

49^{ème} Journées d'Études des Polymères (Du 2 au 7 Octobre 2022 à Bussang)

Détermination des lois de comportement mécanique de polyamides pour les réservoirs à hydrogène

H. Pierson, A. Dahoun, M. Ponçot
Université de Lorraine, CNRS, IJL, F- 54000 Nancy, France

J. Sorbe, Q. Deshouilles
Faurecia Clean Mobility, Bois-sur-Près, 25550 Bavans, France

hugo.pierson@univ-lorraine.fr



faurecia
inspiring mobility

Sommaire

Contexte

Matériaux et Techniques expérimentales

Résultats essais de traction

Loi phénoménologique de G'sell & Jonas

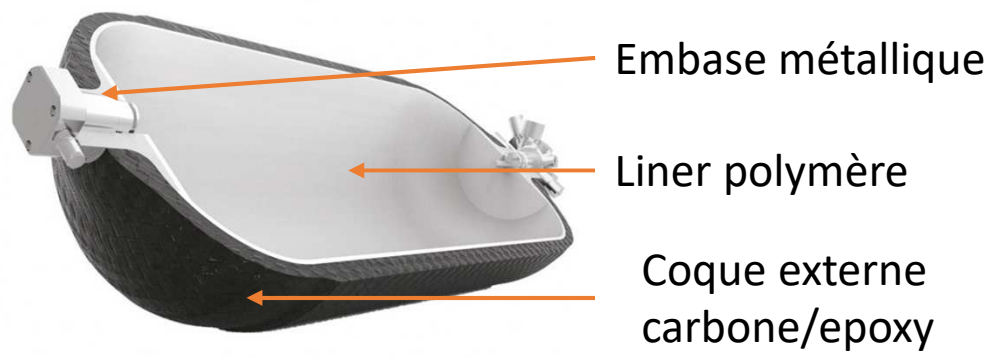
Observations microstructurales

Conclusion & Perspectives

Contexte

Contrat CIFRE entre Faurecia & Institut Jean Lamour (UL)

Début de thèse : 1^{er} Avril 2022

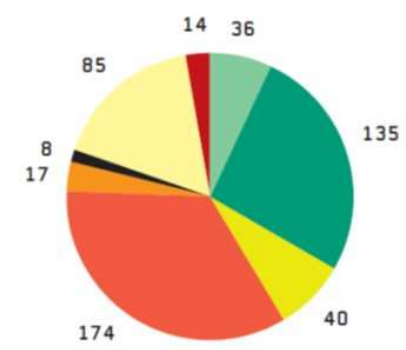


EFFECTIFS / STAFF

509* PERSONNES / STAFF

410 personnel de recherche
research staff

99 personnel d'appui
support staff



- Chercheurs CNRS / CNRS researchers
- Enseignants-chercheurs Université de Lorraine / Lecturers and professors
- Post-doctorants et chercheurs contractuels / Postdocs and contract researchers
- Doctorants (dont 21 en co-tutelle) / PhD students (incl. 21 co-supervised)
- Emerites / Emeritus
- Enseignants invités / Visiting professors
- Personnel d'appui permanent / Permanent support staff
- Personnel d'appui contractuel / Non-permanent support staff

156 stagiaires / interns

Production par an :
350 publications dans des revues
50 thèses
750 oraux et 60 conférences internationales

Etablissement des relations procédé/microstructure/propriétés macroscopiques afin d'aider à prédire le comportement mécanique en service à long terme

Matériaux et techniques expérimentales

Matériaux de l'étude et mise en forme

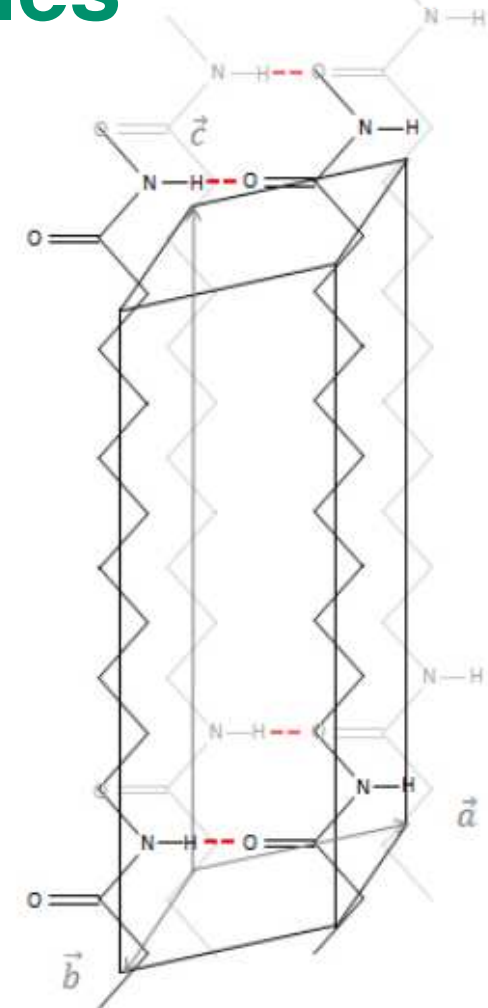
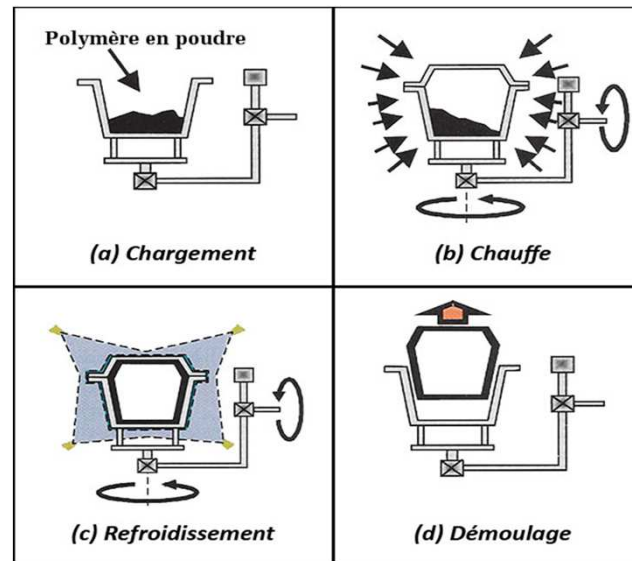
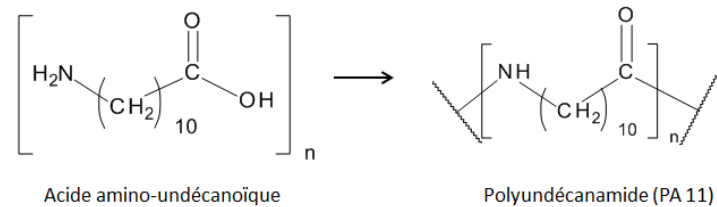
Polyamide 11: $M_n = 30 \text{ kg/mol}$

Obtenu par rotomoulage

- $T_g = 53^\circ\text{C}$ à 0% d'humidité
- $T_f = 189^\circ\text{C}$
- Taux de cristallinité : 27%

5 Phases :

- α et α' , Maille triclinique
- γ : pseudo-hexagonale, rotation d'environ 60°C des groupements amides ($T^\circ\text{C}$ élevée)
- δ' : phase smectique : moins ordonnée, sous contrainte ou trempe
- (β : monoclinique)



$$a = 4,9 \text{ \AA}, \quad b = 5,4 \text{ \AA}, \quad c = 14,9 \text{ \AA},$$

$$\alpha = 49^\circ, \quad \beta = 77^\circ, \quad \gamma = 63^\circ$$

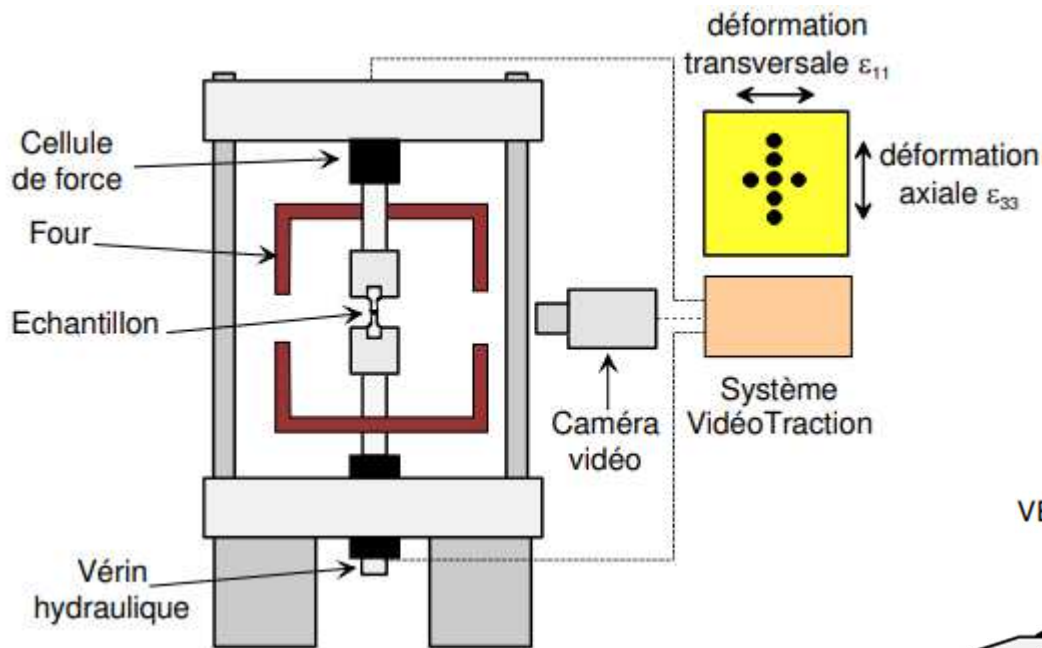
Représentation d'une maille triclinique dans le PA11

Études à venir sur d'autres grades de PA11, PA6

Matériaux et techniques expérimentales

Essais mécaniques sur machine de Vidéo traction

Détermination des lois de comportement vraies, à vitesse de déformation vraie constante, en tenant compte des instabilités plastiques



ProViSys Engineering
Progress Vision System

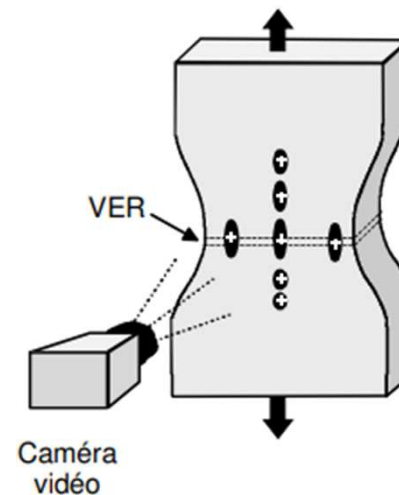
Brevets :

- G'sell et Hiver, (2001) FR 20010005421 20010423
- Bourson, Dahoun, Martin et Ponçot, (2013) WO2013054062 (A1)

Hypothèse d'isotropie transverse $\varepsilon_{11} = \varepsilon_{22}$
(avec une sollicitation suivant ε_{33})

$$\varepsilon_v = \varepsilon_{11} + \varepsilon_{22} + \varepsilon_{33}$$

$$\sigma_{33} = \frac{F}{S_0} \times \exp(-2\varepsilon_{11})$$

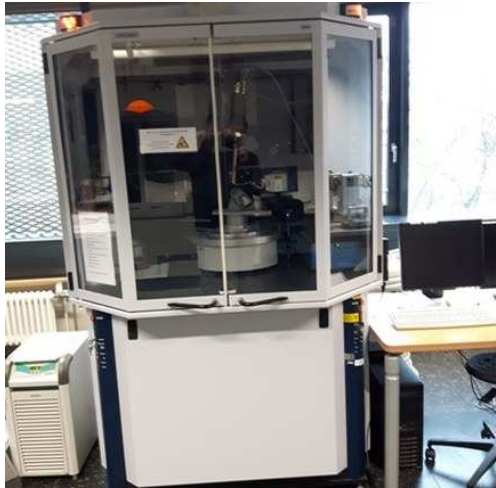


Chemins de déformations étudiés :

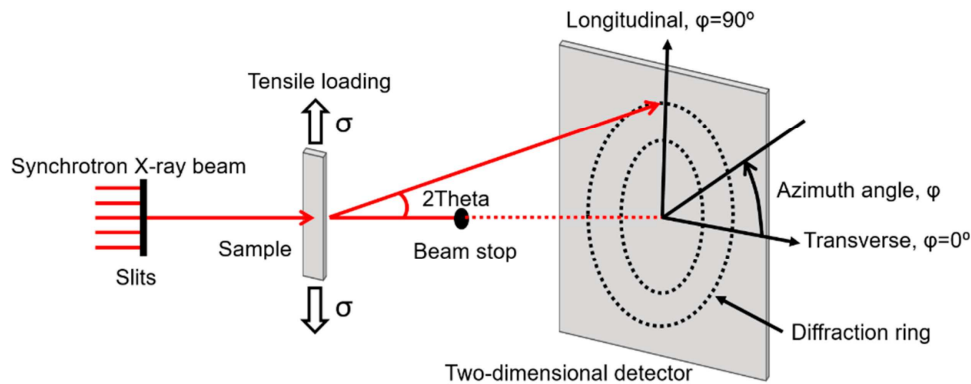
- Traction
- Fatigue
- Fluage/relaxation
- Compression
- Cisaillement

Matériaux et techniques expérimentales

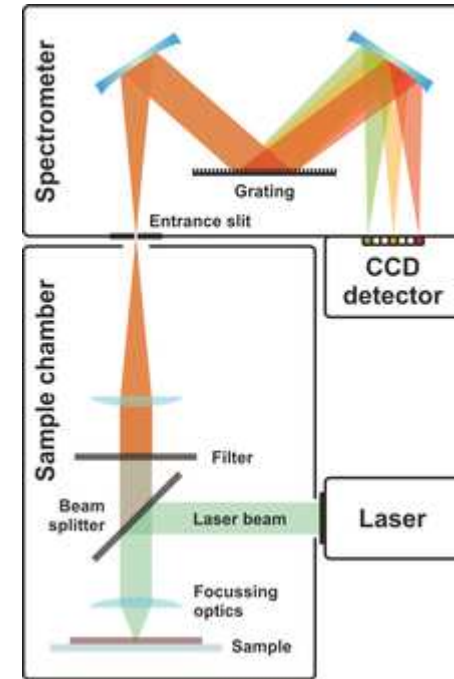
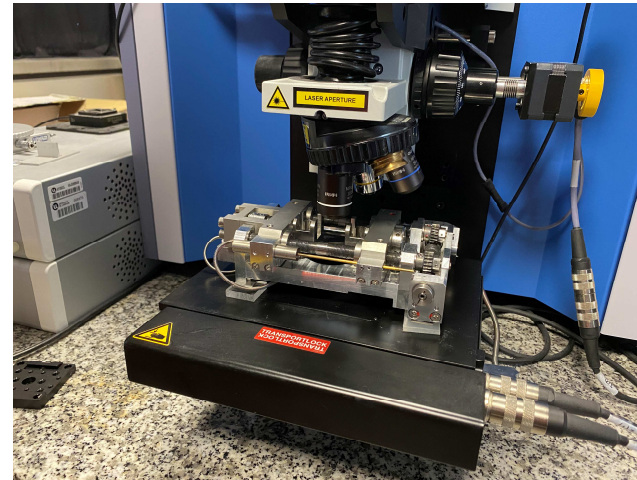
WAXS



- Apex II detector.
- source Modybdène: $\lambda=0,709 \text{ \AA}$



Spectroscopie Raman *Post mortem et in situ*

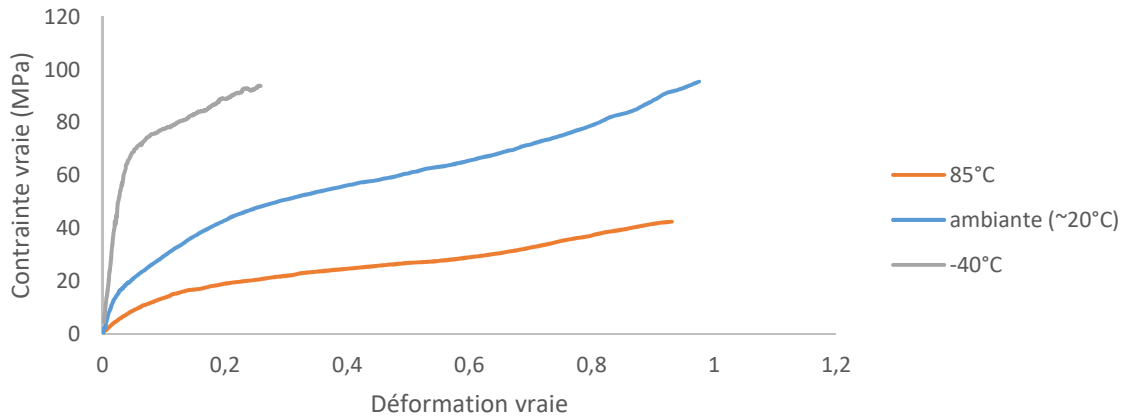


- Spectromètre: Labram Horiba.
- Source laser externe : $\lambda= 785\text{nm}$.
- Plage acquisition max : 250 cm^{-1} .

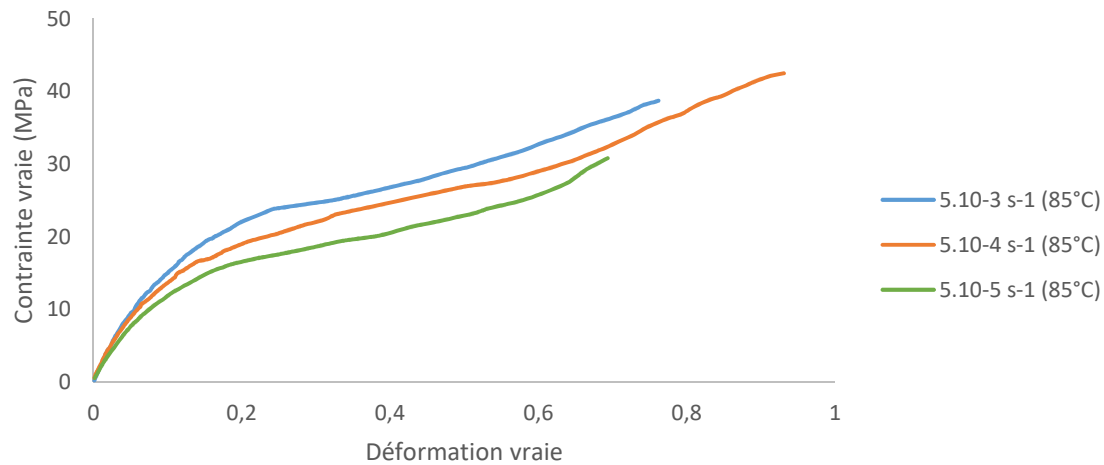
Résultats Vidéotraction

Essais de traction à différentes températures et vitesses de déformation

Comparaison différentes températures sur du PA11 rotomoulé à $5.10^{-4} s^{-1}$

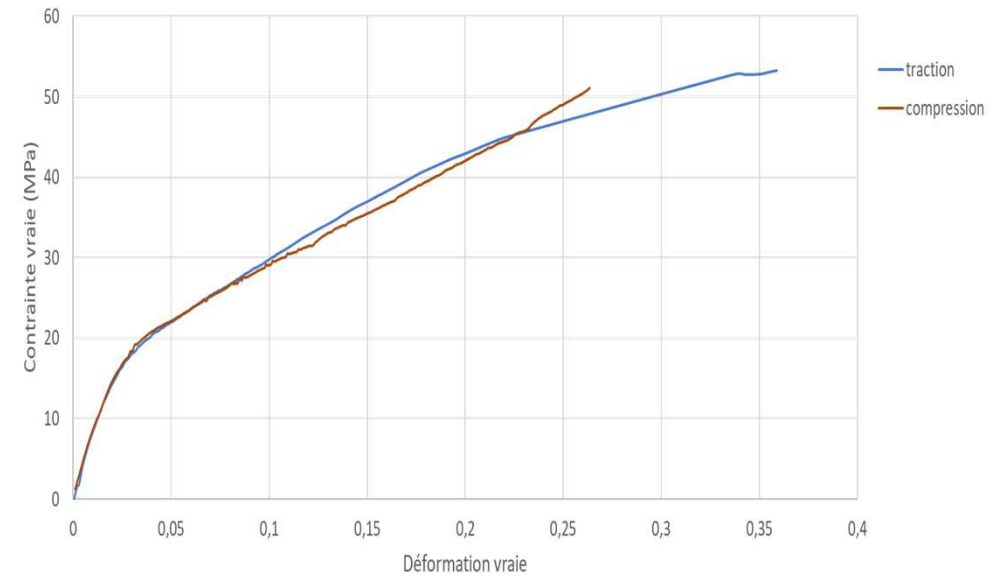


Essais sur PA11 rotomoulé à différentes vitesses de déformation à 85°C



Caractérisation matériau pour plusieurs températures (-40, 20 et 85°C) et à plusieurs vitesses de déformation ($5.10^{-3} s^{-1}$, $5.10^{-4} s^{-1}$ et $5.10^{-5} s^{-1}$)

Comparaison en compression :



D'après Von-Mises, traction et compression libre sont équivalentes jusqu'à 0,3 de déformation

Loi phénoménologique G'sell & Jonas

Simplifiée : sans la partie d'adoucissement structural

$$\sigma = K \times (1 - \exp(-W\varepsilon)^n) \times (h\varepsilon^2) \times \dot{\varepsilon}^m$$

Avec :

- K : Coefficient de consistance (lié à la limite d'élasticité)
- W et n : coefficients du comportement viscoélastique (dans le cas des polymères semi-cristallins n = 1)
- h : le coefficient du durcissement structural aux grandes déformations
- m : le Coefficient de sensibilité à la vitesse
- Avec σ pour la contrainte, ε la déformation, $\dot{\varepsilon}$ la vitesse de déformation

$$1 - \exp(-W\varepsilon)^n : \text{Partie viscoélastique} \longrightarrow \ln\left(1 - \frac{\sigma}{K}\right) = -W\varepsilon$$

$$h\varepsilon^2 : \text{Durcissement structural aux grandes déformations} \longrightarrow \frac{\sigma}{K \times \dot{\varepsilon}^m} = h \times \varepsilon^2$$

$$\dot{\varepsilon}^m : \text{Facteur de sensibilité à la vitesse} \longrightarrow m = \frac{d}{d\varepsilon} \left(\frac{\ln \sigma}{\ln \dot{\varepsilon}} \right)$$

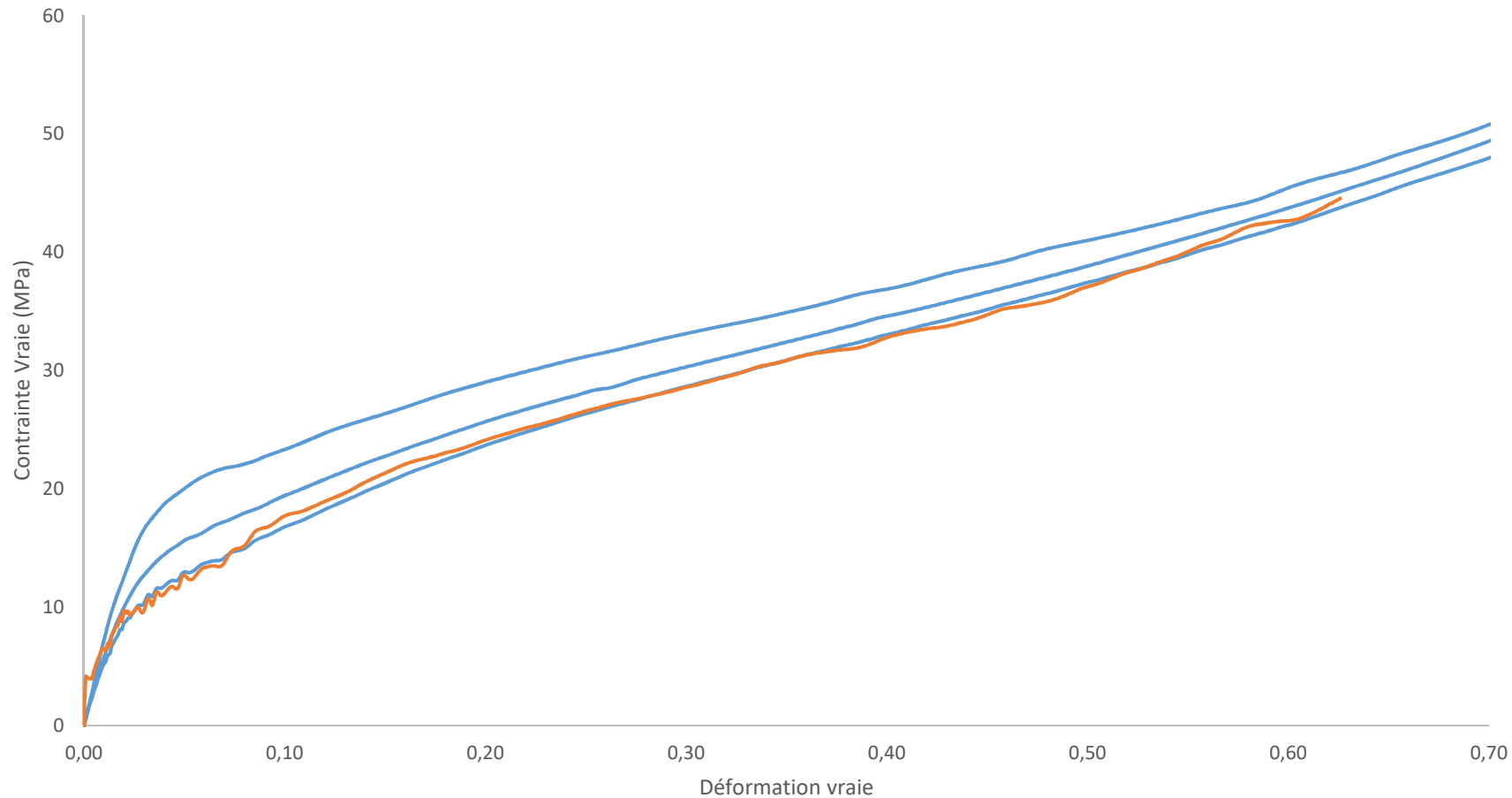
Loi G'sell & Jonas : Détermination des paramètres de la loi de comportement

Comparaison entre courbe obtenue expérimentalement et la courbe de G'sell&Jonas à vitesse moyenne

	Paramètres loi
K	55
w	21,3
h	1,005
m_{moy}	0,027

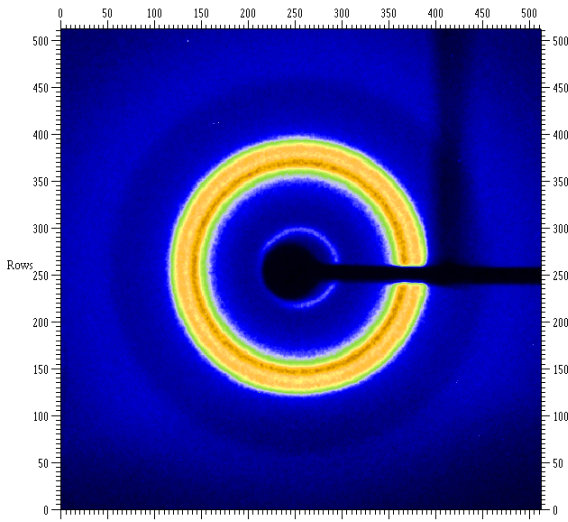
	Vitesses de déformation
V1	$5 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$
V2	$5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$
V3	$5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$

T°C	25°C
-----	------

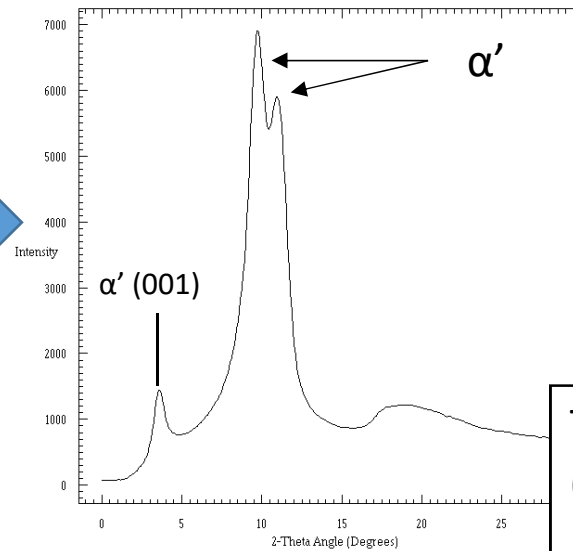


Clichés WAXS

Objectif : identifier phases en présence, étude de la cristallinité et de l'orientation en fonction des chemins de déformation



Intégration
azimutale

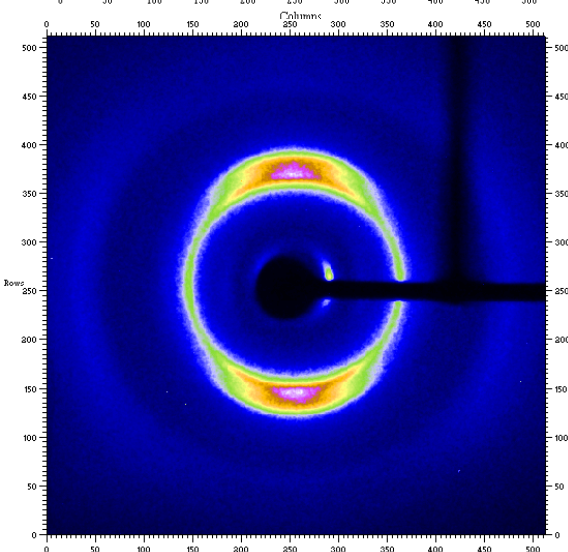


Polyamide 11 non déformé

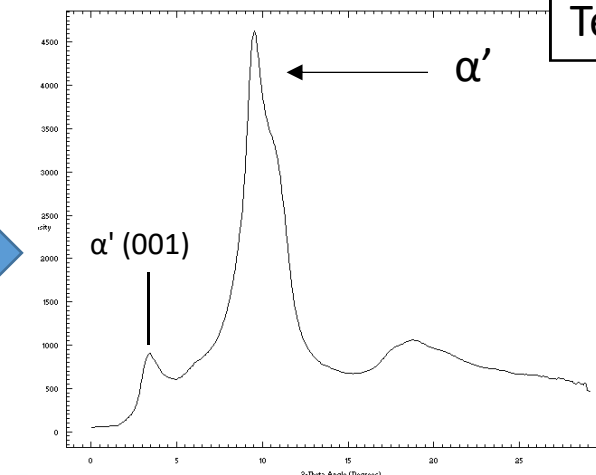
Type de rayonnement : Molybdène
($\lambda = 0,709 \text{ \AA}$)

Distance au détecteur 80 mm

Temps d'acquisition : 60s



Intégration
azimutale



Polyamide 11 après essai
de traction ($\epsilon = 0,8$)

Diapositive 10

MP15

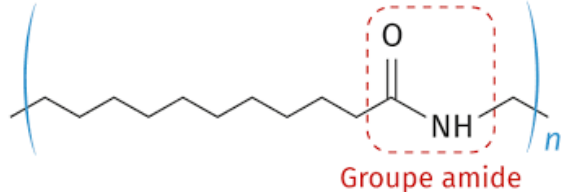
Peut-être exploiter les résultats !!!!!!!

Marc Poncot; 27/09/2022

Observations microstructurales et perspectives

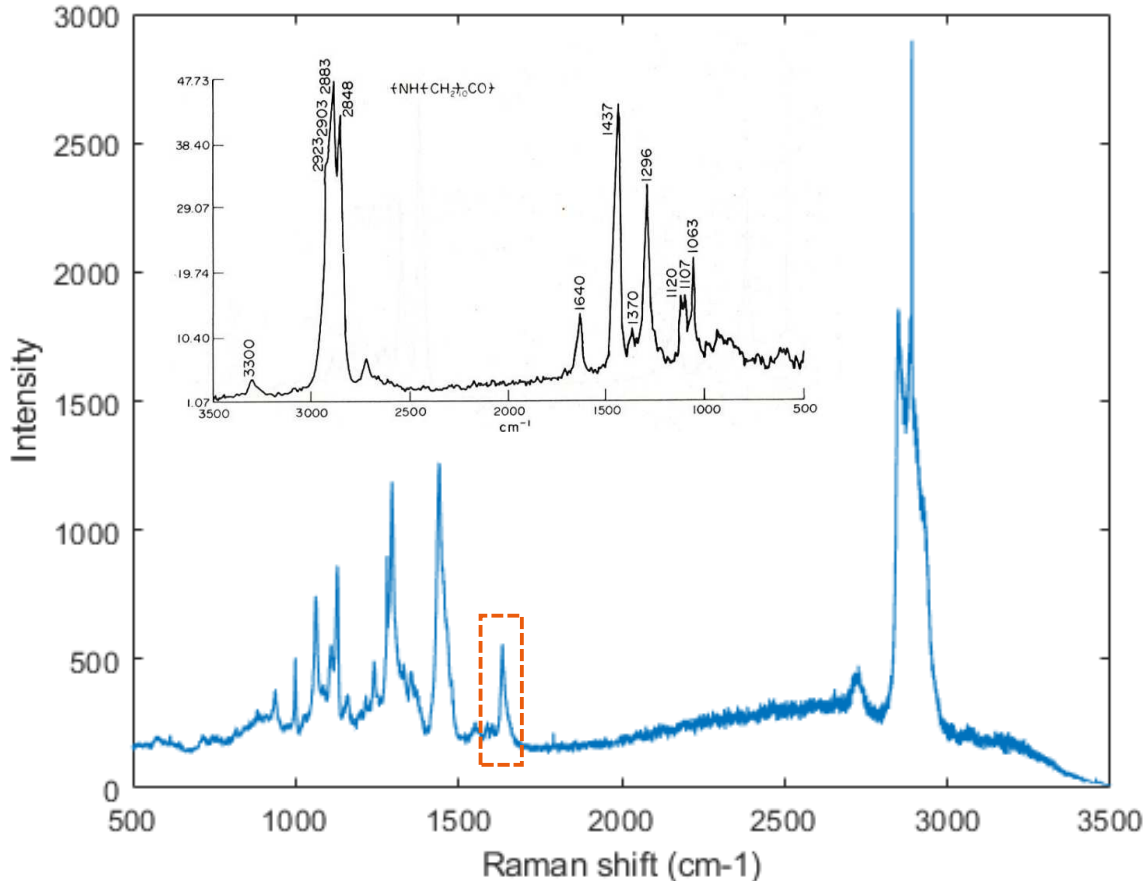
Spectroscopie RAMAN

Laser : $\lambda=785\text{nm}$
 Temps d'acquisition : 10s



Nylon 11 Assignment after [5, 12]

- Amide VI
 - Amide V
 - CH₂ rocking
 - C-CO stretch
 - 1063/1107 C-C stretch
 - 1120 N-H wagging
 - Amide III
 - 1296 CH₂ twisting
 - 1370 CH₂ wagging
 - CH₂-CO bending
 - 1437 CH₂ bending
 - 1640 Amide I ($\nu_{\text{C=O}}$)
 - 2848 Symmetric
 - 2883
 - 2900 Symmetric
 - 2923 Asymmetric
 - 3300 NH stretching
- } CH₂ stretching



Objectifs: Détermination taux de cristallinité, endommagement, critère d'orientation du PA11

Conclusion

Détermination des lois de comportement mécaniques en traction et compression à différentes températures (- 60, - 40, 25, 85 et 110°C) à différentes vitesses de déformation

Comparaison entre la traction et la compression selon le critère de plasticité de Von-Mises

Détermination de la microstructure initiale induite par la mise en forme (DSC, WAXS, RAMAN)

Caractérisation des états déformés par spectroscopie Raman et Diffraction des rayons X

Perspectives

Observation WAXS/SAXS et RAMAN in situ, essais de fatigue

Détermination paramètre d'endommagement à suivre in-situ (endommagement volumique, orientation, ..)

Développement d'un modèle de fatigue

Prédiction de la durée de vie, implémentation modèle dans ABAQUS

Merci pour votre attention

Références

- C G'sell, J Jonas. Determination of the plastic behaviour of solid polymers at constant true strain rate. *Journal of materials science*, 1979
- C. G'Sell, J. Jonas. Yield and transient effects during the plastic deformation of solid polymers, *Journal of Material Science*, 1981
- C. G'Sell, J.M. Hiver, A. Dahoun. Experimental characterization of deformation damage in solid polymers under tension, and its interrelation with necking, *International Journal of Solids and Structures*, Volume 39, Issues 13–14, Pages 3857-3872, 2002
- J. Pépin, Relation entre polymorphisme et réponse mécanique de polyamides semi-cristallins : le PA11 et le PA6, thèse à l'Université de Lille 1, 2014
- M. Ponçot, F. Addiego, A. Dahoun. True intrinsic mechanical behaviour of semi-crystalline and amorphous polymers: Influences of volume deformation and cavities shape *International Journal of Plasticity*, Vol 40, p 126-139 , 2013
- P. Hendra, W. Maddams, A. Royaud, A. Willis, V. Zichy. Single number nylons, Department of chemistry, University of Southampton – *Spectrochimica Acta*, Vol46, 5 747-756, 1990
- W.P Slichter. Crystal structures in polyamides made from w-amino acids, *Journal of Polymer Science Part A : Polymer Chemistry*, 36, 259-266, 1959
- Bourson P, Dahoun A, Martin J, Ponçot M, Dispositif de détermination du comportement mécanique local d'une éprouvette de matériau, Brevet Université de Lorraine, FR2981452 - 2013-04-19 (BOPI 2013-16)
- G'sell C. et Hiver J.M., "Dispositif de caractérisation optique du comportement mécanique local d'une structure pouvant présenter des déformations finies non homogènes", Brevet français déposé à l'INPI (France) le 23 avril 2001 sous le numéro 010542100.

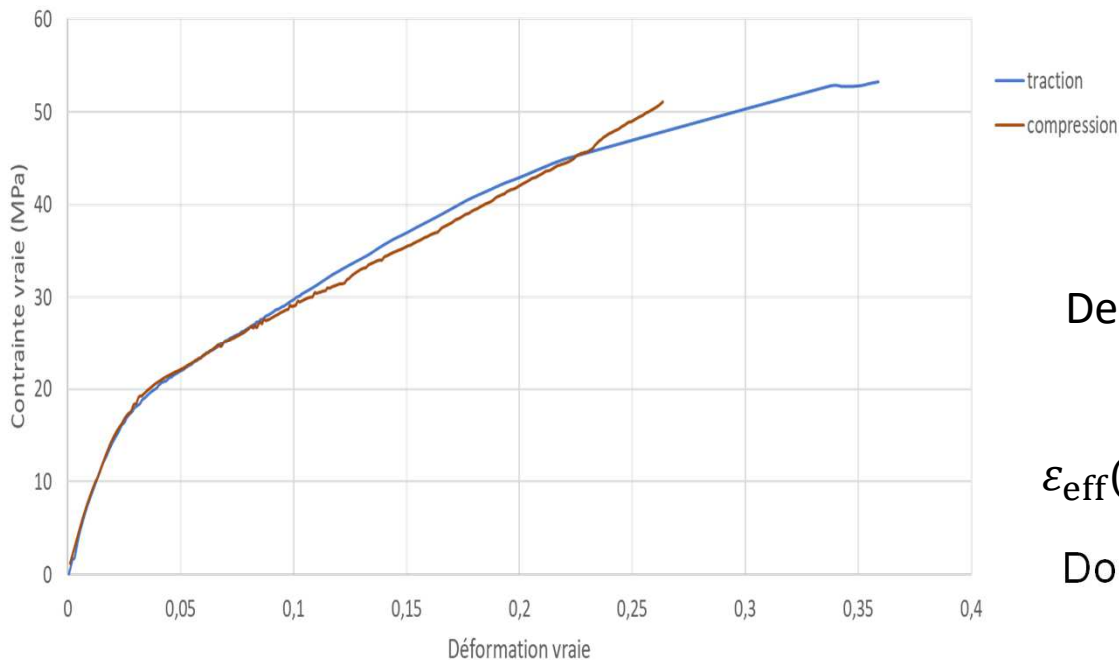
➤ Annexe : Critère de plasticité de Von-Mises

$$\sigma_{\text{eff}} = \frac{1}{\sqrt{2}} \left\{ (\sigma_{11} - \sigma_{22})^2 + (\sigma_{11} - \sigma_{33})^2 + (\sigma_{22} - \sigma_{33})^2 + 6(\sigma_{12}^2 + \sigma_{13}^2 + \sigma_{23}^2) \right\}^{1/2}$$

Critère de Von-Mises

$$\varepsilon_{\text{eff}} = \frac{2}{3} \left\{ \frac{1}{2} [(\varepsilon_{11} - \varepsilon_{22})^2 + (\varepsilon_{11} - \varepsilon_{33})^2 + (\varepsilon_{22} - \varepsilon_{33})^2] + 3(\varepsilon_{12}^2 + \varepsilon_{13}^2 + \varepsilon_{23}^2) \right\}^{1/2}$$

Direction de sollicitation suivant σ_{11}



$$\sigma_{\text{eff}}(\text{traction}) = \sqrt{\frac{1}{2} \times (\sigma_{11}^2 + 0 + \sigma_{11}^2 + 0)} = \sigma_{11}$$

$$\sigma_{\text{eff}}(\text{compression}) = \sqrt{\frac{1}{2} \times (-\sigma_{11}^2 + 0 - \sigma_{11}^2 + 0)} = -\sigma_{11}$$

De la même manière, en déformation on a :

$$\varepsilon_{22} = \varepsilon_{33} = -\frac{1}{2} \varepsilon_{11}$$

$$\varepsilon_{\text{eff}}(\text{traction}) = \varepsilon_{11} \quad \varepsilon_{\text{eff}}(\text{compression}) = -\varepsilon_{11}$$

Donc d'après Von Mises, Traction et Compression sont équivalentes jusqu'à une déformation de 0,3

Ponçot, Addiego, Dahoun, (2013)