

# Comportement en traction uniaxiale et biaxiale du polyéthylène téréphthalate au dessus de $T_g$ : modélisation probabiliste de l'influence de la température

L. Chevalier et Y. Marco\*

*Université de Marne La Vallée - LaM EA2545, 5 boulevard Descartes, 77454 Marne La Vallée*

\* ENSIETA - Laboratoire MSN, 2 rue François Verny, 29806 Brest Cedex 9

Reçu le 10 mars 2006 - Version finale acceptée le 1<sup>er</sup> juin 2006

---

**Résumé :** Sur la base d'essais uniaxiaux et biaxiaux réalisés sur des éprouvettes en PET injectées et sollicitées à des températures proches de la transition vitreuse, on identifie un modèle de comportement de type viscoplastique simple, couplé à une variable qui permet de représenter l'effet de durcissement du PET en élongation. Cette méthodologie prend en compte la dispersion expérimentale importante lors du durcissement aux travers de variables matériau aléatoires. La description probabiliste du modèle permet ensuite de valider la fiabilité des simulations numériques réalisées sur la base de ces modèles.

**Mots clefs :** Elongation uniaxiale et biaxiale, Polyéthylène téréphthalate, Comportement durcissant, Modélisation viscoplastique.

[Abridged English version on last page]

## 1. Introduction

L'étirage du polyéthylène téréphthalate (PET) au voisinage de la température de transition vitreuse à de fortes vitesses de déformation a des effets bénéfiques sur la rigidité et la résistance du matériau. Dans un précédent article [1], nous avons montré que ce renforcement est associé à des modifications de microstructure (cristallisation, orientation macromoléculaire). Ces observations sont confirmées par divers auteurs [2-4] et la modélisation et l'optimisation du procédé de soufflage doit prendre en compte ces modifications de microstructure. Poitou et Ammar [5] ont proposé une modélisation rentrant dans le cadre de la thermodynamique, validée sur des exemples de cisaillement ou des simulations d'injection [6]. D'autres approches [7-9], couplant évolutions de la microstructure avec le phénomène de durcissement, rendent compte avec plus ou moins de succès de ce phénomène de durcissement. Globalement, ces différentes approches conduisent à des évolutions exponentielles des variables (contrainte, viscosité...) et sont extrêmement sensibles aux valeurs des paramètres du modèle et de l'état initial du matériau.

Dans la présente étude, on se focalise sur les aspects de dispersion des résultats et la modélisation proposée reste phénoménologique. S'appuyant sur les résultats d'essais de traction uni- et biaxiale réalisés par Marco dans son travail de thèse [10], nous proposons une modélisation simple de l'effet de durcissement qui présente l'avantage de conduire à des simulations numériques stables. Parallèlement, la dispersion observée sur les résultats expérimentaux est prise en compte au travers de variables aléatoires et cette approche permet de quantifier la fiabilité du modèle. Le travail en cours sur ce thème permettra d'insérer les aspects microstructuraux dans ce type de modélisation, mais ce point ne fait pas l'objet de développements ici.

## 2. Essais de traction uniaxiaux et biaxiaux sur le PET

### 2.1 Matériaux et matériaux

Les essais présentés dans cette section ont été réalisés au LMT Cachan. Le PET Eastman-Kodak 9921W est injecté en éprouvettes planes suivant les recommandations du fournisseur. Afin de réduire

l'effet de la cristallisation d'origine thermique, on utilise des lampes à infra-rouge pour la régulation thermique (Fig. 1). Ce chauffage très rapide permet d'obtenir une bonne homogénéité de la température du matériau et l'asservissement réalisé assure une variation de moins de  $\pm 3^\circ\text{C}$  durant l'essai. Dans chaque cas, l'elongation obtenue à la fin de l'essai est de l'ordre de 4.

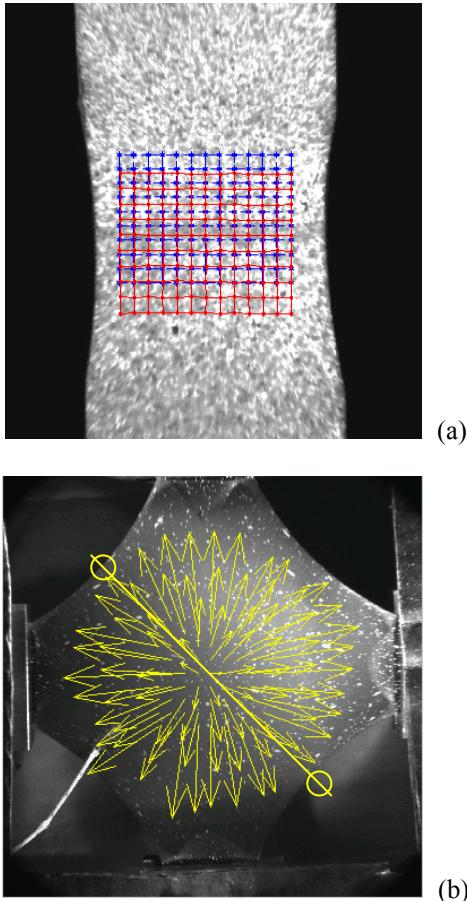


Figure 1. Essais de traction uniaxiale [(a) : la grille permet de visualiser le champ de déplacement de traction uniaxiale] et biaxiale [(b) : la visualisation sous forme de vecteurs montre bien le déplacement radial de l'essai biaxial] sur des éprouvettes en PET chauffées par lampes IR au voisinage de  $T_g$ . Le champ de déplacement est obtenu par analyse d'images [11].

Des résultats typiques correspondant à la température de  $90^\circ\text{C}$  sont présentés sur la Figure 2. Sur la Figure 2a, on a tracé les courbes qui décrivent la variation de la contrainte de Cauchy  $\sigma_{ST}$  en fonction de la déformation logarithmique (ie. logarithme de l'elongation  $\lambda$ ) pour trois vitesses d'étrage. On remarque qu'un effet de durcissement apparaît de manière systématique pour une elongation comprise entre 2,5 et 3 en traction simple. Sur la Figure 2b, on représente la contrainte

biaxiale  $\sigma_{BT}$  obtenue par la relation (1) en fonction de la déformation  $\ln\lambda_x$  (ou  $\lambda_y$ ) dans la zone centrale:

$$\sigma_{BT} = \frac{\sqrt{2}F}{eL} \quad (1)$$

$e$  est l'épaisseur de la plaque,  $F$  l'effort de traction biaxial et  $L$  la longueur de la diagonale (voir Fig. 1b). L'équation (1) est obtenue en supposant que la contrainte est uniforme le long de la diagonale, ce qui est assez bien vérifié par analyse d'image. Notons que l'effet de durcissement apparaît aussi pour une elongation  $\lambda_x$  (ou  $\lambda_y$ ) comprise entre 2,5 et 3.

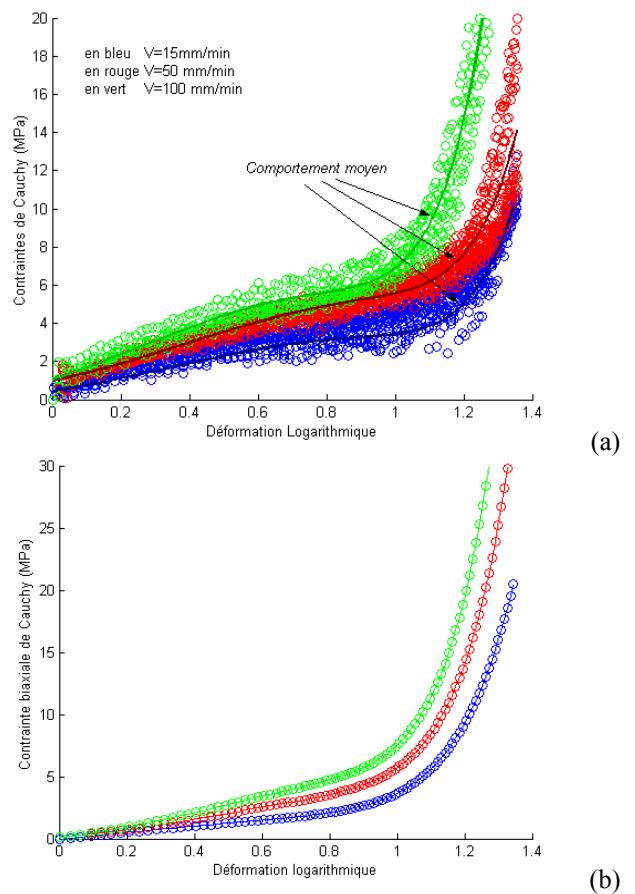


Figure 2. Comportement en traction uniaxiale (a) et biaxiale (b) sur des éprouvettes en PET chauffées par lampes IR (température  $90^\circ\text{C}$ )

## 2.2 Régulation thermique par chauffage IR

Le PET conduit mal la chaleur et les solutions de chauffage utilisant la convection ou la conduction imposent des temps de chauffage longs et conduisent généralement à des hétérogénéités de microstructure entre la peau et le cœur du matériau. L'alternative d'un chauffage par ondes infrarouges (solution utilisée industriellement) permet d'assurer une montée en température rapide et de chauffer

l'éprouvette de manière homogène, tant en surface que dans la masse.

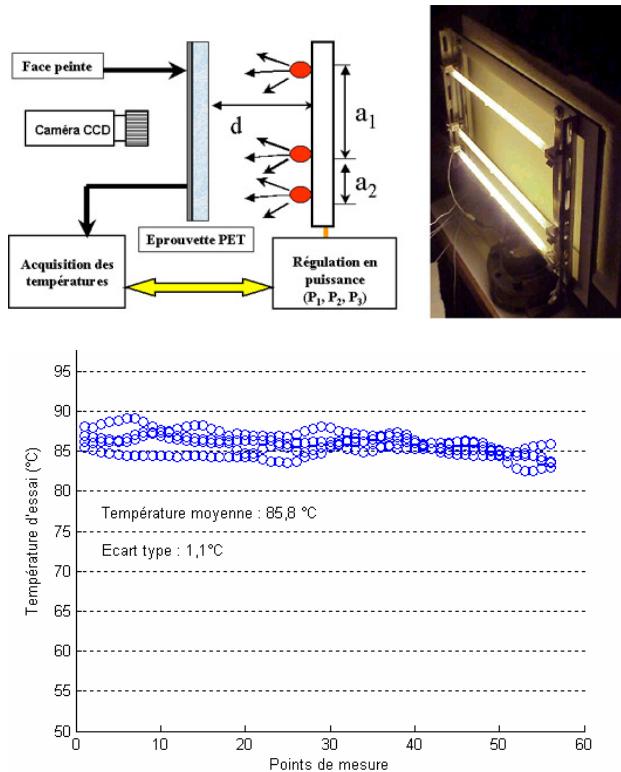


Figure 3. Montage de chauffage par lampes infrarouges (en haut) et dispersion de la température durant un essai réputé à 85°C (en bas)

Le choix de la longueur d'onde se fait par correspondance entre la longueur d'onde d'émission de la source à son pic de puissance et la longueur d'onde du maximum d'absorption du PET. Ce pic se situe à environ 1,2 µm pour le PET et, parmi les différentes sources infrarouges disponibles dans le commerce, ce sont les émetteurs à quartz qui correspondent le mieux à cette contrainte. Les lampes utilisées sont des lampes Philips d'une puissance de 2000 Watts et dotées d'un réflecteur intégré. Le montage réalisé (Fig. 3) se compose de trois lampes, supportées par un cadre métallique, qui permet de régler les distances entre elles. Chaque lampe est connectée à un bloc de puissance qui permet de réguler de manière indépendante sa puissance de chauffage. La dispersion est illustrée sur la Figure 3, qui montre l'évolution de la température mesurée par trois thermocouples noyés dans l'éprouvette. Pour une consigne de 85°C, le réglage manuel des puissances des lampes conduit à des fluctuations dont la valeur moyenne est de 85,8°C et l'écart type de 1,1°C.

### 2.3 Essais uniaxiaux : influence de la vitesse et de la température

Durant la campagne d'essais de traction uniaxiale, différents essais ont été mis en œuvre à des vitesses de traverse  $V$  de 15, 50 et 100 mm/s. Ce type d'essais implique une vitesse de déformation décroissante :

$$\dot{\varepsilon} = \frac{\dot{\varepsilon}_0}{1 + \dot{\varepsilon}_0 t} = \frac{\dot{\varepsilon}_0}{\lambda} \quad (2)$$

$\dot{\varepsilon}_0$  est la vitesse de déformation au début de l'essai ( $\dot{\varepsilon}_0 = V/L_0$  où  $L_0$  est la longueur utile initiale).  $\lambda$  est l'élongation ( $\lambda = L/L_0$ ). La régulation thermique est assurée manuellement et les essais sont répétés plusieurs fois afin de quantifier la dispersion due à cette régulation. La Figure 4 montre la synthèse des courbes de comportement : en abscisse, on indique la déformation logarithmique ( $\varepsilon = \ln \lambda$ ) et en ordonnée la contrainte de Cauchy ( $\sigma_{TS} = F/S$ ). On peut noter la dispersion des résultats sur des essais réputés identiques en termes de vitesse et de température.

En superposition, on trace en noir la courbe de comportement moyen qui servira pour l'identification du modèle moyen de comportement. On peut noter que le phénomène de durcissement est d'autant plus important que la température est proche de la transition vitreuse  $T_g$  d'une part et que, d'autre part, ce phénomène est amplifié par la vitesse de traction. Compte tenu du caractère "malléable" du matériau à ces températures et de sa sensibilité à la vitesse de sollicitation, on propose dans la suite d'utiliser un modèle de comportement visqueux dont on adaptera la viscosité pour prendre en compte la vitesse de déformation et la température dans le phénomène de durcissement.

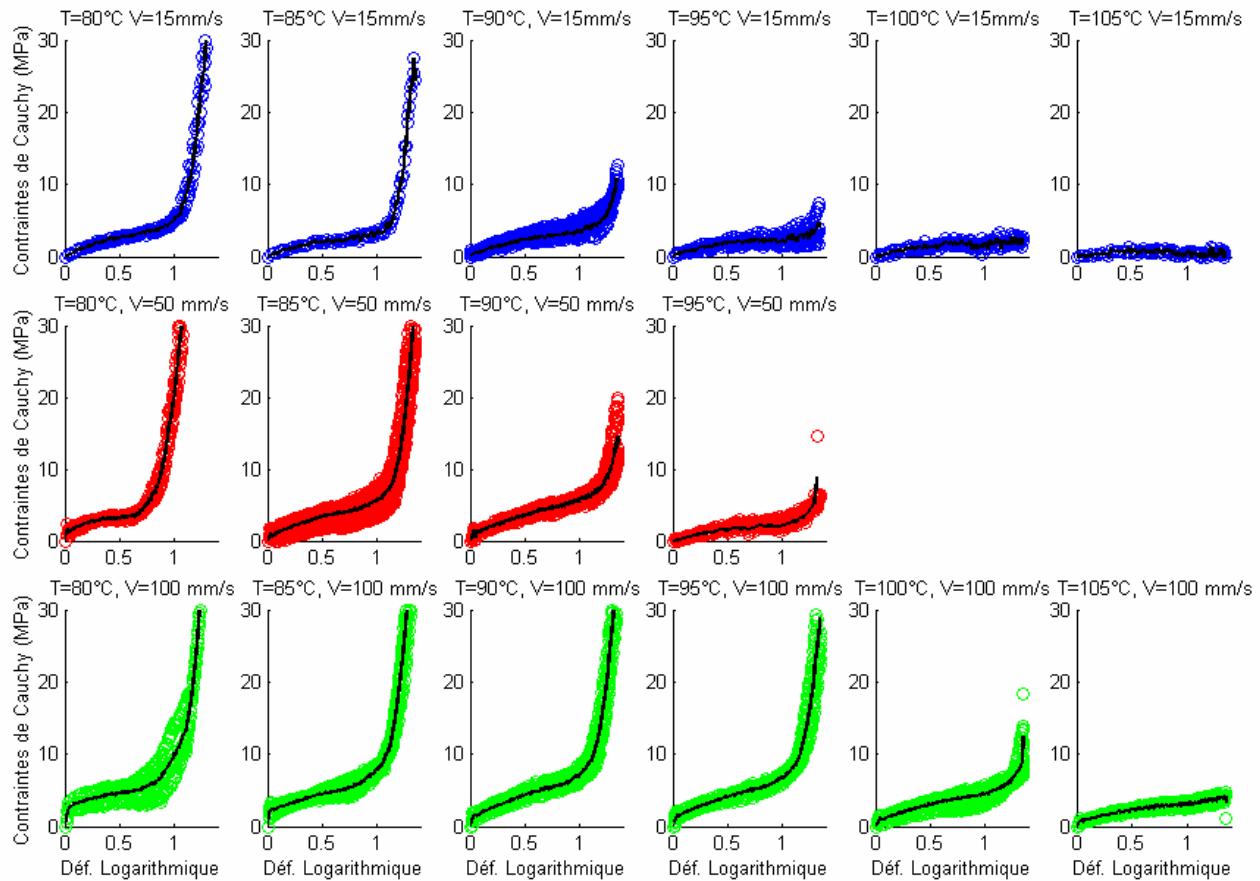


Figure 4. Bilan des essais de traction uniaxiale. On note que la diminution de la température a un effet analogue à celui de l'augmentation de la vitesse de traction. Au voisinage de  $T_g$ , le comportement devient assez indépendant de la vitesse.

### 3. Modélisation du comportement visqueux du PET (modèle moyen)

#### 3.1 Modèle de comportement visqueux

Pour chaque courbe moyenne du graphe de la Figure 4, il est possible de déterminer l'évolution de la viscosité en cisaillement  $\eta$  par la relation (3) :

$$\eta = \frac{\sigma_{TS}}{3\dot{\varepsilon}} \quad (3)$$

En particulier, pour  $T = 90^\circ\text{C}$ , les graphes de la Figure 2a donnent la viscosité tracée sur la Figure 5a.

L'absence de courbe maîtresse pour les trois essais implique que la viscosité n'est pas uniquement fonction de la vitesse de déformation  $\dot{\varepsilon}$ . L'allure décroissante de chaque courbe suggère un comportement en loi puissance :

$$\eta = K \dot{\gamma}^{m-1} \quad \text{avec : } \dot{\gamma} = \sqrt{2 \text{trace}(\underline{D}^2)} \quad (4)$$

$m$  est l'exposant de la loi puissance mais  $K$ , qui varie d'une vitesse à l'autre, dépend de l'état du matériau : soit de l'état de déformation ou de contrainte, soit de l'état microscopique du matériau comme la fraction cristalline ou l'orientation macromoléculaire.

#### 3.2 Influence de la vitesse d'essai : fonction de durcissement

Des résultats expérimentaux d'essais in-situ réalisés sous synchrotron [3, 10, 12] et d'autres essais interrompus [2, 4, 10] montrent que, pour des vitesses de traction modérées, la cristallisation  $X_c$  évolue avec la déformation et qu'une dépendance proportionnelle est assez raisonnable en première approximation. Dans ces conditions, on cherche à identifier une fonction  $K(\varepsilon)$  à partir des contraintes et vitesses de déformation mesurées lors d'essais uniaxiaux et biaxiaux (Eqs. (5) et (6)).

En uniaxial :

$$\underline{\underline{D}} = \begin{pmatrix} \dot{\varepsilon} & 0 & 0 \\ 0 & -\dot{\varepsilon}/2 & 0 \\ 0 & 0 & -\dot{\varepsilon}/2 \end{pmatrix} \text{ et } \underline{\underline{\sigma}} = \begin{pmatrix} \sigma_{TS} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}$$

$$\rightarrow \sigma_{TS}(t) = 3^{\frac{m+1}{2}} K \dot{\varepsilon}^m(t) \Rightarrow K = \frac{\sigma_{TS}}{3^{\frac{m+1}{2}} \dot{\varepsilon}^m} \quad (5)$$

En biaxial :

$$\underline{\underline{D}} = \begin{pmatrix} \dot{\varepsilon} & 0 & 0 \\ 0 & \dot{\varepsilon} & 0 \\ 0 & 0 & -2\dot{\varepsilon} \end{pmatrix} \text{ et } \underline{\underline{\sigma}} = \begin{pmatrix} \sigma_{BT} & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_{BT} & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}$$

$$\rightarrow \sigma_{BT}(t) = 2^m 3^{\frac{m+1}{2}} K \dot{\varepsilon}^m(t) \Rightarrow K = \frac{\sigma_{BT}}{2^m 3^{\frac{m+1}{2}} \dot{\varepsilon}^m} \quad (6)$$

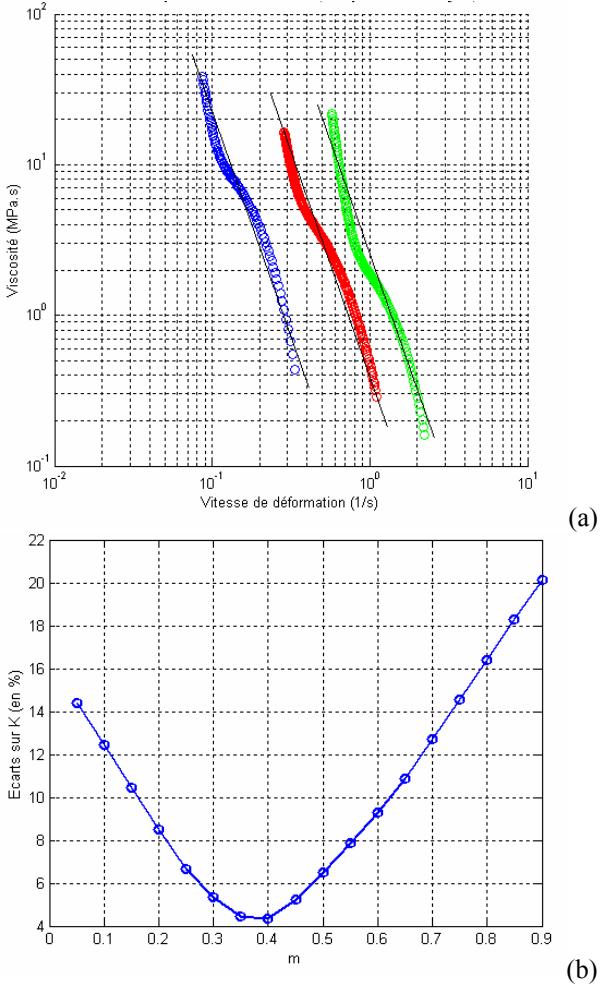


Figure 5. (a) Variation de la viscosité en fonction de la vitesse de déformation pour les trois essais de traction simple de la Figure 2a à  $T = 90^\circ\text{C}$ . (b) Optimisation du choix de l'exposant  $m$  pour la loi puissance de la viscosité

Les équations (5) et (6) font intervenir la valeur de l'exposant  $m$ . Pour déterminer la valeur optimale de  $m$ , on superpose au mieux l'ensemble des courbes  $K(\underline{\varepsilon})$ . Dans le cas des essais biaxiaux (voir Fig. 6a), la déformation équivalente doit être définie comme la plus grande des déformations principales pour que l'apparition du durcissement se situe dans la même gamme de valeur de  $\underline{\varepsilon}$  qu'en traction uniaxiale :

$$\underline{\varepsilon} = \text{Sup}_i \varepsilon_i \text{ avec : } i = 1, 2, 3 \quad (7)$$

La Figure 5b montre que la valeur de  $m$  minimisant l'écart entre les courbes  $K(\underline{\varepsilon})$  vaut 0,4. Sur la Figure 6a, on superpose l'ensemble des résultats expérimentaux pour cette valeur d'exposant.

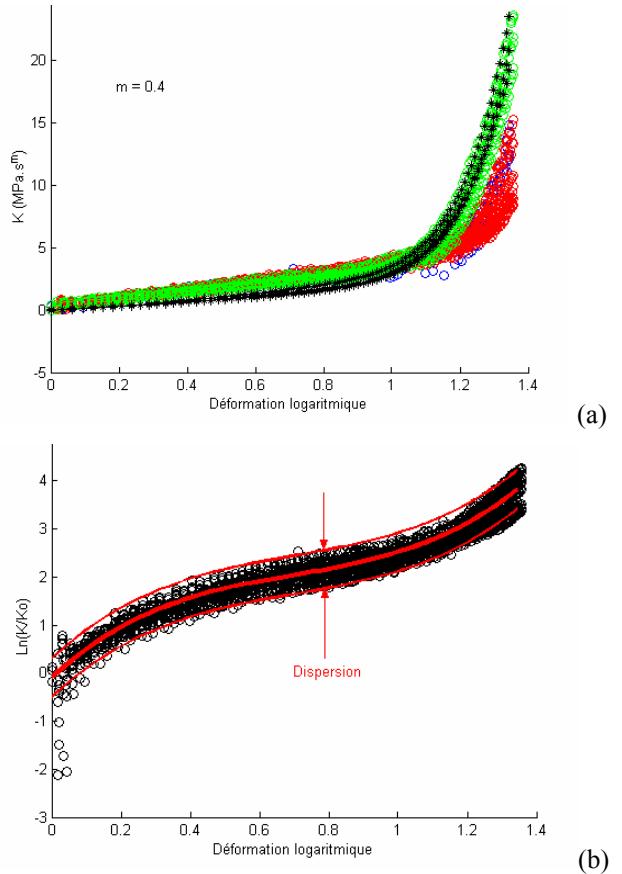


Figure 6. Identification du durcissement à partir des essais de traction uniaxial et biaxial. (a) superposition des fonctions  $K(\underline{\varepsilon})$  : en noir, on observe que les résultats biaxiaux s'insèrent dans le faisceau de courbes uniaxiales avec la déformation équivalente  $\underline{\varepsilon}$  proposée (b) interpolation de  $K(\underline{\varepsilon})$  par une loi exponentielle et visualisation de la dispersion.

On pourra noter la dispersion qui croît avec la déformation dans le diagramme standard, mais qui est assez uniforme si l'on représente  $K(\underline{\varepsilon})/K_0$  en échelle logarithmique (Fig. 6b). Cette observation nous incite à retenir l'expression de l'Eq. (8) pour la représentation de  $K$  :

$$K(\underline{\varepsilon}) = K_0 \exp(a\underline{\varepsilon}^3 + b\underline{\varepsilon}^2 + c\underline{\varepsilon} + d) \quad (8)$$

avec :

$$K_0 = 1,132 \text{ MPa.s}^m, \quad m = 0,4$$

$$a = 3,65 \quad b = -7,6 \quad c = 6,64 \quad d = -0,099$$

### 3.3 Influence de la température

Sur la base des essais à vitesse faible ( $V = 15 \text{ mm/s}$ ), on étudie l'influence de la température sur le phénomène de durcissement (Fig. 7). Le tracé des courbes  $\ln(K(\underline{\varepsilon})/K_0)$  met en évidence qu'un décalage  $a_T$ , qui dépend de la température, permet de superposer au mieux les différentes courbes.

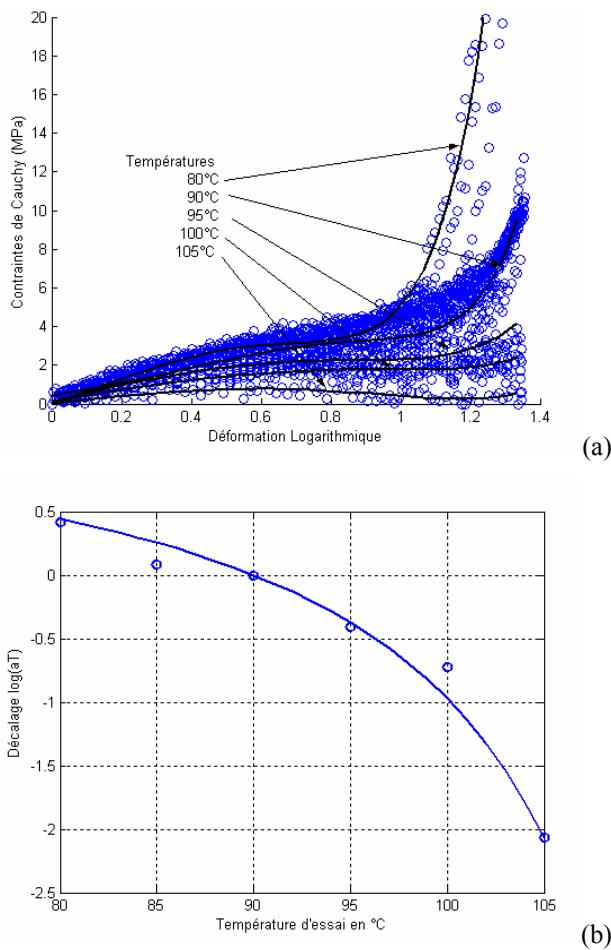


Figure 7. Influence de la température sur le durcissement  
 (a) courbes de traction à  $V = 15 \text{ mm/s}$  pour des températures allant de 80 à 105°C (b) facteur de correction  $\ln a_T$  des courbes de durcissement en fonction de la température.

Dans ces conditions, la fonction de durcissement peut être obtenue à partir de la fonction identifiée pour 90°C par l'Eq. (9) :

$$\ln\left(\frac{K_T}{K_{90^\circ}}\right) = \ln(a_T) \Rightarrow K_T(\underline{\varepsilon}) = a_T K_{90^\circ}(\underline{\varepsilon}) \quad (9)$$

L'évolution du paramètre  $a_T$  est représentée par un modèle W.L.F. [13], identifiée sur la plage de température par une fonction polynôme donnée par l'Eq. (10), où  $T$  est exprimé en °C :

$$\log(a_T) = -\frac{C_1(T - 90^\circ)}{C_2 + T - 90^\circ} \quad (10)$$

avec :  $C_1 = -1,62$  et  $C_2 = -26,8^\circ\text{C}$

### 4. Modélisation probabiliste de l'influence de la température

Pour chacun des paramètres d'essais qui présentent une dispersion (état initial du matériau, géométrie initiale de l'éprouvette, température imposée, vitesse imposée...), il est possible d'associer une variable probabiliste. La construction de la densité de probabilité de cette variable est réalisée grâce au principe du maximum d'entropie [14, 15]. Pour une variable probabiliste  $X$  et sa densité de probabilité  $p_X(x)$ , l'entropie est définie par l'Eq. (11) :

$$S(X) = - \int_{[-\infty, +\infty]} p_X(x) \log(p_X(x)) dx \quad (11)$$

On cherche  $p_X(x)$  qui réalise le maximum de  $S(X)$  sous les contraintes définies par les seules informations connues. Pour chaque contrainte (Eq. (12)), un multiplicateur de Lagrange  $\lambda_i$  est associé :

$$E\{g_i(X)\} = \int_{[-\infty, +\infty]} g_i(x) p_X(x) dx = f_i \quad (12)$$

Les  $g_i(X)$  sont des fonctions qui dépendent du type d'information connue  $f_i$ . Les multiplicateurs  $\lambda_i$  sont obtenus en minimisant la fonction convexe  $H(\lambda_i)$  de l'Eq. (13) :

$$H(\lambda_i) = \lambda_0 + f_1 \lambda_1 + f_2 \lambda_2 + \int_{-\infty}^{\infty} 1_{[a,b]} \exp(-\lambda_0 - \lambda_1 g_1(x) - \lambda_2 g_2(x)) dx \quad (13)$$

Par la suite, on obtient l'expression de la densité de probabilité par l'Eq. (14) :

$$p_X(x) = 1_{[a,b]} \exp\left(-\lambda_0 - \sum_{i=1}^m \lambda_i g_i(x)\right) \quad (14)$$

Classiquement, les informations connues sont le domaine de définition  $[a,b]$ , la moyenne et l'écart-type de la variable probabiliste.

#### 4.1 Densité de probabilité pour la température $T$

Les relevés de la Figure 3 font apparaître une température moyenne de  $85,8^\circ\text{C}$  (soit  $m_T = 85,8 + 273 \text{ K}$ ) et un écart-type  $\sigma_T = 1,1^\circ$ . La température en

Kelvin varie entre 0 K et un maximum inconnu. On considère donc le domaine de définition variant de 0 à l'infini. Le système à résoudre pour trouver la densité de probabilité est défini par l'Eq. (15) :

$$\begin{aligned} 1 &= \int_0^{\infty} p_T(t) dt \\ m_T &= \int_0^{\infty} t p_T(t) dt \\ \sigma_T^2 + m_T^2 &= \int_0^{\infty} t^2 p_T(t) dt \end{aligned} \quad (15)$$

$t$  est la variable probabiliste associée à la densité de probabilité  $p_T(t)$ .

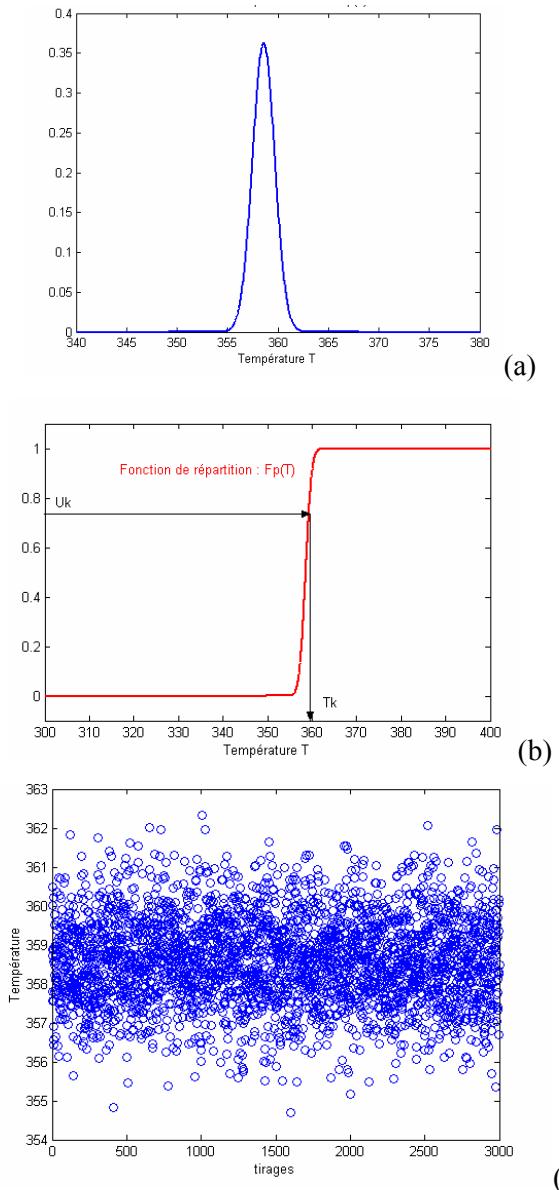


Figure 8. Densité de probabilité (a) pour la température  $T = 85,8^\circ\text{C}$  (358,8K) ; fonction de distribution (b) et tirages aléatoires de réalisations de la température en suivant la densité de probabilité (c).

La Figure 8 illustre cette densité de probabilité pour laquelle on détermine les valeurs suivantes des multiplicateurs :

$$\lambda_0 = 53139 ; \lambda_1 = -296,36 ; \lambda_2 = 0,4132.$$

Dans le cas présent (écart-type faible par rapport à la valeur moyenne), la loi normale associée aux mêmes moyenne et écart-type donne un résultat pratiquement identique. En sommant la densité de probabilité, on construit la fonction de distribution qui, par inversion, va permettre de faire un tirage des valeurs de température à partir d'un tirage uniforme entre 0 et 1.

#### 4.2 Simulation du comportement probabiliste

La procédure ci-dessus est reproduite pour chaque température d'essai. A chaque fois, on réalise un tirage de valeurs aléatoires de  $T_k$  et on détermine les expressions de la fonction  $K_T(\varepsilon)$  qui lui correspond. On obtient ainsi, par simulation, un faisceau de courbes qui présente le même aspect que les graphes issus des données expérimentales de la Figure 4. Sur cette base, il est possible de simuler les différentes conditions de vitesse et de température. Les graphes de la Figure 9 montrent la dispersion due à la température mal maîtrisée pour chaque "essai".

On observe que cette dispersion est moins grande au voisinage de  $80^\circ\text{C}$  car la courbe  $a_T$  est assez "plate" et qu'un écart de température à moins d'influence sur  $a_T$  et par suite sur  $K$  et sur la viscosité  $\eta$ . On constate, en comparant avec les résultats expérimentaux de la Figure 4, que le durcissement n'est pas assez prononcé pour les faibles vitesses lorsque la température est très proche de  $80^\circ\text{C}$ . Ceci peut s'expliquer par le caractère purement visqueux du modèle alors que, près de la transition vitreuse, le comportement est plus élastique et moins sensible à la vitesse de déformation. Néanmoins, les tendances dégagées expérimentalement sont bien reproduites avec une modélisation extrêmement simple.

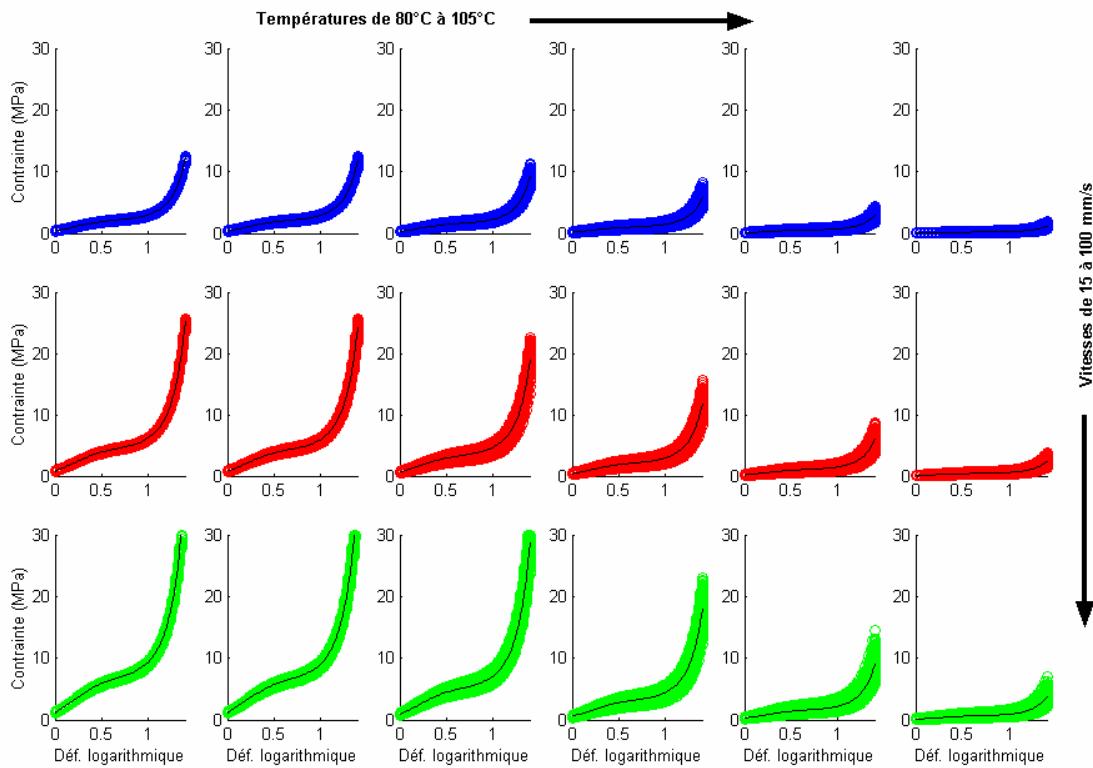


Figure 9. Simulation du comportement du PET en étirage par un modèle visqueux. La dispersion est obtenue par tirage de Monte-Carlo en suivant la distribution statistique de température d'essai.

## 5. Conclusions

Sur la base expérimentale d'essais de traction uniaxiaux et biaxiaux réalisés sur des éprouvettes en PET injectées et sollicitées à des températures proches de la transition vitreuse, nous avons identifié un modèle de comportement visqueux simple, couplé à une variable qui permet de représenter l'effet de durcissement du PET en élongation, et défini une déformation équivalente qui permet de généraliser la fonction "durcissement" au cas biaxial. Le modèle ainsi généré est robuste et s'intègre facilement dans un code éléments finis, pour la simulation numérique du soufflage par exemple [16]. La dispersion expérimentale importante lors du durcissement est reproduite grâce à la prise en compte des fluctuations de température grâce à une représentation probabiliste de cette variable. La description probabiliste du modèle permet ensuite de faire une analyse statistique des dispersions simulées et de quantifier la fiabilité des simulations numériques réalisées. Dans une prochaine étape, il est envisagé de coupler l'effet du durcissement à des variables caractérisant la microstructure.

## Références

- [1] L. Chevalier, C. Linhone, G. Régnier, Induced crystallinity during stretch-blown molding process and its influence on mechanical strength of poly(ethylene terephthalate) bottles, *Plast. Rubber Comp. Proc. Appl.*, 28, 393-400 (1999).
- [2] M. Vigny, A. Aubert, J.M. Hiver, M. Aboulfaraj, C. G'Sell, Constitutive viscoplastic behavior of amorphous PET during plane-strain tensile stretching, *Polym. Eng. Sci.*, 39, 2366-2376 (1999).
- [3] A. Mahendrasingam, D.J. Blundell, C. Martin, W. Fuller, D.H. MacKerron, J.L. Harvie, R.J. Oldman, R.C. Riekel, Influence of temperature and chain orientation on the crystallization of poly(ethylene terephthalate) during fast drawing, *Polymer*, 41, 7803-7814 (2000).
- [4] E. Gorlier, J.-M. Haudin, N. Billon, Strain induced crystallization in bulk amorphous PET under uniaxial loading, *Polymer*, 42, 9541-9549 (2001).
- [5] A. Poitou, A. Ammar, Polymer crystallisation induced by a strain or flow: a thermodynamic approach, *C.R. Acad. Sci. Paris*, 329, série IIb, 5-11 (2001).
- [6] A. Poitou, A. Ammar, Y. Marco, M. Chaouche, L. Chevalier, Crystallisation induced by strain and flow of polymer : from molecular properties to macroscopic models, *Comp. Meth. Mech.*, 192, 3245-3264 (2003).

- [7] A.K. Doufas, I.S. Dairanieh, A.J. McHugh, A continuum model for flow-induced crystallization of polymer melts, *J. Rheol.*, 43, 85-109 (1999).
- [8] P.C. Buckley, D.C. Jones, Hot drawing of PET under biaxial stress: application of a three dimensional glass-rubber constitutive model, *Polymer*, 37, 2403-2414 (1996).
- [9] S. Ahzi, A. Makradi, R.V. Gregory, D.D. Edie, Modelling of deformation behaviour and strain induced crystallization of poly(ethylene terephthalate) above the glass transition temperature, *Mech. Mat.*, 35, 1139-1148 (2003).
- [10] Y. Marco, *Caractérisation multi-axiale du comportement et de la microstructure d'un semi-cristallin : application au cas du PET*, Thèse de Doctorat, ENS de Cachan (2003).
- [11] L. Chevalier, Y. Marco, Tools for multiaxial validation of behaviour laws chosen for modeling hyperelasticity of rubber-like materials, *Polym. Eng. Sci.*, 42, 280-298 (2002).
- [12] F. Chaari, M. Chaouche, L. Chevalier, J. Doucet, Real-time investigation of the strain-induced crystallization of poly(ethylene terephthalate) using synchrotron radiation : crystallization state evolution versus mechanical behavior. *6<sup>th</sup> European Rheology Conference*, CR Rom, Erlangen (2002).
- [13] Ferry J.D., *Viscoelastic Properties of Polymers*, 3<sup>rd</sup> Ed., Wiley, New York (1980).
- [14] E.T. Jaynes, Information theory and statistical mechanics, *Phys. Rev.*, 106, 620-630 (1957).
- [15] E.T. Jaynes, Information theory and statistical mechanics II, *Phys. Rev.*, 108, 171-190 (1957).
- [16] L. Chevalier, S. Maamar, Y. Marco, G. Racineux, Simulation of free blowing of poly (ethylene terephthalate) using a thermodynamic induced crystallization model, *Int. J. Forming Proc.*, 9, 29-59 (2006).

### **[Abridged English version]**

When stretched near its glass transition temperature  $T_g$ , poly(ethylene terephthalate) (PET) exhibits a strong strain-hardening effect, which can be described by several models. In this range of temperature, the material is very sensitive to experimental dispersion and it is difficult to identify accurate parameters, especially when model uses an exponential based relationship. Moreover, from an industrial point of view, it is difficult (still crucial) to predict the influence of the heating regulation on the PET behavior during the stretch blow molding step, for example.

This study aims at illustrating the experimental dispersion induced by the thermal regulation and at proposing a probabilistic approach in order to validate the identified behavior model and the numerical simulations of the process. The idea is to have a robust model in order to perform a full approach, from material testing up to process numerical simulations [15]. Therefore, and as a first step, we use here a simple Norton-Hoff like model, coupled with an equivalent strain, used to fit uni-axial as well as biaxial tension tests data.

The constitutive law is identified on uniaxial and biaxial tension tests performed on injection molded PET thick samples, and heated above  $T_g$  by an infrared heating set-up. Both samples and heating procedure are representative of the industrial process. The probabilistic approach used for the model identification affords statistical analysis and checks the influence of the temperature dispersion on the variation of the mechanical response.