 17.2                                    | 18.4                           | 18.2 | 850                                        | 582  |
| Ex. 5E                               | 10.4                                    | 26                             | 27.  | -                                          | 645  |

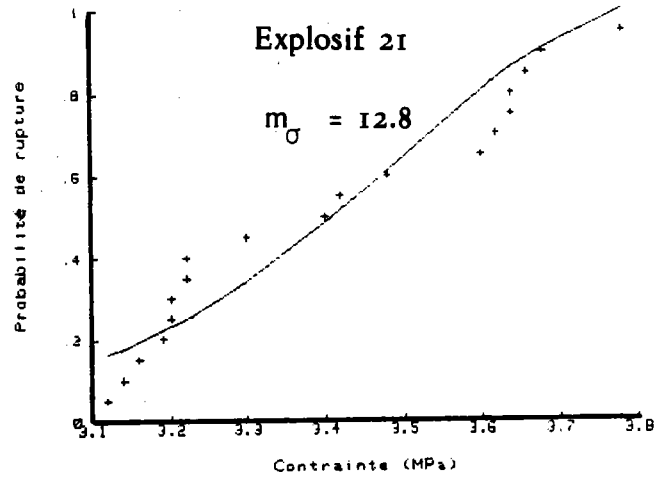
**Tableau VI-3 :** Résultats obtenus à l'aide de la théorie de WALLIN, SAARIO et TORRONEN [ 3 ] , dans le cas d'un chargement dynamique.



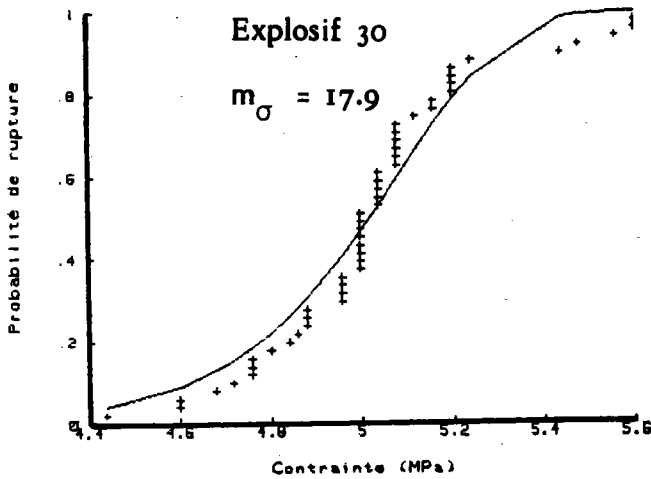
Modèle de WALLIN



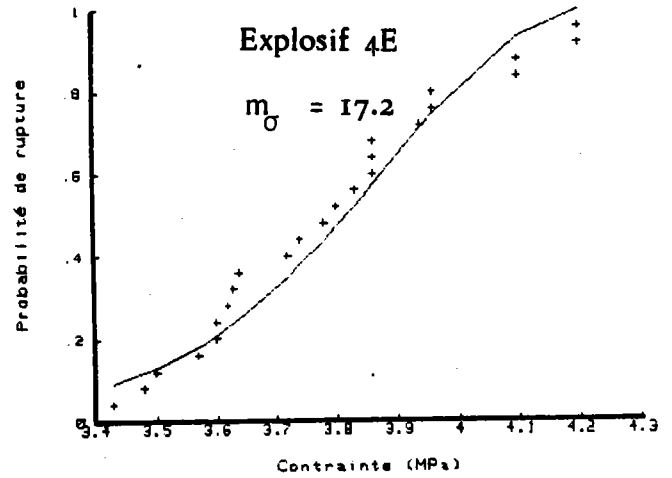
Modèle de WALLIN



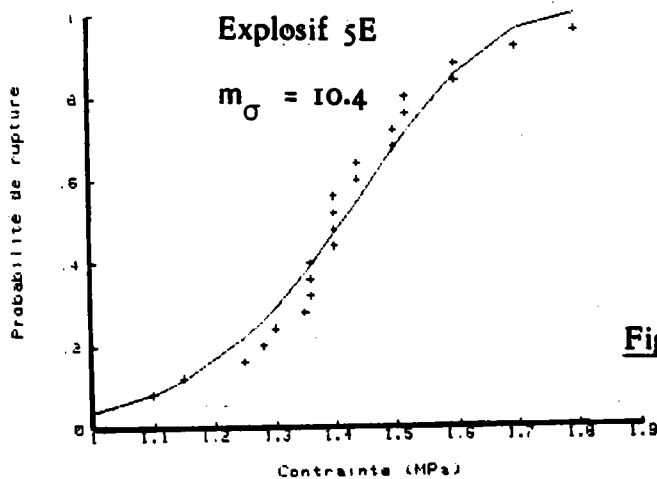
Modèle de WALLIN



Modèle de WALLIN

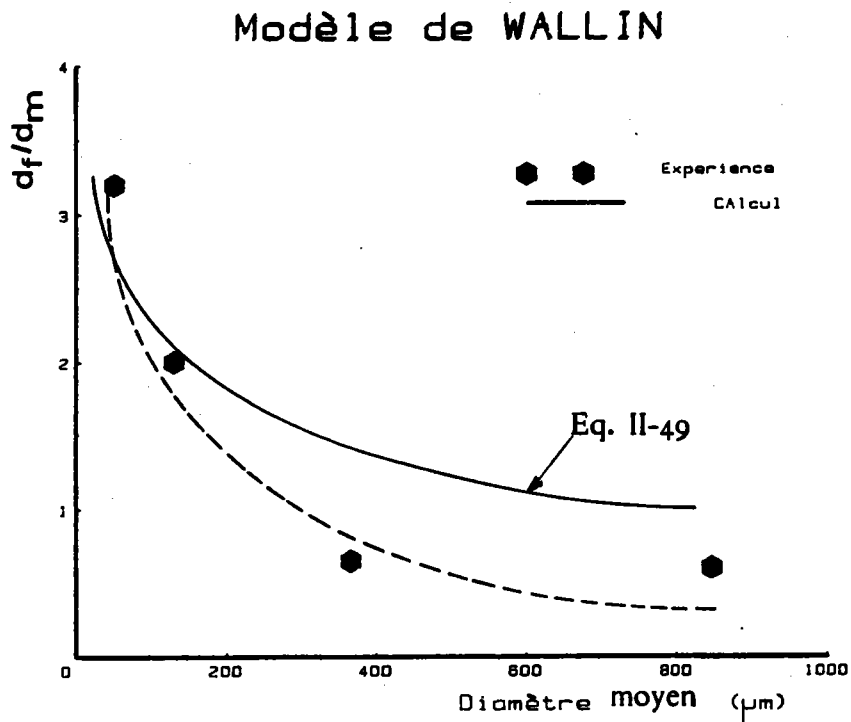


Modèle de WALLIN

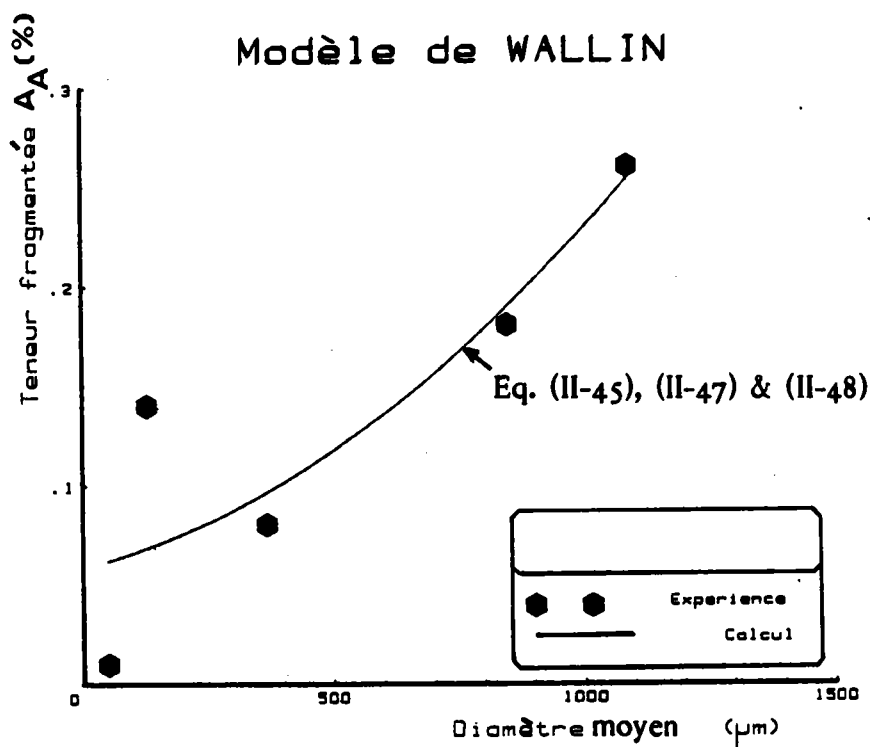


$$P(\sigma) = 1 - \exp \left\{ - \left( \frac{d_N}{d_0} \right)^3 \cdot \left( \frac{d_m}{d_N} \right)^3 \cdot \left( \frac{\sigma - \sigma_u}{\sigma_0} \right)^{m_{\sigma}} \right\}$$

**Figure VI-6 :** Calcul de la probabilité de rupture en utilisant la théorie de WALLIN, SAARIO et TORRONEN [ 3 ] (Eq. II-45)



**Figure VI-7 :** Evolution du rapport  $d_f / d_m$  en fonction du diamètre moyen des grains du matériau massif.



**Figure VI-8 :** Effet du diamètre moyen des grains de charges sur la teneur fragmentée.

## VI-2 - Conclusions

Cette étude nous a permis de constater que les propriétés mécaniques (contrainte de rupture) des explosifs et propergols composites sont étroitement liées à la vitesse de sollicitation lors de l'essai, mais également à leur état microstructural.

### 1 - Essais en traction

Les résultats obtenus font état d'une augmentation des contraintes à la rupture ( $\sigma_c$ ) avec la vitesse de déformation ( $\dot{\epsilon}$ ) ; (Fig. V-4) et avec la taille moyenne des grains du matériau massif  $d_m$  ; (Fig. V-7). La figure V-7 montre également le rôle important de la taille moyenne des grains sur la sensibilité du matériau à la vitesse de déformation (Tabl. V-2).

L'étude de l'évolution des propriétés mécaniques des propergols et explosifs composites, conjointement à des observations qualitatives des surfaces de rupture à l'aide de la microscopie électronique à balayage nous a permis de déterminer automatiquement les paramètres microstructuraux tels que, la teneur, la forme, la taille et la dispersion des structures étudiées.

Grâce aux résultats de la stéréologie classique, nous avons pu accéder aux paramètres importants caractérisant la topologie des faciès de rupture.

Nous avons pu mettre en évidence deux mécanismes de rupture :

Dans le cas de chargements statiques et de ruptures intergranulaires (Fig. V-9) la fissure se propage en suivant le contour des grains, alors que sous l'action de sollicitations dynamiques et de ruptures transgranulaires (Fig. V-10), la fissure se propage partiellement à travers les grains. L'augmentation du nombre de zones des facettes de clivage de grains conduit à une évolution de la rupture vers un aplatissement, donc une chute des valeurs de rugosité surfacique et de l'indice de branchement ; (Fig. V-11 et V-12).

- dans le cas d'une sollicitation statique ( $V_T = 50 \text{ mm.min}^{-1}$ ), les valeurs de rugosité surfacique ( $R_A$ ) et de l'indice de branchement ( $B_L$ ) sont supérieures à celles mesurées dans le cas de sollicitations dynamiques ( $V_T = 20 \text{ m.s}^{-1}$ ).

- les valeurs de la rugosité surfacique ( $R_A$ ) et de l'indice de branchement ( $B_L$ ) augmentent avec le diamètre moyen des charges cristallines et ce, quel que soit le type de sollicitation.

Nous avons pu montrer que le mécanisme de rupture des propergols et des explosifs composites s'accompagne d'une variation sensible des paramètres caractérisant la morphologie des surfaces de rupture (Fig. IV-10). Les évolutions de la rugosité surfacique ( $R_A$ ) et de l'indice de branchement ( $B_L$ ) en fonction du diamètre moyen des charges actives du matériau massif ( $d_m$ ) nous montrent que la morphologie de la rupture dépend de la taille moyenne des grains et du type de chargement (Fig. V-11 et V-12).

## 2 - Analyse fractographique

L'analyse quantitative des surfaces de rupture dynamique a révélé la présence de facettes de clivage (grains cassés) qui sont responsables de la rupture. Nous avons utilisé les principaux résultats issus des travaux de S.M. EL SOUDANI, pour calculer la densité numérique ( $N_A$ ) et la teneur surfacique ( $A_A$ ) des grains cassés. Les résultats montrent que la probabilité de rupture et la densité numérique des grains cassés augmentent avec la taille moyenne des grains du matériau massif (Fig. V-12).

Cette représentation du processus de rupture des propergols et des explosifs composites, bien que très schématique, permet cependant de décrire assez précisément le mécanisme de rupture. Cette représentation est en accord avec les principaux résultats et conclusions de la littérature.

## 3 - Interprétation statistique des résultats

L'analyse statistique des résultats (effectuée sur un ordinateur Hewlett-Packard 9000) nous a permis d'étudier la dispersion des résultats de la mesure de contrainte à la rupture et des paramètres microstructuraux.

Le modèle de WEIBULL (Fig. VI-3) corrèle bien les résultats expérimentaux pour les différents matériaux étudiés. Cette théorie semble donc applicable pour l'étude statistique de la rupture de propergols et d'explosifs composites.

L'évolution des valeurs de la teneur des cristaux cassés ( $A_A$ ) en fonction du module de WEIBULL (Fig. VI-4) nous montre l'importance du mécanisme de rupture (Fig. V-9 et V-10) dans l'étude de la dispersion des résultats de propriétés mécaniques. Le module de WEIBULL  $m_\sigma$  est donc lié à la taille granulométrique du matériau massif ( $d_m$ ) ainsi qu'à la teneur des grains cassés ( $A_A$ ) ; il apparaît donc comme un précieux indicateur du mécanisme de rupture.

L'exploitation du critère probabiliste de S.B. BATDORF à travers le calcul du paramètre microstructural  $N_0$  (nombre de grains/unité de volume) ; Eq. VI-(1) n'a pas donné les résultats escomptés. L'aspect très fragile ainsi que la nature pyrotechnique des matériaux étudiés en sont les deux principales raisons.

L'approche de K. WALLIN, T. SAARIO et K. TORRONEN est, de toute évidence, celle qui se prête le mieux à notre étude. Ce modèle permet de formuler une probabilité de rupture (Eq. II-(45) prenant en compte la répartition granulométrique en mesure du matériau massif (Eq. II-(46)).

La théorie de K. WALLIN est en bon accord avec les résultats expérimentaux (Fig. VI-6 et VI-8). L'évolution du diamètre moyen des grains cassés sur le diamètre moyen des grains du matériau massif ( $d_f/d_m$ ) ; (Fig. VI-7) corrèle bien les résultats de l'analyse quantitative des surfaces de rupture pour des valeurs du diamètre moyen inférieures à 100  $\mu\text{m}$ . On note une divergence sensible entre la théorie et l'expérience pour des répartitions granulométriques dont le diamètre moyen est supérieur à 200  $\mu\text{m}$ . Cet écart est prévisible si l'on s'en tient aux hypothèses émises dans le paragraphe II-3 et aux résultats de l'analyse fractographique (Tabl. V-4).

#### 4 - Comparaison des différents modèles utilisés

Les modélisations présentées s'appuient sur différentes mesures expérimentales : contrainte critique et analyse des surfaces de rupture. Bien que les

modèles utilisés n'intègrent pas tous des informations issues de l'analyse fractographique, ils sont néanmoins tous basés sur la théorie du maillon le plus faible.

Dans le cas du modèle empirique de WEIBULL [ 1 ] , le facteur d'homogénéité  $m_{\sigma}$  est un bon indicateur de la dispersion des résultats de traction dynamique. On note que l'augmentation de la teneur surfacique des grains cassés ( $A_A$ ) s'accompagne d'une chute du facteur d'homogénéité  $m_{\sigma}$ .

Les modèles les plus évolués du type S.B. BATDORF [ 2 ] ou K. WALLIN [ 3 ] et al. présentent un plus grand intérêt car ils sont basés sur des considérations microstructurales ou sur des mécanismes physiques. Leur utilisation est assez simple, mais leur application nécessite, bien entendu, la connaissance de plus de données expérimentales, provenant toutes de l'analyse fractographique des surfaces de rupture.

Une partie importante de ce travail concerne les mesures de la densité volumique de grains dans le matériau massif ( $N_0$ ) et de la teneur surfacique des grains cassés ( $A_A$ ) sur les surfaces de rupture. Toutefois, nous avons montré que le calcul du paramètre microstructural  $N_0$  est très délicat et fait appel à des méthodes analytiques complexes. Ce calcul nécessite en outre une modélisation de la morphologie des particules, faisant intervenir un facteur de forme ( $\beta$ ).

De plus, la notion de granulométrie de particules en nombre influence de manière néfaste l'interprétation stéréologique des résultats. En effet, une analyse granulométrique en nombre n'a de sens que si tous les éléments analysés (grains cassés) sont disjoints, ce qui n'était pas le cas lors de l'analyse des surfaces de rupture (traitement de l'image binaire en particulier).

Le modèle de K. WALLIN et al [ 3 ] est certainement celui qui donne les résultats les plus satisfaisants. Il permet outre le calcul du diamètre des grains fragmentés ( $d_f$ ), le calcul de la teneur surfacique des grains cassés ( $A_A$ ). Ce paramètre de mesure, dans notre cas, se prête mieux à une interprétation stéréologique que le terme de densité numérique ( $N_0$ ).

D'autre part, le paramètre de mesure ( $d_m$  : diamètre moyen de grain) est obtenu par tamisage, il représente donc la taille moyenne d'une granulométrie en mesure. C'est pour cette dernière raison que la granulométrie en nombre n'a, dans le cadre de notre étude, qu'un intérêt très limité.

**BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE VI**

- [ 1 ] W. WEIBULL : Jour. Of Appl. Mech. Vol. 3 (1951).
  
- [ 2 ] S.B. BATDORF,  
"Nuclear Engineering and Design",  
Vol. 35, p. 349-360, (1975).
  
- [ 3 ] K. WALLIN, T. SAARIO, K. TORRONEN,  
Int. Jour. Of Frac., Vol. 32, p. 201-209, (1987).
  
- [ 4 ] G. PLUVINAGE, B. TOLBA  
"Probabilistic aspect of dynamic fracture"  
Impact, Congrès de Brême, R.F.A., (18-21 Mai 1987).
  
- [ 5 ] S.M. EL SOUDANI  
"Theoretical basis for the quantitative analysis of fracture  
surface"  
Metallography, Vol. 7, p. 271-311, (1974).

## CONCLUSION GENERALE

Au cours de ce travail, nous avons étudié l'influence des paramètres microstructuraux sur les propriétés mécaniques des propergols et explosifs composites.

Les principales conclusions auxquelles nous a conduit notre étude sont les suivantes :

- . les valeurs des contraintes à la rupture sont influencées par la taille moyenne des grains constituant le matériau massif.
- . les paramètres mesurés lors de l'analyse profilométrique (rugosité linéaire et indice de branchement) confirment l'hypothèse de deux mécanismes de rupture différents.

- rupture intra-liant

- rupture transgranulaire

- . l'analyse fractographique des faciès de rupture nous permet de comparer les valeurs du diamètre moyen des grains cassés avec celles du diamètre moyen des grains du matériau massif.

Nous avons ensuite entrepris une modélisation de la rupture des propergols et explosif composites.

Le modèle de WALLIN [ 3 ] utilise des paramètres issus de l'analyse fractographique quantitative des surfaces de rupture et des mécanismes qui en découlent.

L'utilisation conjointe de l'analyse d'images et de la stéréologie nous a permis d'aborder l'étude du modèle de WALLIN.

Notre étude est partielle ; les modélisations [ 2 ] et [ 3 ] n'ont pas été exploitées au maximum.

L'avenir de cette étude devra passer par une importante phase expérimentale pour permettre une modélisation approfondie.