



**HAL**  
open science

## Analyse de la réponse d'un polymère fortement chargé sous chargements dynamiques

Alain Fanget, Pierre Mateille, Gérald Contesse, Dominique Jeulin, P Lambert,  
Carole Nadot

### ► To cite this version:

Alain Fanget, Pierre Mateille, Gérald Contesse, Dominique Jeulin, P Lambert, et al.. Analyse de la réponse d'un polymère fortement chargé sous chargements dynamiques. 11e colloque national en calcul des structures, CSMA, May 2013, Giens, France. hal-01722065

**HAL Id: hal-01722065**

**<https://hal.science/hal-01722065>**

Submitted on 2 Mar 2018

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Public Domain

## Analyse de la réponse d'un polymère fortement chargé sous chargements dynamiques.

A.Fanget<sup>1</sup>, P. Mateille<sup>1</sup>, G. Contesse<sup>1</sup>, D. Jeulin<sup>2</sup>, P. Lambert<sup>3</sup>, C. Nadot<sup>4</sup>

<sup>1</sup>Commissariat à l'Énergie Atomique (CEA), Centre de Gramat, F46500 Gramat, France.  
alain.fanget@cea.fr, pierre.mateille@cea.fr, gerald.contesse@cea.fr

<sup>2</sup>Centre de Morphologie Mathématiques dominique.jeulin@mines-paristech.fr

<sup>3</sup>Science et .Application lambertbdx@numericable.fr

**Résumé** — Ce papier se focalise sur les réponses structurales à l'échelle mésoscopique sous chargements dynamiques de matériaux énergétiques que sont les propergols à matrice polymère. A cette fin nous partons des données microtomographiques de l'échantillon avant et après essais dont les morphologies sont extraites via un algorithme de morphologie mathématique. Nous présentons ensuite le processus de géométrisation et de maillage mis en place pour construire les configurations de calcul. Nous précisons les choix des modèles mécaniques et l'obtention de leurs paramètres utilisés dans les simulations numériques. Enfin, les conditions expérimentales dont sont issues les conditions limites et de chargement des simulations sont données pour alimenter une comparaison expérience-calcul. Les résultats numériques sont discutés : les manques, les limitations, l'adéquation des modèles choisis. Les perspectives de ce travail seront précisées.

**Mots clés** — propergol, mésoscopie, modélisation mécanique, dynamique, simulation numérique,

### 1. Introduction

Comprendre la réponse et modéliser le comportement de matériaux énergétiques, tels que les propergols à matrice polymère, est un point essentiel pour déterminer leur seuil de sécurité pour des taux de déformation modérés. Les phénomènes physiques en jeu dans ce type de chargement sont nombreux, complexes et interdépendants. La première difficulté est la complexité d'un tel matériau composite qui est composé de grains de matière active insérés dans une matrice polymère qui est le premier niveau structural, l'échelle mésoscopique. La seconde difficulté vient du fait que ce problème de sécurité porte sur de grande quantité de matière (de quelques kilogrammes à plusieurs tonnes) qui est l'échelle macroscopique. La troisième difficulté provient de la grande variété de domaines de chargements (dynamique, quasi statique en transformations finies, thermique). Enfin, la réponse finale du matériau est dépendante de l'histoire de ces chargements. Des investigations importantes ont été réalisées pour répondre à la problématique en quasi statique du point de vue [1] [2] [3]. Ce papier se focalise sur les réponses structurales à l'échelle mésoscopique sous chargement dynamiques. Pour ce faire nous partons des données microtomographiques de l'échantillon avant et après essais dont les morphologies sont extraites via un algorithme de morphologie mathématique [4] [5]. Nous présentons ensuite le processus de géométrisation et de maillage mis en place pour construire les configurations de calcul [6]. Nous précisons les choix des modèles mécaniques et l'obtention de leurs paramètres utilisés dans les simulations numériques [7][8]. Enfin, les conditions expérimentales dont sont issues les conditions limites et de chargement des simulations sont données pour alimenter une comparaison expérience-calcul [9]. Les résultats numériques sont discutés : les manques, les limitations, l'adéquation des modèles choisis. Les perspectives de ce travail seront précisées.

### 2. Outils expérimentaux et d'analyses

#### 2.1. Dispositif expérimental.

Classiquement, la Tour de Chute (TdC) est un moyen expérimental normatif utilisé pour rechercher le seuil d'initiation d'un matériau réactif. La hauteur du rebond de la masse projetée sur l'échantillon

est mesurée et qualifiée ce seuil. La TdC est un moyen d'essai dit 'go no go', elle a été modifiée pour permettre l'acquisition de l'évolution de la face arrière de l'échantillon au moyen d'une caméra ultra rapide. La figure 1 montre la partie aménagée du système, la boîte de confinement avec à l'intérieur de celle-ci, zoomée, une boîte contenant le miroir qui renvoie la surface inférieure (et éventuellement la surface latérale) de l'échantillon vers la caméra ultra rapide au travers d'un télescope de type Questar. Ce dispositif permet d'acquérir 5000 images /s et de réaliser une mesure de vitesse matériel via une analyse par vidéo corrélation. Sur le dessus de cette boîte, figure 2, l'échantillon est disposé dans une cellule dimensionnée de telle sorte que ce dernier puisse être déformé longitudinalement de ~ 0%, de 30% maximum ou sans limite et transversalement de 50% maximum ou 0%. La valeur de 0% en longitudinal traduit que seul un choc peut être engendré dans le matériau, la valeur de 0% en transversal traduit un confinement du matériau.

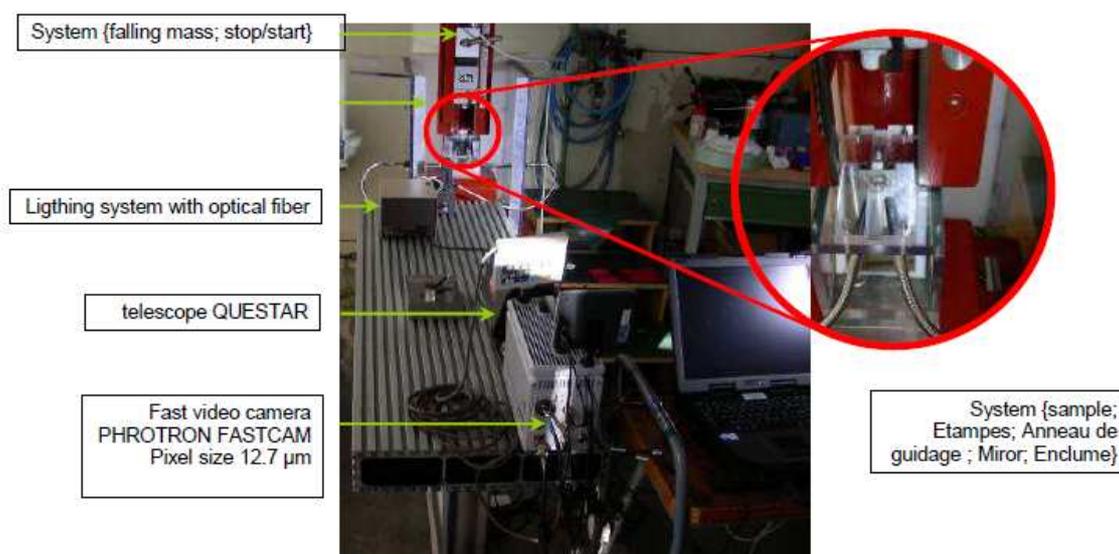


Figure1 : Dispositif expérimental de Tour de Chute

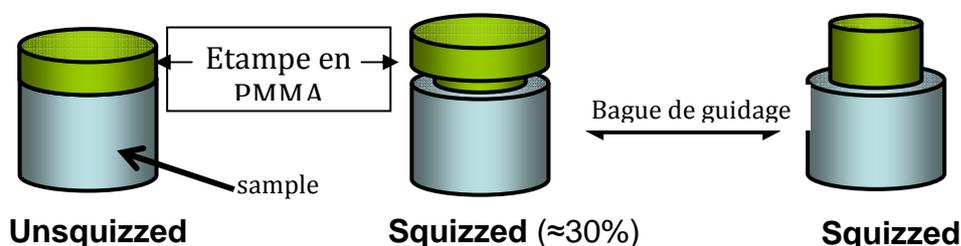


Figure 2 : Cellules de chargement

Le matériau étudié pour réaliser ces expériences est un butargol, fabriqué par l'ONERA, lequel est composé de grain monomodaux de fluorosilicate d'ammonium de 400μm de diamètre dans une matrice polymère d'HTPB (~18% HTPB ; ~80% de fluorosilicate en masse). Les dimensions des échantillons sont de 5mm ou 10 mm en diamètre et de 3mm d'épaisseur. La masse tombante utilisée est de 2kg et les hauteurs de chutes de 20cm, 30cm et 40cm.

## 2.2. Outils d'analyses

La microtomographie à rayons X, l'analyse morphologique, l'analyse microstructurale et la modélisation numérique sont les outils qui ont été utilisés pour investir les phénomènes physiques prenant place dans les essais de TdC. Les paragraphes suivants décrivent les développements réalisés sur les trois derniers points.

### 2.2.1. Analyse microstructurale.

L'analyse microscopique a été réalisée avec un microscope optique à réflexion et un microscope à balayage incluant un détecteur X. Une procédure spécifique de préparation des échantillons a été développée du fait de la difficulté de réaliser le polissage de ceux-ci compte tenu des différences importantes des rigidités des matériaux et de la forte viscosité du liant. Du fait des faibles dimensions de l'échantillon, le polissage se fait au moyen d'un guide pour assurer le parallélisme des faces inférieure et supérieure de l'échantillon. La procédure de polissage se décline comme suit :

1. Une phase d'abrasion : deux passes avec des tamis de 1200 et 4000 $\mu\text{m}$  de rugosité, les débris et particules venant de l'abrasion sont évacuées par un flux continu d'air sec ;
2. Une phase d'abrasion avec des grains d'alumine nanométrique dans film d'huile.
3. Une phase d'optimisation pour éliminer les rayures induites par les micro-débris ou les particules. Une action de « polish » est réalisé avec un tampon de coton imprégné avec un liquide « polish ».

L'endommagement engendré par l'usinage nécessite une érosion de 400 $\mu\text{m}$  à 700 $\mu\text{m}$ . La surface latérale n'a pas encore été investie. La figure 3 montre les états d'une surface de l'échantillon avant et après application du protocole de polissage.

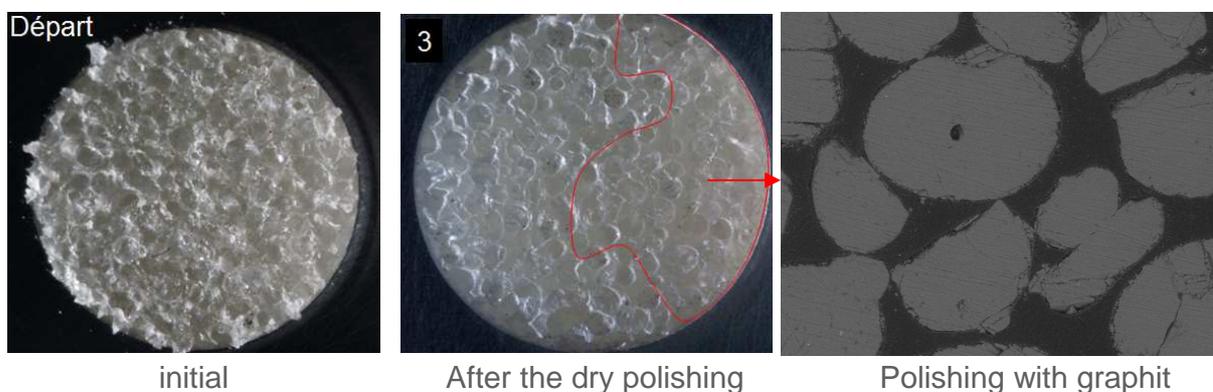


Figure3 : Vue optique des surfaces à différentes étapes de polissage.

### 2.2.2. Analyse morphologique.

Comme cela a été rappelé en introduction, le besoin de modéliser numériquement la réponse de l'échantillon réel nécessite la connaissance de la structure du matériau. Des algorithmes de morphologie mathématiques, s'appuyant sur des acquisitions microtomographiques réalisées au moyen d'un microtomographe skyscan 1172, ont été développés. Ils consistent, dans le cadre d'une hypothèse biphasique, en la reconstruction multiéchelles de la segmentation des images par l'application de fonctions morphologiques comme suit [4] [5] :

1. Un seuillage de l'image via la maximisation de la variance interclasses qui permet d'obtenir un masque de l'image initiale. Cette information est gardée à travers tout le processus de segmentation.
2. Une opération de fermeture au moyen d'un rhombicuboctaèdre pour refermer les fissures et mettre ensemble les proches voisins suivant une fonction de filtre volumique.
3. Calculer la carte de la fonction distance de l'image fermée suivi de l'application d'une fonction watershed sur cette image.
4. Calculer le graphe adjacent des grains
5. Calculer la granulométrie morphologique en regroupant les grains par classe en volume  $V(x)$  ainsi que le nombre de grains dans cette classe.
6. Un processus itératif, qui consiste : à choisir une classe sur laquelle est appliquée une fonction watershed, en la mise à jour le graphe adjacent, à la réévaluation de la granulométrie

de la classe des grains segmentés, à retirer de l'image les grains segmentés et ainsi de suite jusqu'à ce que le masque soit vide.

La figure 4 montre la coupe 2D d'un exemple d'application de ce processus de segmentation à une microtomographique image 3D.



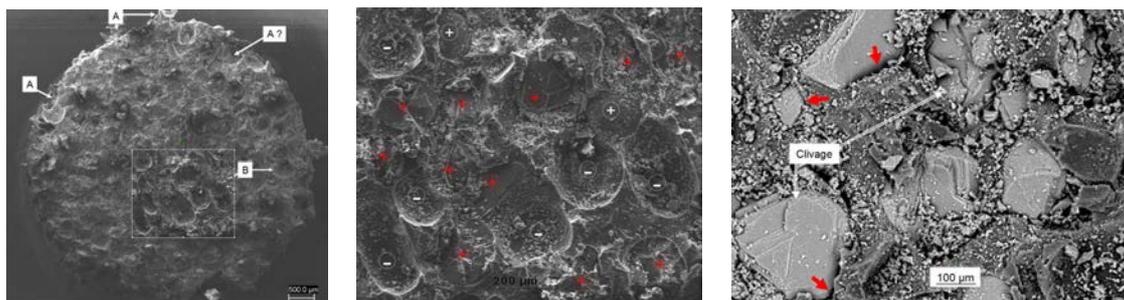
a. b.  
Figure 4 : a : Acquisition microtomographique b : Image segmentée.

### 3. Caractérisation de l'état initial du matériau.

#### 3.1. Analyse microscopique.

Les échantillons sont de petits cylindres de 5mm et 10mm et de 3mm de haut. Ils sont obtenus par usinage, la conséquence de cette opération sur l'état d'une surface est montrée figure 5a. Un grand nombre de grains sont soit manquant, fragmentés, fissurés ou clivés. Un ensemble de petits grains polluent la surface, une analyse de diffraction a montré qu'il s'agit de fluorosilicate d'ammonium. Ces faits sont couplés au caractère fragmentés des grains et démontrent le comportement fragile de ce matériau.

La figure 5b, obtenue au M.E.B, décrit une partie de la surface précédente. Vingt grains remplissent cette surface, deux seulement sont intacts, tous les autres sont plus ou moins incomplets. Les signes + ou - (croix blanches) signifient qu'aucun grain est présent, seule reste une dépression de 100µm à 300µm. Cela représente grossièrement 30% des grains de la surface. Les autres emplacements notés d'une croix rouge sont totalement ou partiellement des dépressions de 20µm à 100µm.



a. b. c.  
Figure 5 : a : Image de la surface b. Image zoomée c. Image MEB

#### 3.2. Analyse microtomographique.

Sur la figure 6, on montre les coupes orthoaxiale et axiale de microtomographie à rayon X. La taille du pixel est de 2.6µm. Sur la coupe axiale, on ne peut voir que le matériau, en condition initiale, présente quelques décohésions, quelques grains fissurés et quelques porosités inter granulaire. Sur la coupe orthoaxiale de l'image, il est clair que de nombreux grains sont cassés et ont perdu leurs sphéricités initiales. Pour ce dernier point, l'ovalisation des grains est de ~1.4. [7]

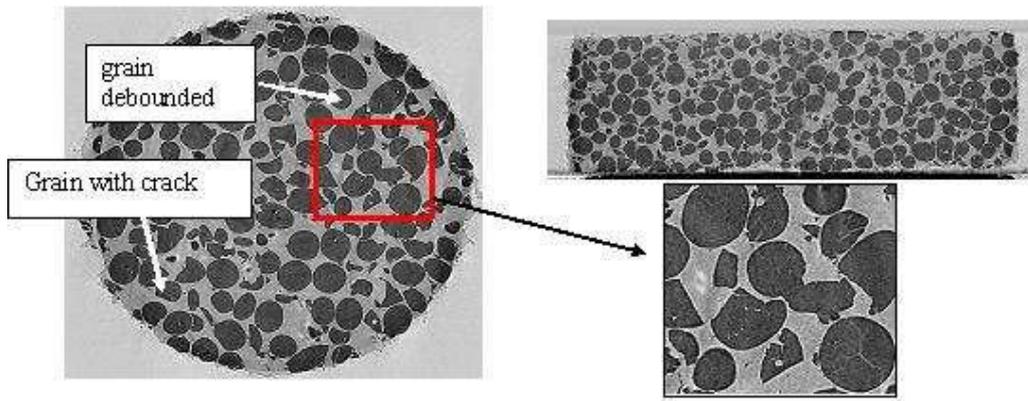


Figure 6 : a : Coupe orthoaxiale b. Zoom (a) c. coupe axial

L'analyse morphologique concerne la totalité de la reconstruction 3D de l'acquisition microtomographique contenant l'ensemble de l'échantillon. Dans notre approche biphasique, l'aspect triphasique de l'image (grains, matrice, extérieur) est contourné en imposant les niveaux de gris présents dans l'échantillon. Cette astuce n'est évidemment pas valable pour un matériau multiphasique. Entre autre, une approche multiphasique sera plus opérante en ce qui concerne la détection des zones de décohésion. La segmentation de cette image, voir figure 4b, est une bonne représentation de la morphologie du matériau. La fonction covariance sur la carte des distances, figure 7a, traduit le fait que la distribution granulaire est aléatoire. Sur le tableau I, sont résumés les distributions volumétriques, les surfaces spécifiques de quelques échantillons. Elles sont quasi constantes quelque soit l'échantillon, ce qui démontre leur bonne reproductibilité et ainsi peut valider une étude statistique. La distribution volumétrique calculée est en moyenne de 63.6%, elle proche de la valeur expérimentale si on tient compte que les grains de bord n'ont pas leurs valeurs nominales. La surface spécifique moyenne est de  $0.098\mu\text{m}^{-1}$ .

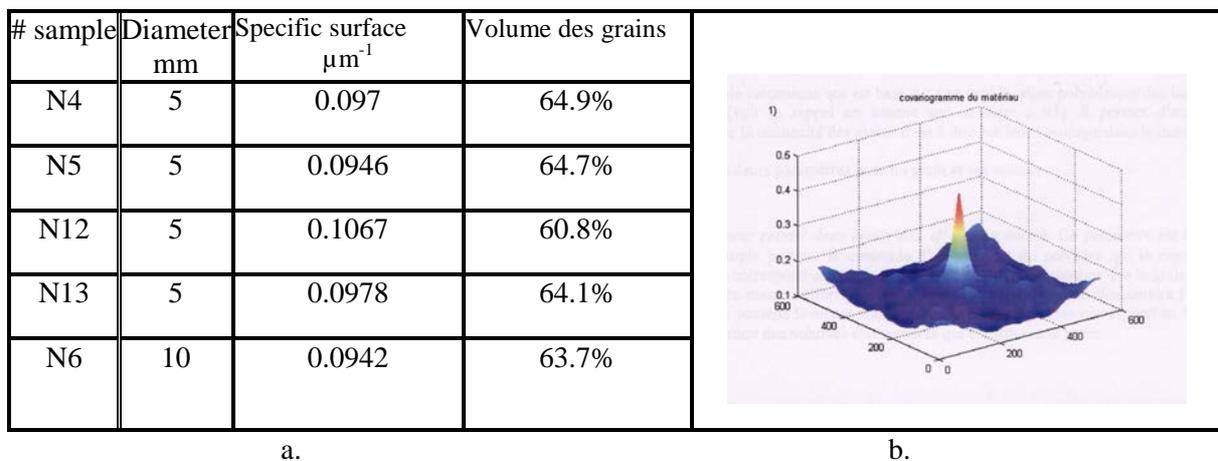


Figure 7: a : Distribution volumétrique b. Covariogramme en distance.

## 4. Résultats expérimentaux.

Les expérimentations ont été réalisées sur les échantillons de 5mm et 10mm de diamètres et 5mm de haut. La masse tombante est de 2kg, les essais consistent: pour un diamètre de 5mm à des chargements sans déformation macroscopique puis avec une déformation maximale de 30% ; pour un diamètre de 10mm des chargements pour une déformation maximale de 30% pour des hauteurs de chute de 20 mm, 30 mm et 40mm.

### 4.1. Echantillons de 5mm

- Essai sans déformation longitudinale

Le but de cette expérience était de connaître les effets sur le matériau du passage d'une simple onde de choc. Sur la figure 8 est présentée la microtomographie de l'échantillon après essai, le pixel représente  $2.6\mu\text{m}$ . Elle montre une décohésion quasi-totale des grains et de leur fissuration qui a la particularité d'être parallèle à la direction de chargement. Si un grain est confiné par d'autres grains alors sa fissuration est plus intense. Les grains de bords sont moins ou pas fissurés, cela implique que la fissuration n'a pas pris place lors du passage du choc dans le matériau mais serait liée aux ondes de traction issues des bords de l'échantillon. Une analyse morphologique après segmentation donne une surface spécifique de l'échantillon de  $0.218\mu\text{m}^{-1}$  qui est plus du double que la surface spécifique initiale. Cette augmentation essentiellement occasionnée par la fissuration peut être une cause d'augmentation de sensibilité dans le cas d'un matériau réactif. L'analyse micrographique (M.E.B.) permet de voir qu'en bord de grain il existe des micros dommages de quelques  $\sim 3\mu\text{m}$  d'épaisseurs et des décohésions de l'ordre du  $\mu\text{m}$ .

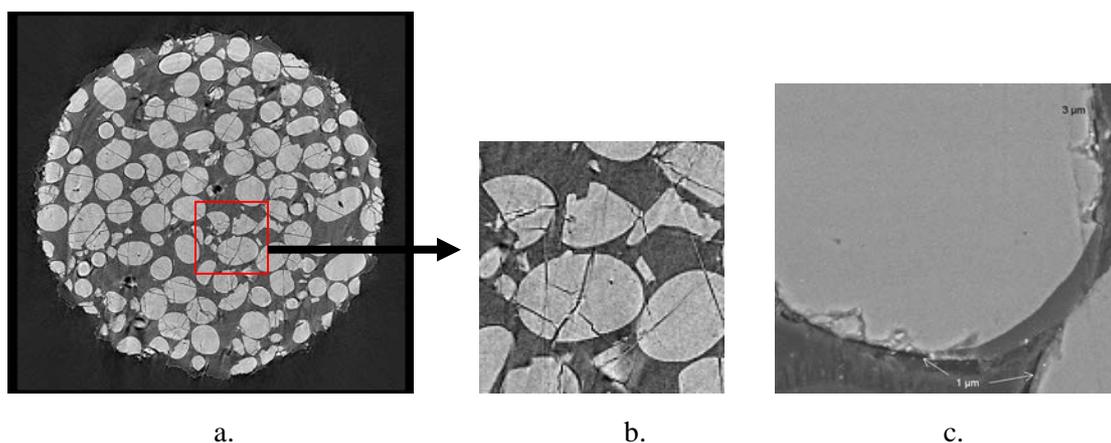


Figure 8: a. Coupe microtomographique orthoaxiale b. Zoom de l'image (a). c. Micrographie

- Essai pour une déformation maximale de 30%

Sur la figure 9a, une image microtomographique d'une coupe ortho axiale montre : un échantillon de déformation résiduelle de 10% suivant la direction radiale et de 15% suivant la direction longitudinale ; des grains fortement fragmentés dans une zone pariétale et fissurés ailleurs. Une décohésion affecte tous les grains. La cylindricité de l'échantillon n'est pas conservée imputable à la structure hétérogène de l'échantillon qui influence l'écoulement du matériau lors de sa déformation. L'évaluation de la surface spécifique moyenne à partir de la segmentation des images microtomographiques est de  $0.358\mu\text{m}^{-1}$ . En corrélant grain à grain les segmentations ante et post mortem, on peut extraire cette surface spécifique pour chacun des grains et connaître la fragmentation de chaque grain, ce qui est montré figure 10. L'analyse micrographique (figure 9c) révèle les événements physiques suivants : fissures planaires associées au clivage, des fragments à frontières rectilignes, des fissures en zigzag, des cavités consumées en microsphères, des fragments festonnés qui indiquent un changement de phase.

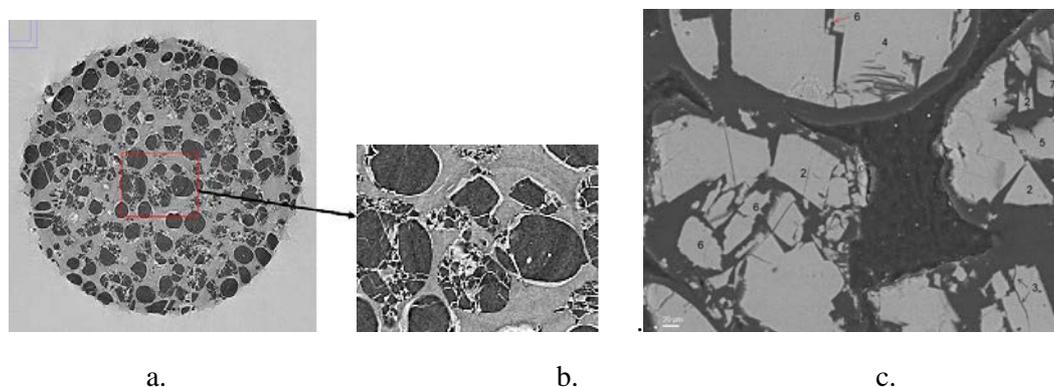


Figure 9: a. Coupe microtomographique orthoaxiale b. Zoom de l'image (a). c. Micrographie

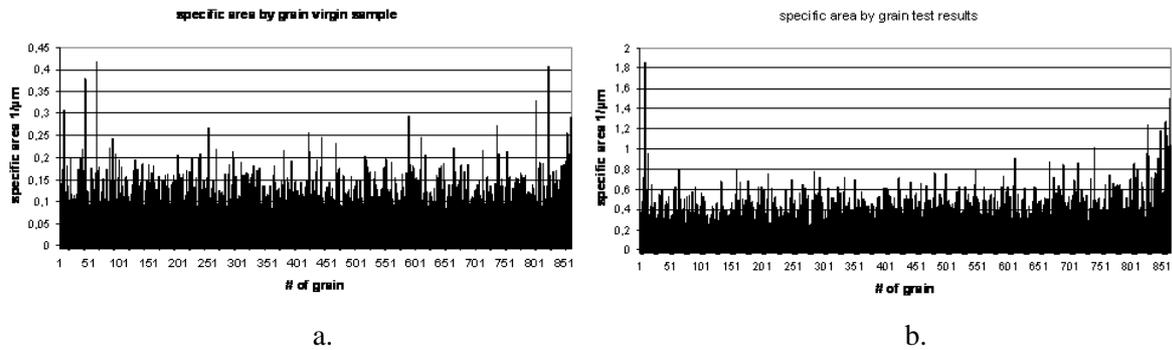


Figure 10: Surface spécifique grain/ grain a. Anté mortem b. Post mortem

## 4.2. Echantillons de 10mm

La figure 11 montre les coupes des images 3D des microtomographiques des échantillons après essais. Seule la hauteur de chute varie d'un essai à l'autre. L'échantillon ne peut s'épandre latéralement, cette configuration simule des situations où le propergol se trouve confiné. On peut voir sur ces images l'évolution de l'endommagement allant d'une simple décohésion ( $h=20\text{cm}$ ) à de multiples fissurations orientées dans la direction du chargement ( $h=30\text{cm}$ ) alors que la fragmentation ( $h=40\text{cm}$ ) est effective et concentrée dans une zone pariétale de l'échantillon. Les formes macroscopiques résiduelles des échantillons ont perdues leurs cylindricités initiales probablement du au réarrangement des grains et des fragments lors de la relaxation après extraction des échantillons de leurs bagues de confinement.

Les endommagements sont de mêmes types que ceux décrits pour les échantillons de 5mm de diamètre. Les mêmes analyses physiques et morphologiques peuvent être faites. Cela permet de circonscrire le nombre d'évènements physiques prenant place dans ce genre d'essai et pour les hauteurs envisagées. L'énergie par unité de volume apportée à l'échantillon est 4 fois plus importante pour un échantillon de diamètre 5mm que pour un échantillon de diamètre 10mm à hauteur d'essai identique. Il faut doubler l'énergie mise en jeu (de  $h=20\text{cm}$  à  $h=40\text{cm}$ ) pour obtenir les mêmes évènements physiques. La dynamique n'est pas identique dans les deux types, principalement du fait que les ondes de détentes ont à traverser le confinement avant d'être effectives. En l'état, il est difficile d'affirmer quelle configuration d'essai peut être représentative (universelle) du chargement réel. Seul des simulations numériques complètes de ces essais devraient permettre de discerner chargements locaux responsables de la dégradation du matériau.

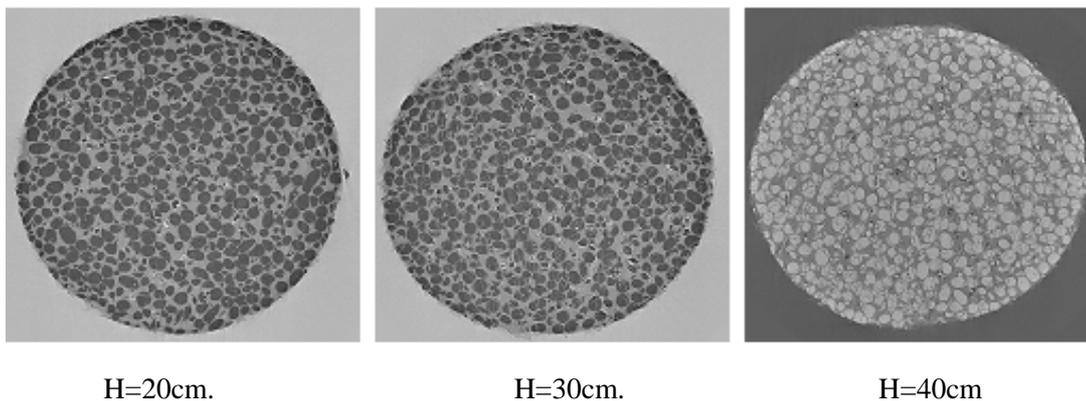


Figure 11: Coupes microtomographiques après essais d'échantillons de diamètre 10mm

## 5. Simulation numérique.

Le maillage de la structure à l'échelle mésoscopique passe par une chaîne d'outils qui de la labellisation extraite de l'analyse morphologique consiste en la géométrisation des composants, des corrections d'interpénétration engendrées par la précision d'acquisition microtomographique et de celle de l'opération de segmentation. L'opération de géométrisation consiste au placage d'une géosphère

sur chacun des grains. Cette forme a été choisie en considérant l'aspect ovoïde initial des grains. La précision de cette opération est liée à la finesse de la discrétisation de cette géosphère qui est un paramètre choisi par l'opérateur. Les opérations de correction réalisées avec un algorithme de déformation-répulsion permettent : de supprimer les petits angles générés par les intersections des fuyantes sur lesquelles le mailleur s'appuie ; d'adapter la distance intra-grains pour paramétrer à minima la dimension des mailles. L'algorithme de résolution est explicite en temps, le temps de simulation est donc très dépendant de la géométrie et de la taille des mailles.

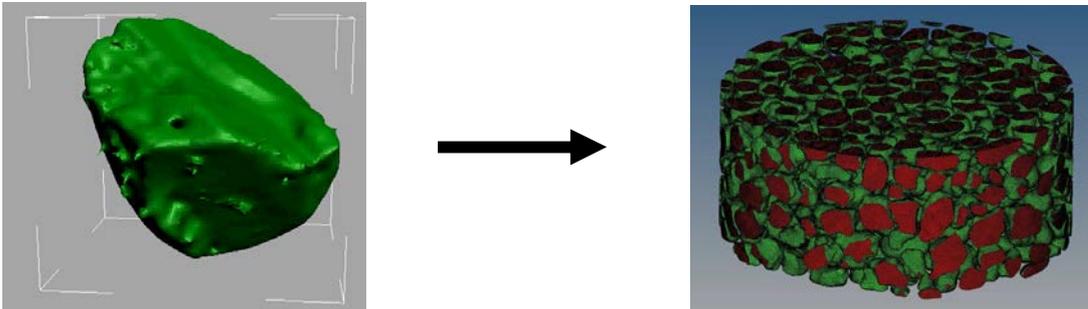


Figure 12: Grain géométrisé ; maillage de l'ensemble des grains de la configuration de calcul.

Les comportements mécaniques des composants sont : une loi constitutive élasto-plastique pour les grains dont les paramètres sont extraits des travaux de M. Winey ; une loi constitutive de type viscohyperélastique pour la matrice polymère. Cette dernière loi fait l'hypothèse d'une additivité des tenseurs de Piola-Kirchhoff 2 en termes réversible et visqueux, les premiers sont décrits par une loi de Mooney-Rivlin, les seconds par un modèle viscoélastique à série de Prony. La détermination des paramètres de la partie réversible sont extraits d'essais standards à partir d'éprouvettes de traction, pour la partie irréversible des essais en DMA dans une configuration en cisaillement à été spécifiquement développée à cette fin [9]. Les valeurs des paramètres matériaux sont donnés figure 13a.

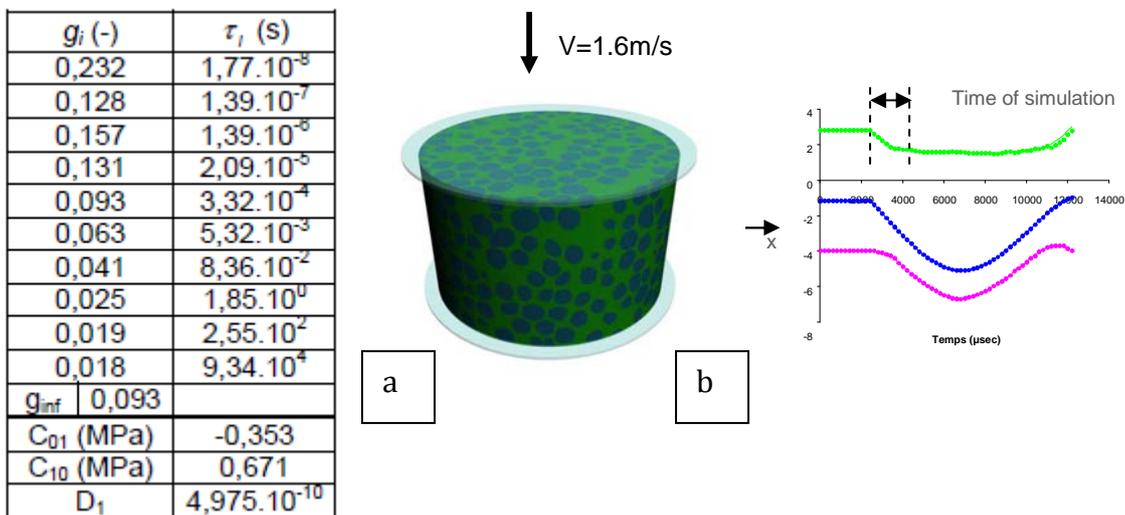


Figure 13: a. paramètres matériaux b. configuration de calcul; mouvement temporelle des enclumes.

La configuration de la simulation est présentée figure 13b. Il s'agit de l'impact d'une masse tombante de 2kg à la vitesse de 1.6m/s. Les courbes en bleu et mauve représentent les déplacements temporels des enclumes supérieure et inférieure. La courbe verte représente le déplacement temporel relatif de ces enclumes. La partie décroissante de la courbe décrit la compression de l'échantillon qui dure 1ms; la partie plate un mouvement rigide de l'ensemble, enfin le rebond de cet ensemble. Le moyen d'essai de TdC n'est pas à proprement parlé un moyen expérimental qui permet une gestion rigoureuse de tout les événements en particulier des ondes induites dans le châssis. Les résultats numériques présentés ci-dessous concernent uniquement la simulation de la sollicitation de l'échantillon durant la milliseconde. Durant laquelle on suppose que les principaux événements physiques prennent place. Pendant cet essai des acquisitions vidéo par caméra ultra rapide du suivi de l'évolution de la face inférieure de l'échantillon ont été réalisées. La fréquence temporelle d'acquisition des images est de 200μs pour une

utilisation de la totalité de l'écran CCD de la caméra, la précision du déplacement est de  $12.7\mu\text{m}$ . Une analyse par corrélation d'images des mesures effectuées permet des comparaisons expériences présentées sur les figures 14.

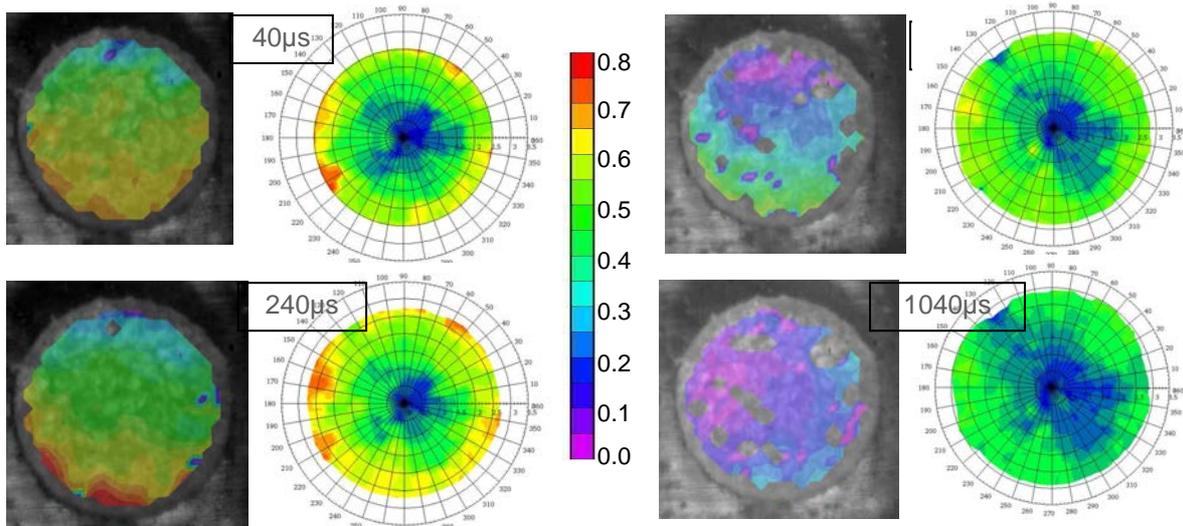


Figure 14: Comparaison expérience-calcul : vitesse radiale à  $40\mu\text{s}$ ,  $240\mu\text{s}$ ,  $800\mu\text{s}$ ,  $1\text{ms}$

Les conditions restrictives du calcul vis-à-vis de l'essai sont : décohésion grains-matrice impossible, glissement parfait entre les enclumes et l'échantillon. Malgré les imprécisions de mesure et les hypothèses de calcul, on constate que qualitativement l'écoulement dans l'échantillon est assez bien reproduit. Des zones d'expansion rapide, spécifiquement en bord d'échantillon sont reproduites. L'inhomogénéité de l'expansion induite par l'effet structural dans l'échantillon est proche, le timing de chargement et de déchargement est respecté comme le montre la comparaison à  $1040\mu\text{s}$  (figure 14). Dans la simulation numérique, la vitesse de déformation et la déformation appartiennent respectivement aux domaines  $[0, 5000\text{s}^{-1}]$  et  $[0, 400\%]$  (figure 15 et 16).

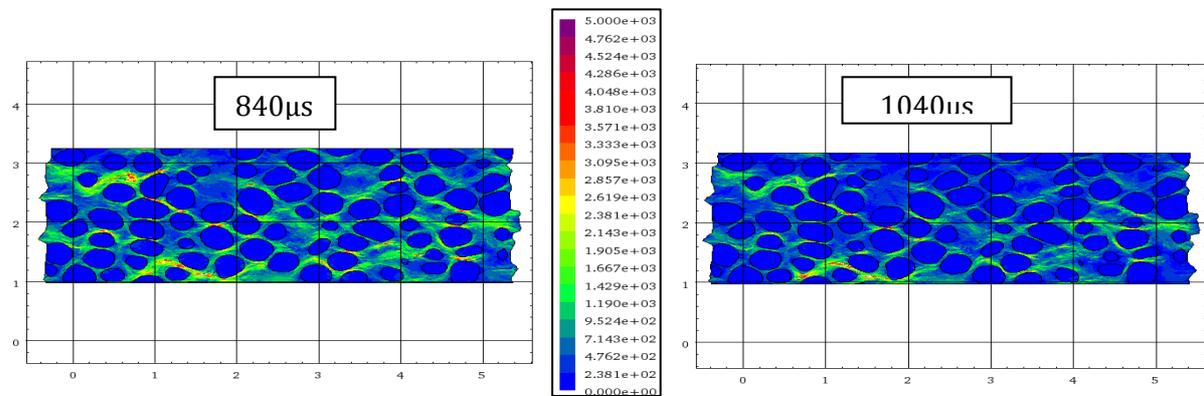


Figure 15: Champ des vitesses de déformation à  $840\mu\text{s}$  et  $1040\mu\text{s}$

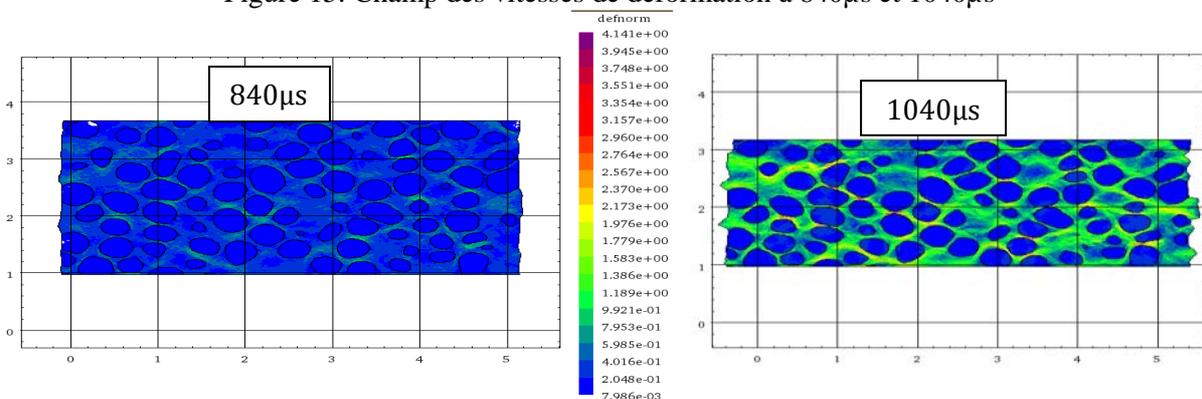


Figure 16 : Champ des déformations à  $840\mu\text{s}$  et  $1040\mu\text{s}$

La déformation longitudinale macroscopique est d'environ 26% en fin de calcul, elle est de 15% sur les échantillons récupérés après essai, ce qui implique l'existence d'une relaxation d'environ 10% de déformation dans cette direction. Les régimes dans lesquels les lois constitutives ont été construites nécessitent d'affiner les mesures spécialement pour le domaine caoutchoutique du polymère. Des essais en dynamique sur ce dernier n'ont pas pu être reproduits de façon satisfaisante.

## 6. Conclusion

Le test de TdC, qui quelquefois donne des résultats dispersés en terme de sensibilité des matières actives, inclut beaucoup de phénomènes physiques qui font que l'on ne peut pas être sûr que ce soit un test discriminant. Pour essayer de les discerner, une adaptation de la TdC a été réalisée pour effectuer des mesures quantitatives. Associé à ce développement des outils d'investigation structurale ont été élaborés :

- Un protocole spécifique de polissage d'échantillon pour les analyses micrographiques
- Un outil d'analyse de morphologie mathématique pour extraire la structure du matériau
- Une chaîne allant de la géométrisation au maillage de la configuration d'étude numérique.

Avec ces outils, pour quelques expériences, nous avons décrits les phénomènes physiques prenant place dans ces essais : la fissuration, la fragmentation, la décohésion, le changement de phase dans les grains. Ils ont permis aussi d'extraire des paramètres morphologiques au niveau de la structure et de chacun des grains telle la surface spécifique qui est un paramètre important pour le caractère de vulnérabilité des matériaux réactifs. A ce titre des essais en bombe calorimétrique sont programmés pour extraire une relation de sensibilité de la réaction en fonction du niveau de fissuration.

Il est clair que ces outils nécessitent encore des tests et des développements. Comme l'extension de l'analyse morphologique au multiphasique ; une corrélation entre les échelles microscopique et mésoscopique pour identifier des propergols plus complexes, des capacités d'acquisition ultrarapide plus performant ; la mise en place d'une « TdC » pilotable.

## 7. Références bibliographiques

- [1] C. Nadot, A. Dragon, H. Trumel, A. Fanget, "Damage modelling framework for viscoelastic particulate composites via a scale transition approach", *J. Theoretical & Appl. Mech.*, vol. 44 n°3, 2006, p. 553-583.
- [2] S. Dartois, D. Halm, C. Nadot, A. Dragon, A. Fanget, "Introduction of damage evolution in a scale transition approach for highly-filled particulate composites", *Eng. Fract. Mech.*, forthcoming paper, 2007.
- [3] A. Fanget, C. Nadot, A. Dragon, D. Jeulin: Mesoscopic to macroscopic behavior of particulate composites: experimental and numerical APS meeting Nashville 2009
- [4] M. Faessel, D. Jeulin: Segmentation of 3D microtomographic images of granular materials with the stochastic watershed, *Journal of Microscopy* 239 (2010), 17-31
- [5] L. Gillibert, D. Jeulin : Stochastic Multiscale Segmentation Constrained by Image Content, ISMM, 2011, 10th International Symposium on Mathematical Morphology, 6th-8th, Intra, Lake Maggiore, Italy
- [6] A. Fanget, P. Mateille, G. Contesse, P. Delcor: Etude comparative des écoulements et des chargements dans un polymère chargé à structure périodique et aléatoire. Congrès Nantes 2010
- [7] P. Lambert : Caractérisation microstructurale de matériaux granulaires sains et endommagés. Rapport interne
- [8] M. Winey and Al : Thermo mechanical modeling and temperature measurement for shocked ammonium perchlorate crystal *J. Appl Phys* 91, 5650, (2002)
- [9] P. Mateille: Analyse multiéchelles des phénomènes d'endommagement d'un matériau composite de type propergol, Thèse 2010

## Remerciements

Ces études ont été financées par la DGA organisme du Ministère de la défense. On tient à remercier P. Rey pour son soutien pour les acquisitions microtomographiques et microscopiques et T. Delage pour l'usage des échantillons.