



Nancy-Université  
INPL



Institut Jean Lamour - UMR 7198  
Matériaux-Métallurgie-  
Nanosciences-Plasmas-Surfaces



ArcelorMittal



# ***Endommagement volumique et comportement mécanique vrai intrinsèque d'un polypropylène choc***

-  
***GN-MEBA 2010***

***Microscopie Electronique à Balayage et Essais In-Situ***

3 et 4 juin 2010

**Marc PONÇOT**

***Dept. SI2M, IJL : A. DAHOUN, J.M. HIVER, O. GODARD***

***ArcelorMittal Automotive Research Center : M. DOUX, D.VERCHERE***

# SOMMAIRE

- **Contexte industriel**

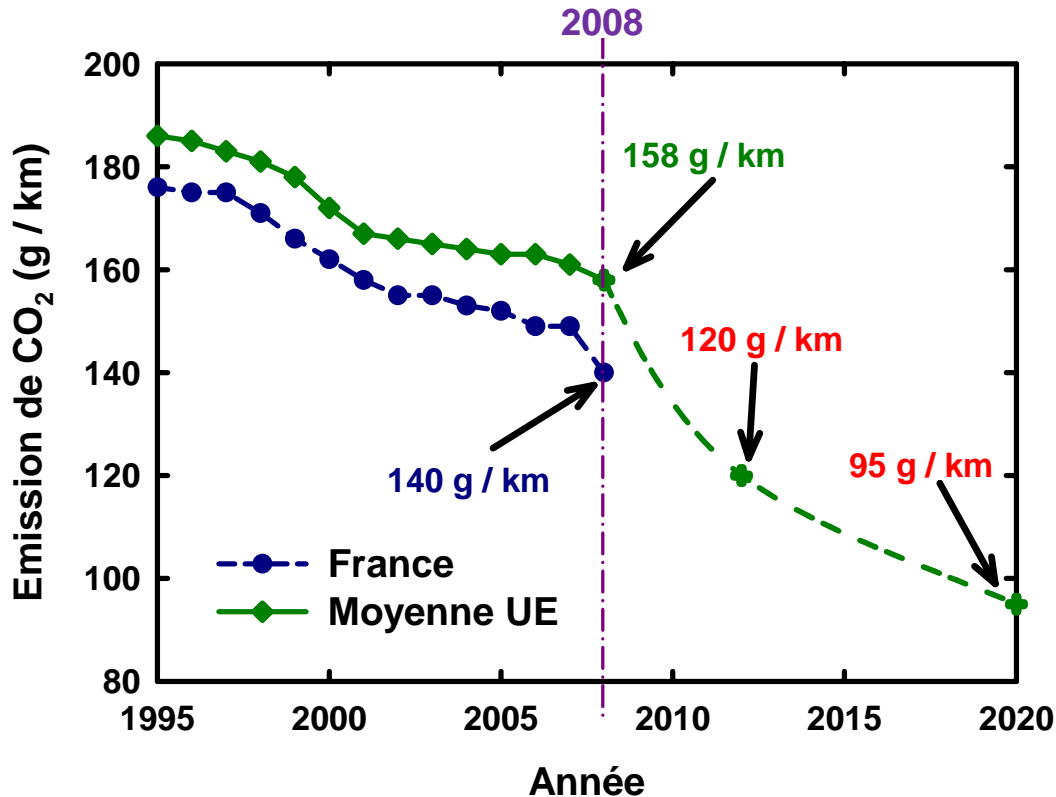
- **Matériaux & Techniques expérimentales**
  - PP choc vierge et chargé
  - Essais mécaniques : VidéoTraction™
  - Microstructure : MEB, spectroscopie Raman, tomographie X

- **Résultats & Discussion**

- Observations & Mesures de l'endommagement volumique
  - Lois de comportement vrai intrinsèque

- **Conclusion**

- Réduction des émissions de CO<sub>2</sub> des automobiles



### Deux solutions :

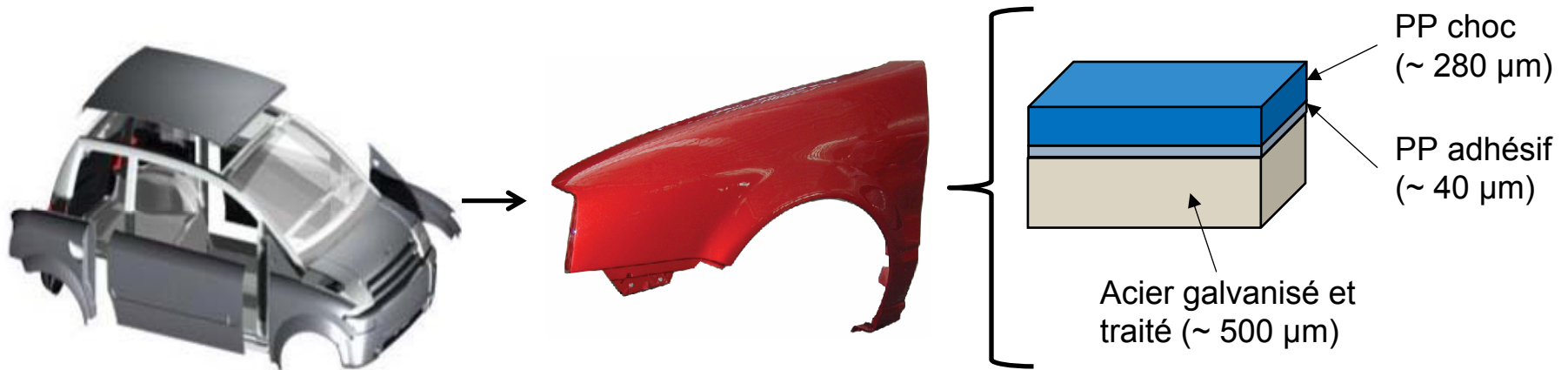
- **Comportement du citoyen**  
 ⇔ **modification du marché**  
 Gros véhicule à grosse cylindrée  
 pour  
 petit véhicule à petite cylindrée
- **Avancées technologiques**  
 Combustion  
 Voiture électrique / hybride  
**Allègement**

Remplacer un matériau **lourd** par un plus **léger** tout en gardant des propriétés de **sécurité** et de **confort équivalentes** !

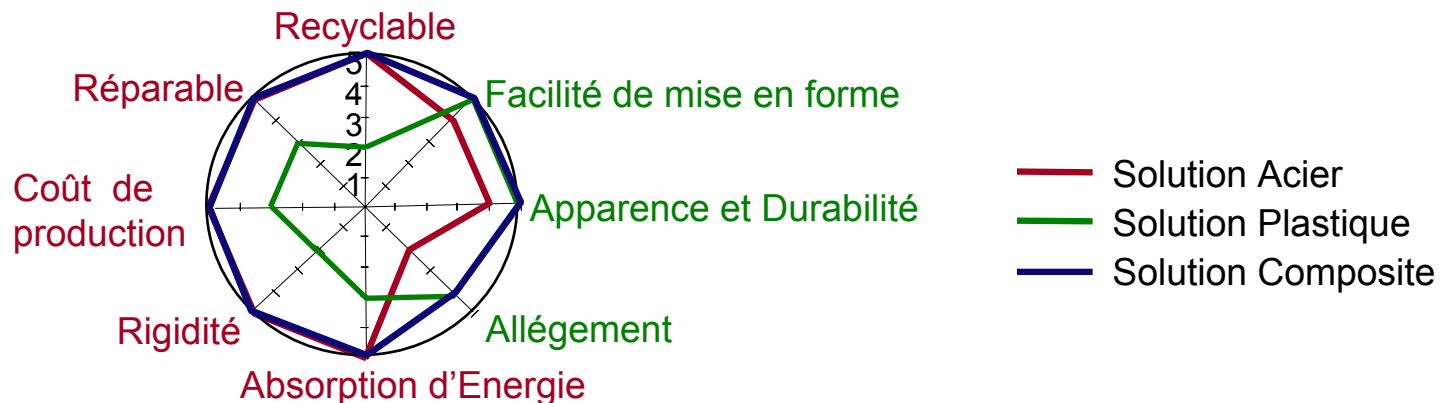
Propriété	↗
Densité	

- Contexte industriel

ArcelorMittal propose un **composite multi-matériaux acier / polymère** destiné à la conception d'ailes automobiles, le SmooSteel™



Pourquoi une telle association ? ... parfaite synergie des propriétés ...



Renault (sodicam), 1985

- Problématique industrielle

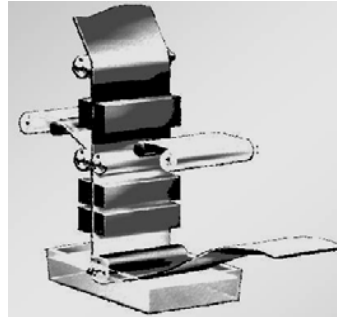
## Etude focalisée sur le PP choc

Les procédés de mise en forme du composite sont :

### Co-extrusion



### Co-laminage



### Emboutissage



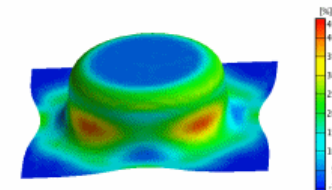
### Mise en peinture (cuisson à 210 °C, 30 min)



Microstructure / Morphologie

Propriétés mécaniques en fonction de T,  $\dot{\epsilon}$ , formulation, géométrie...

Lois de comportement ( $\mu$ -structure)



# SOMMAIRE

- **Contexte industriel**

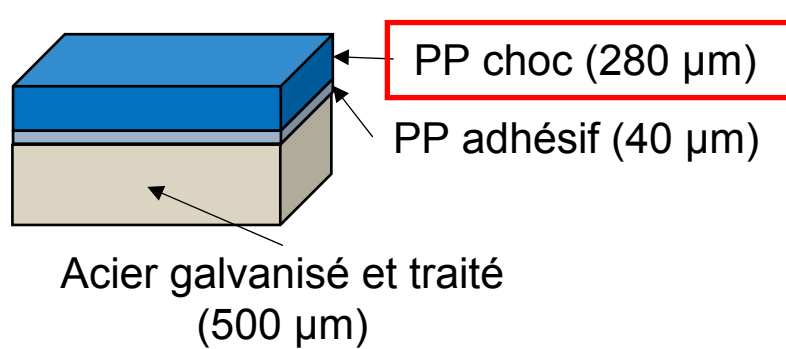
- **Matériaux & Techniques expérimentales**
  - PP choc vierge et chargé
  - Essais mécaniques : VidéoTraction™
  - Microstructure : MEB, spectroscopie Raman, tomographie X

- **Résultats & Discussion**

- Observations & Mesures de l'endommagement volumique
  - Lois de comportement vrai intrinsèque

- **Conclusion**

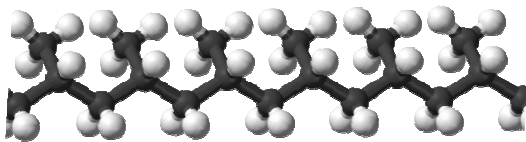
- Matériaux



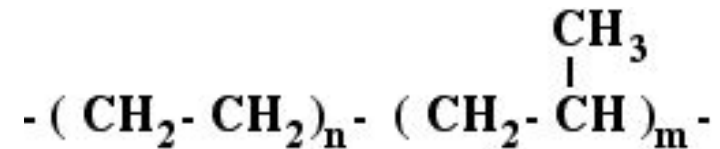
Etude centrée sur ce matériau et ses différentes formulations

**PP choc (iPP/EPR)** : polymère semi-cristallin de matrice **polypropylène isotactique** (iPP) chargée par des **nodules d'élastomère éthylène-propylène** (EPR) :

Chaîne macromoléculaire de l'iPP :



Unité de répétition de l'EPR :

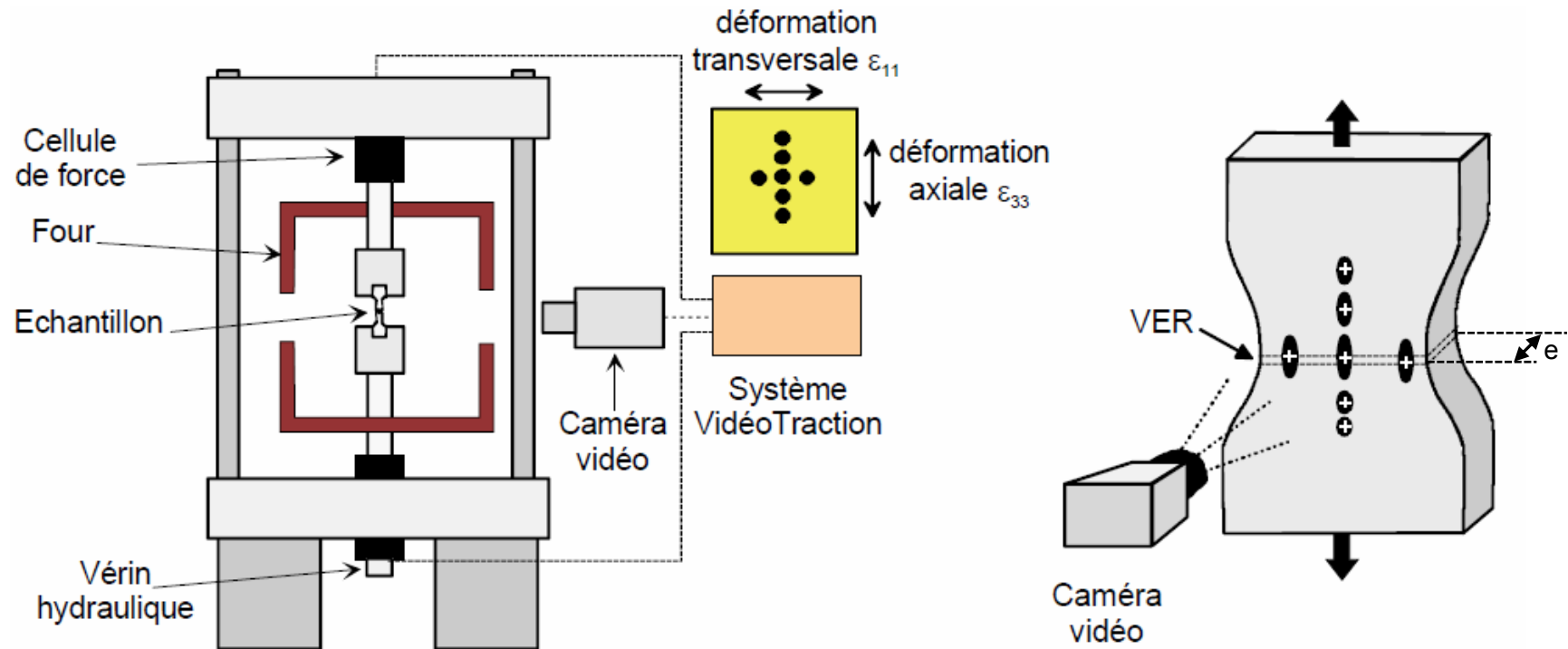


**Formulations étudiées :**

PP choc / PP choc +  **$\mu$ -talc** / PP choc +  **$\text{CaCO}_3$**

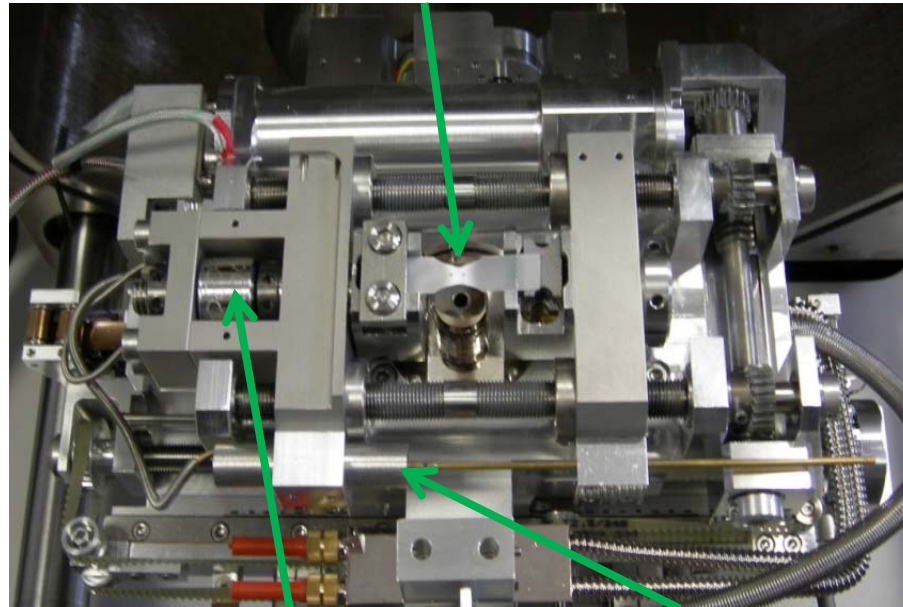
- Techniques expérimentales

- ✓ Essais mécaniques : VidéoTraction™



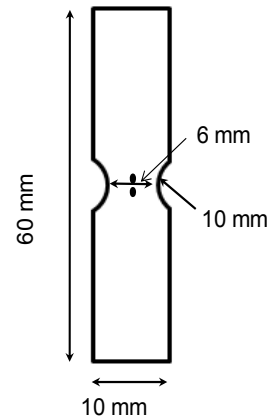
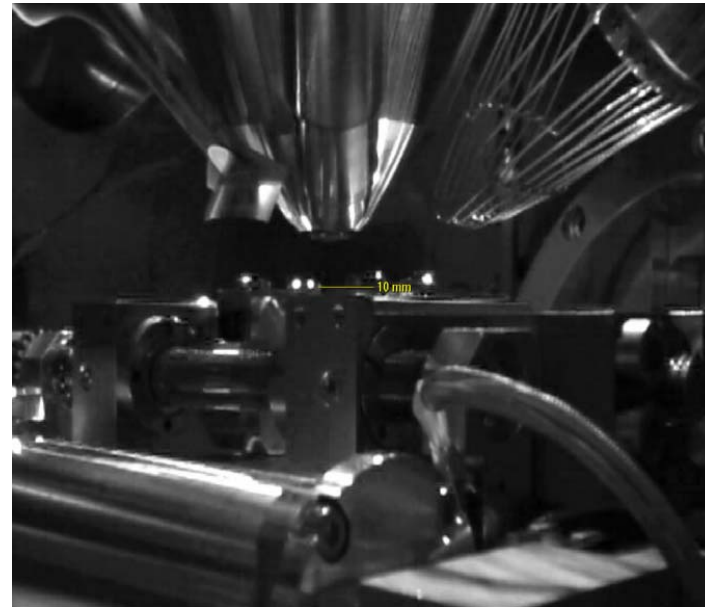
- Techniques expérimentales – Observations de  $\varepsilon_v$ 
  - ✓ Microscopie électronique à balayage : essai mécanique *in situ*

Echantillon avec 2 marqueurs en noir de carbone



Cellule force

Capteur déplacement

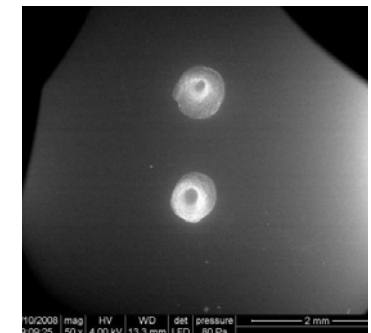


### Conditions expérimentales :

$$v = 10 \mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$$

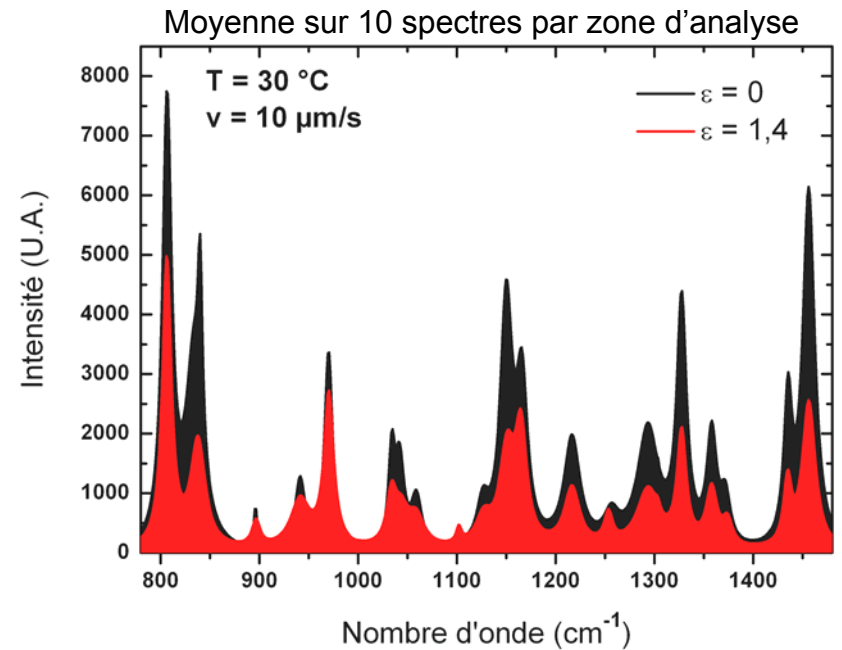
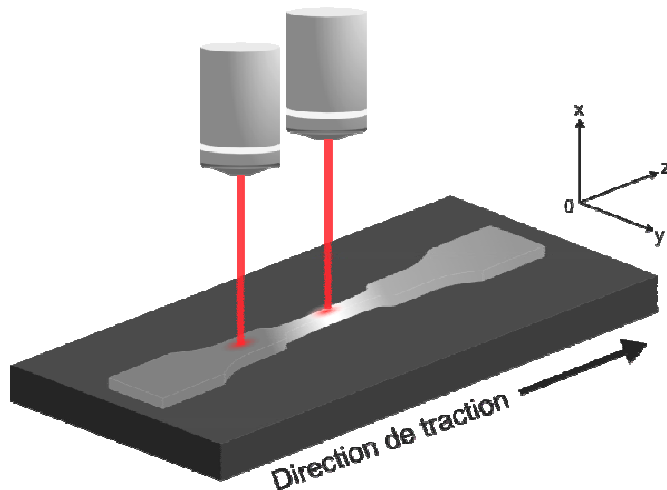
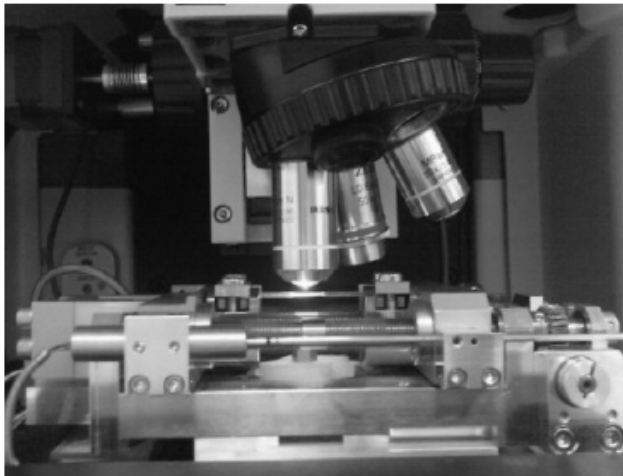
Echantillons attaqués chimiquement 2 h ( $\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{H}_3\text{PO}_4 + \text{KMnO}_4$ )

LFD / Low Vacuum :  $P_{\text{H}_2\text{O}} \approx 100 \text{ Pa}$ ,  $T_{\text{acc}} \approx 5 \text{ kV}$ , Spot 5,  $\text{WD} \approx 10 \text{ mm}$



- Techniques expérimentales – Mesure de  $\varepsilon_v$  dans le cas des films
  - ✓ Spectroscopie Raman : essai mécanique *in situ*

**Principe** : le signal Raman est proportionnel à la quantité de matière sondée



$$\varepsilon_v = 1 - \frac{I_{\text{Int. Def.}}}{I_{\text{Int. Non Def.}}}$$

Mesure fine  
applicable  
aux films

# SOMMAIRE

- **Contexte industriel**

- **Matériaux & Techniques expérimentales**

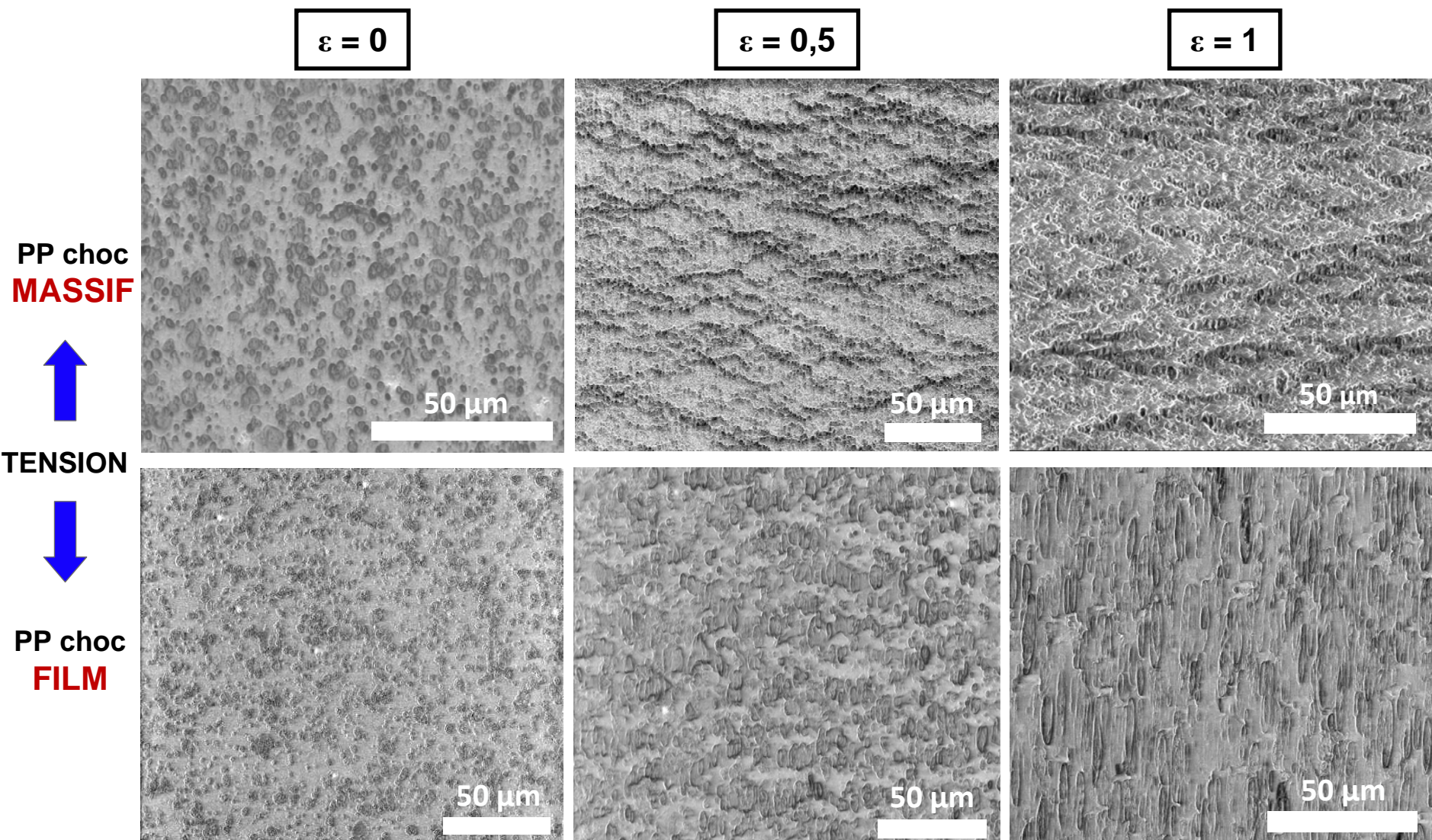
- PP choc vierge et chargé
- Essais mécaniques : VidéoTraction™
- Microstructure : MEB, spectroscopie Raman, tomographie X

- **Résultats & Discussion**

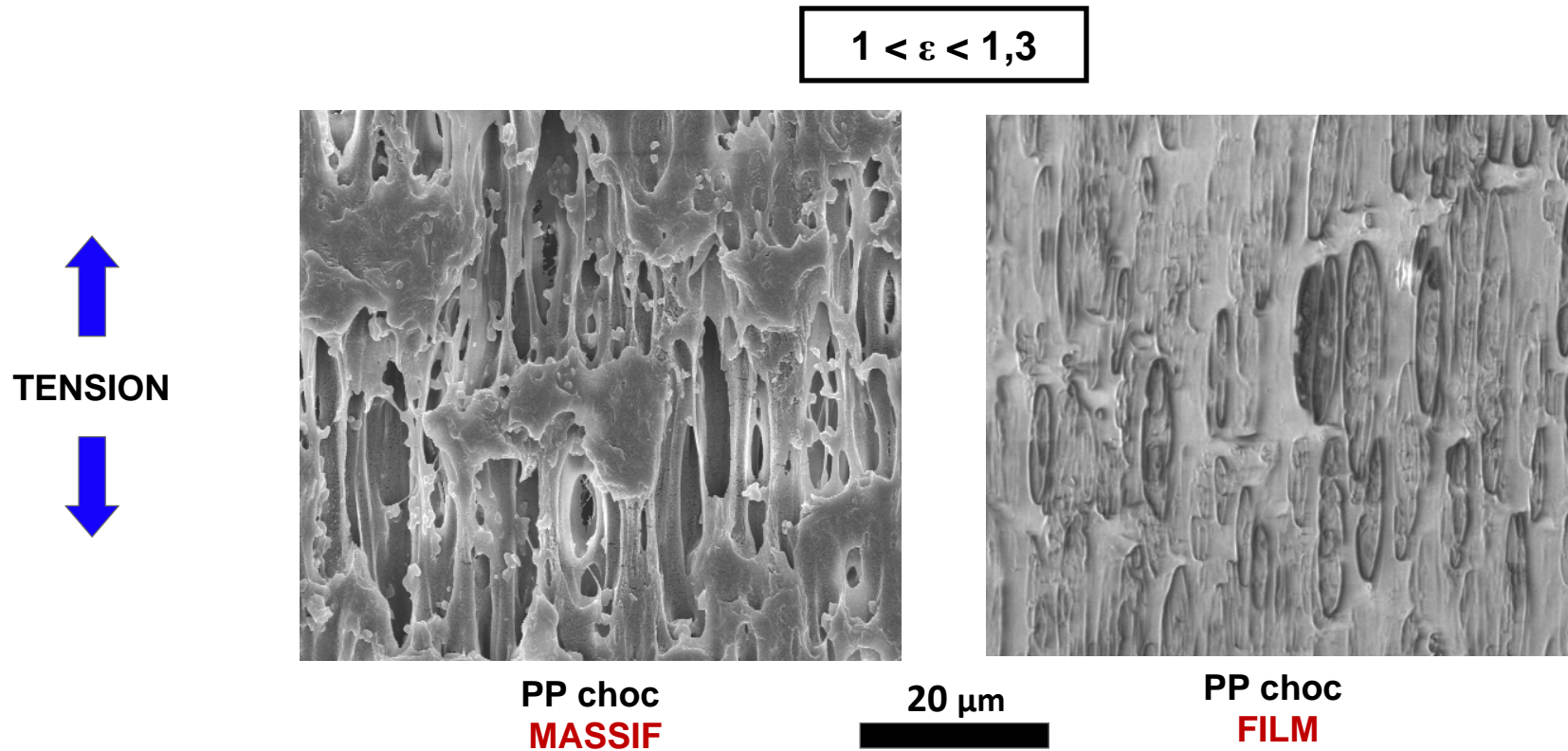
- Observations & Mesures de l'endommagement volumique
- Lois de comportement vrai intrinsèque

- **Conclusion**

- Endommagement volumique – Observations MEB *In Situ*



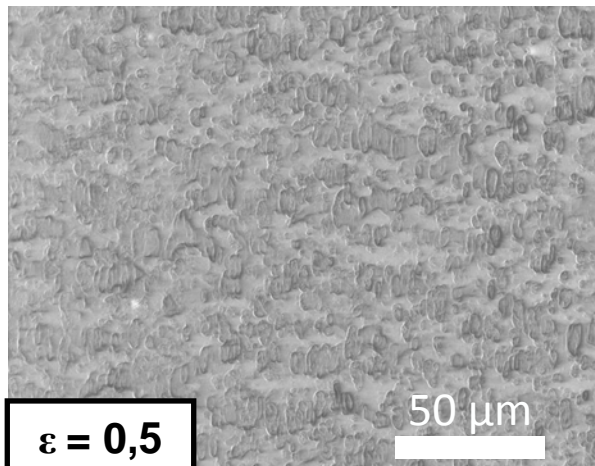
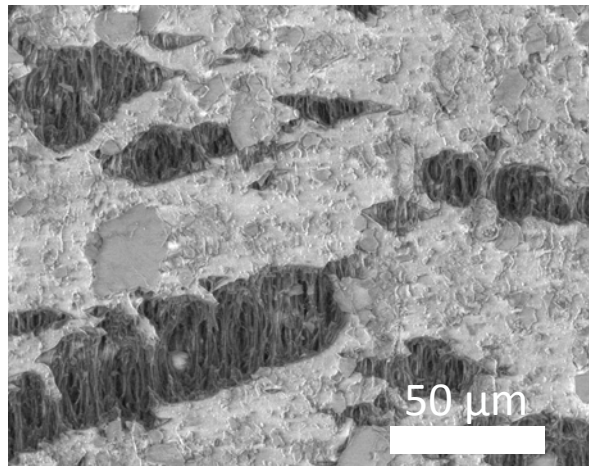
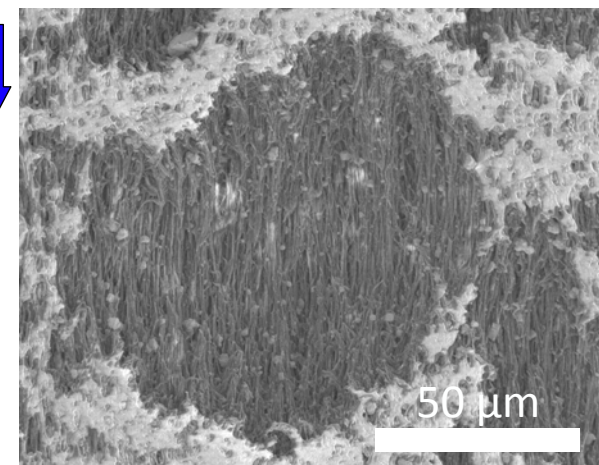
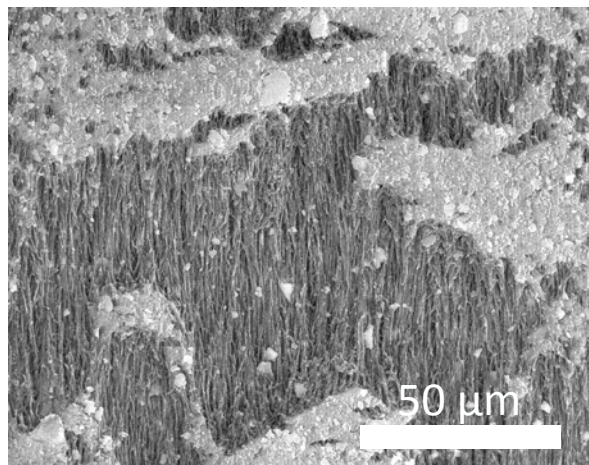
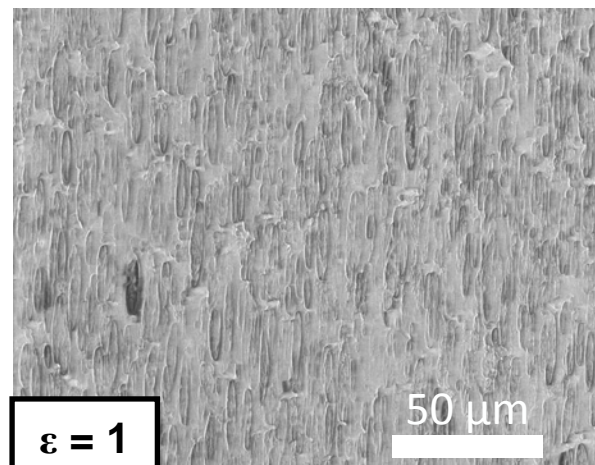
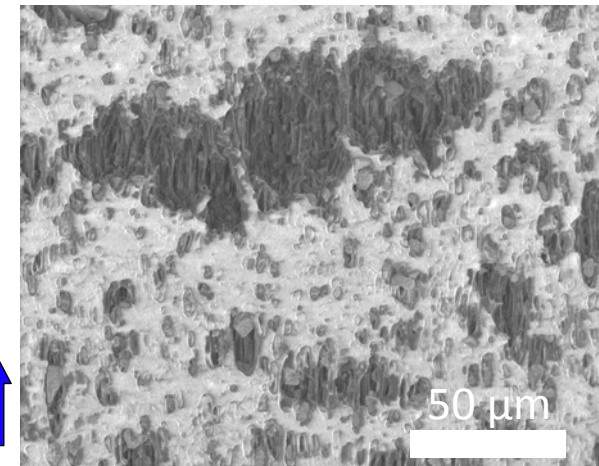
- Endommagement volumique – Observations MEB *In Situ*



A l'état massif, le PP choc présente un endommagement volumique important alors qu'à l'état de film, il semble très localisé et faible

- Endommagement volumique – Observations MEB *In Situ*

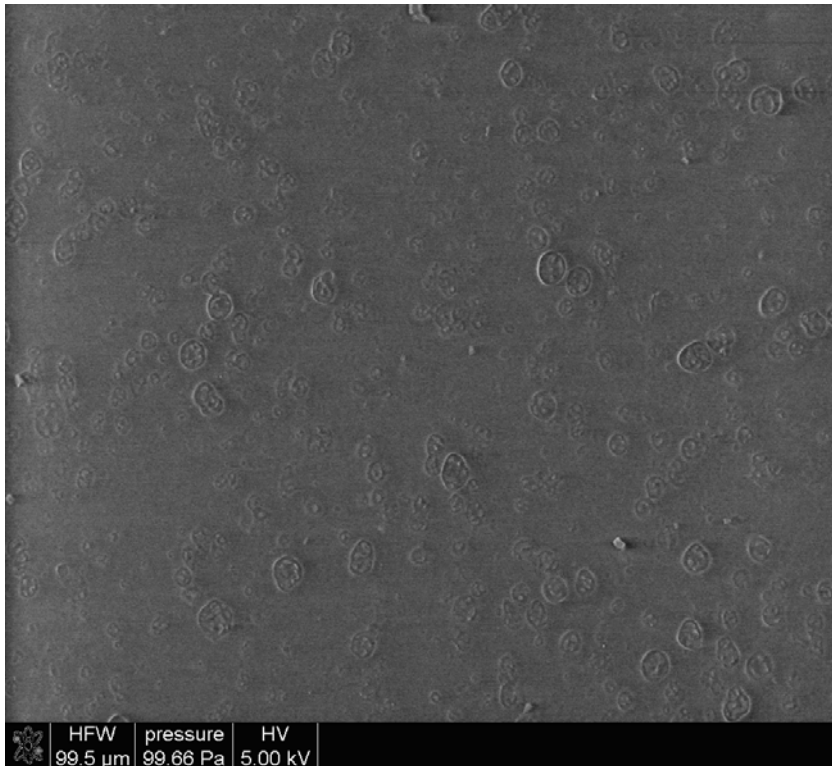
PP choc vierge

PP choc +  $\mu$ -talcPP choc +  $\text{CaCO}_3$ 

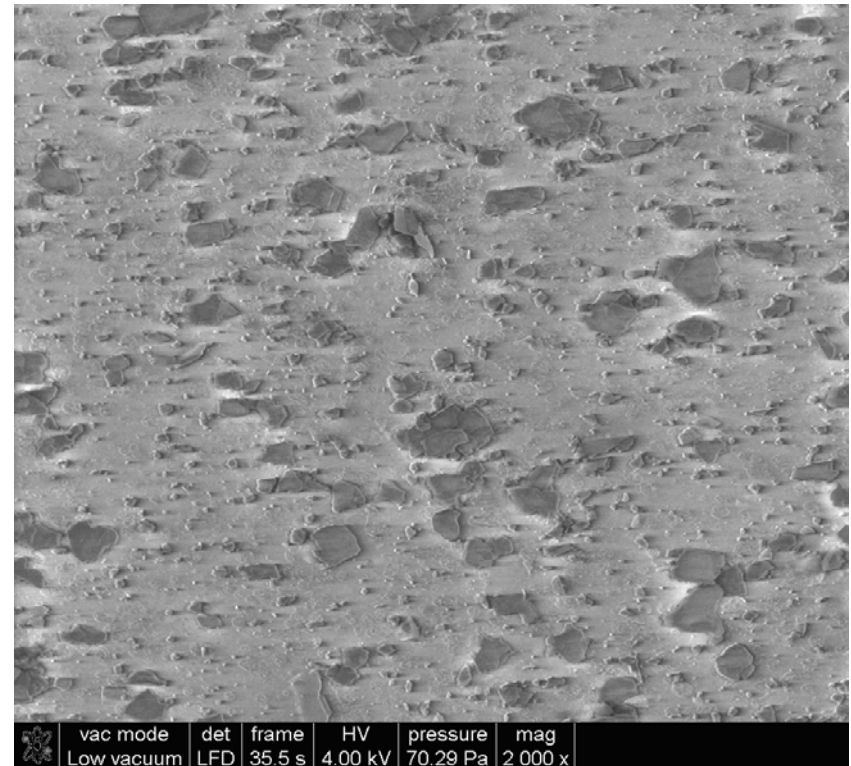
- Endommagement volumique – Observations MEB *In Situ*

**Traction plane sur film ( $e_0 = 280 \mu\text{m}$ )**

**PP choc**



**PP choc chargé  $\mu$ -talc**



- Endommagement volumique – Observations MEB

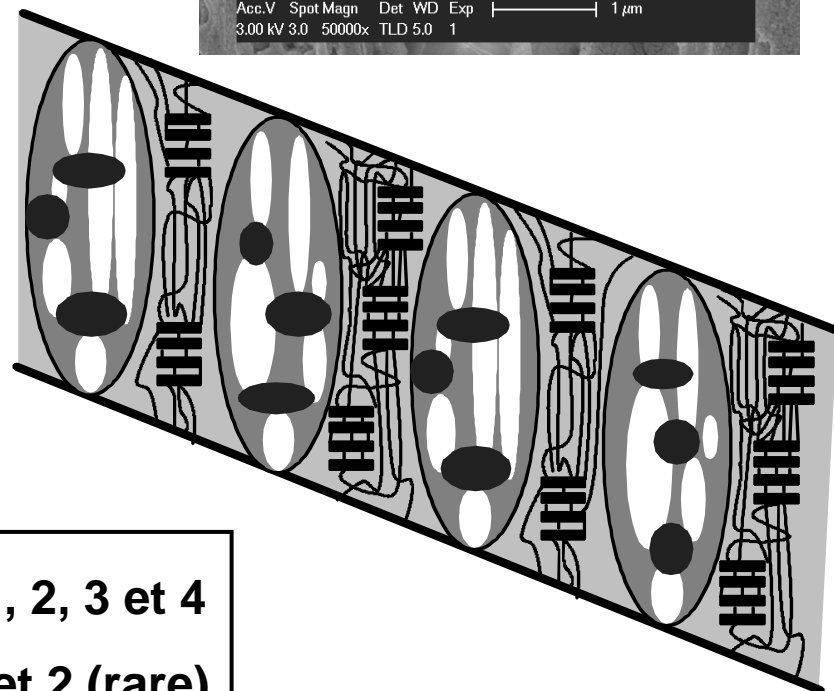
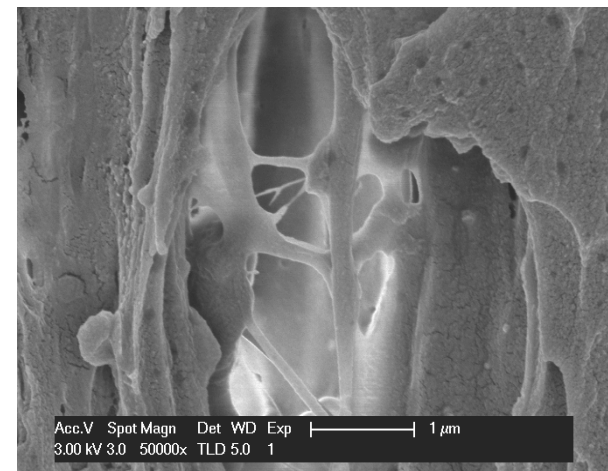
## Etapes de déformation du PP choc vierge :

1) Elongation des nodules d'EPR dans la direction de traction (*van der Wal, 1999 ; S.M. Zebarjad, 2004*).

2) Destruction des nodules

3) Développement des bandes de cisaillement de dilatation à 45 degrés par rapport à la direction de traction (*S.M. Zebarjad, 2004 ; Lazzeri, 1993*)

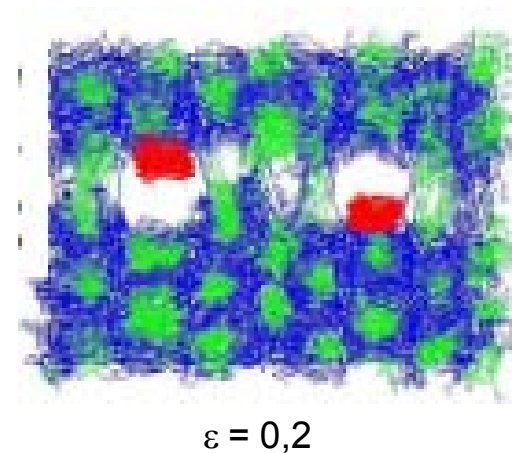
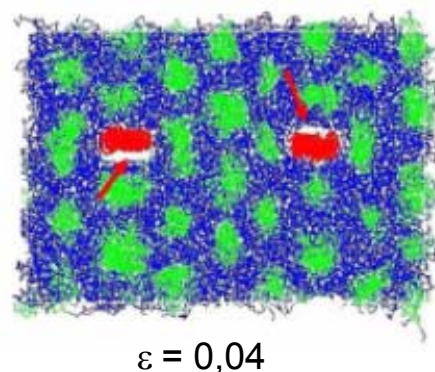
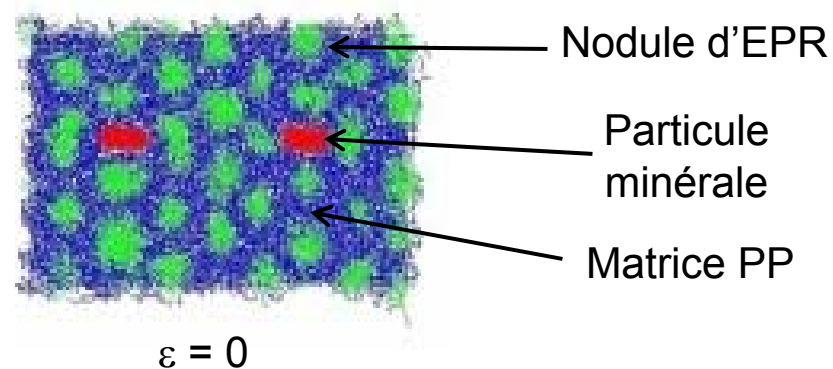
4) Structure fibrillaire



**Massif** → étapes 1, 2, 3 et 4

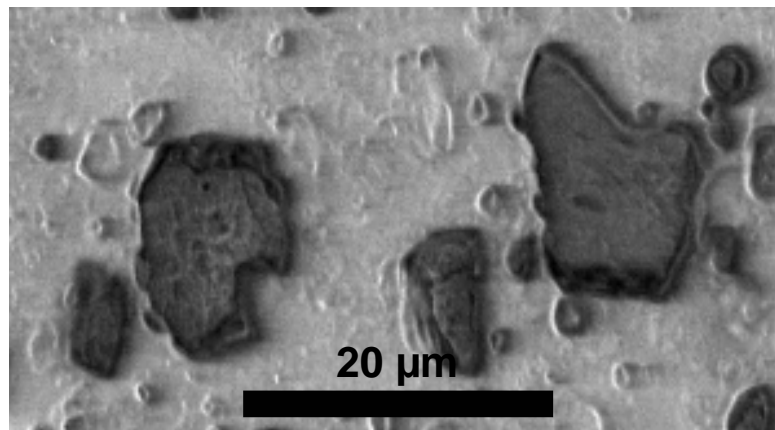
**Films** → étapes 1 et 2 (rare)

- Endommagement volumique – Observations MEB *In Situ*



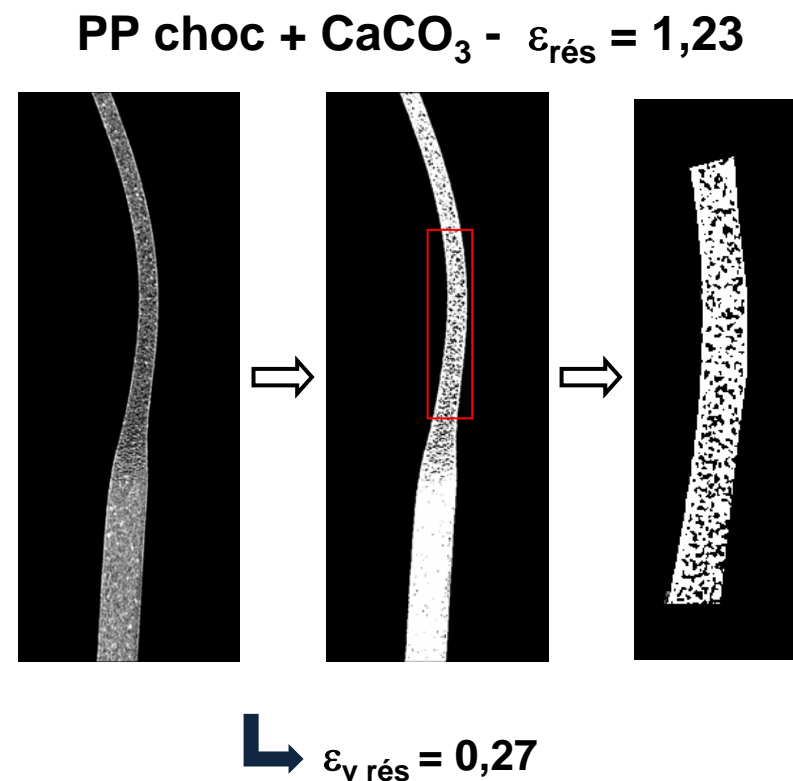
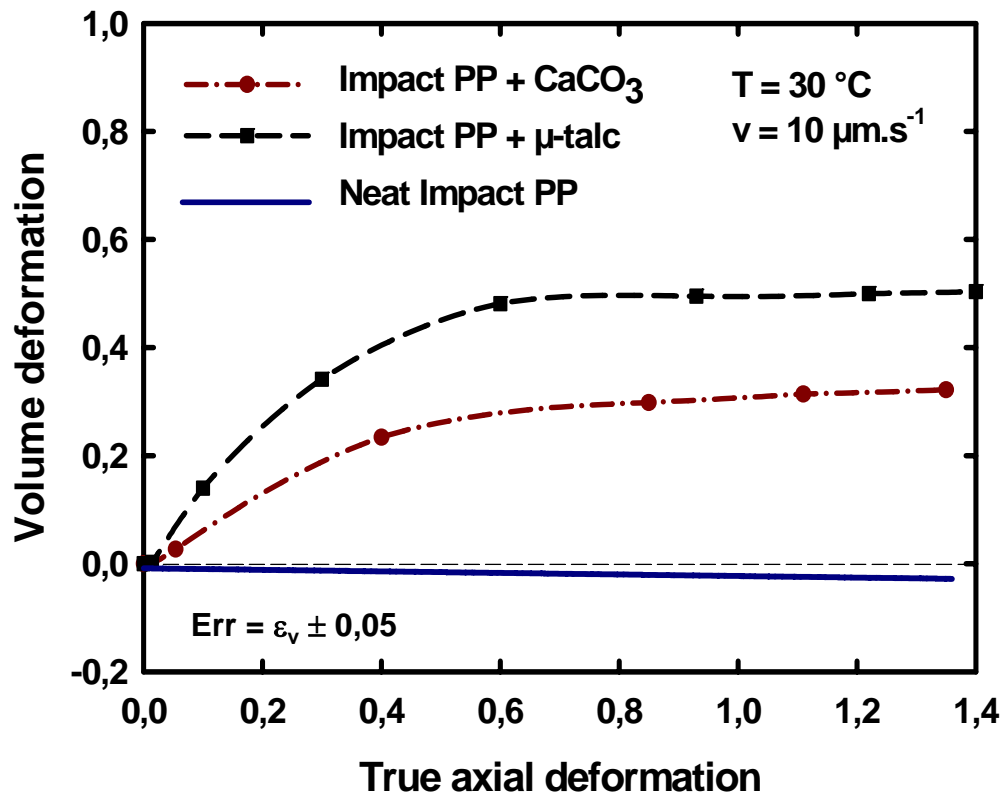
PP choc + CaCO<sub>3</sub>

↑  
TENSION  
↓



$\varepsilon = 0,06$

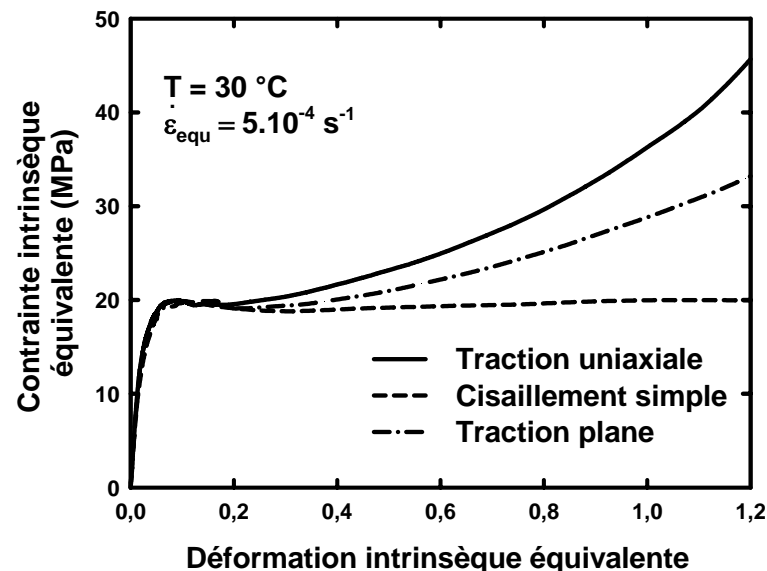
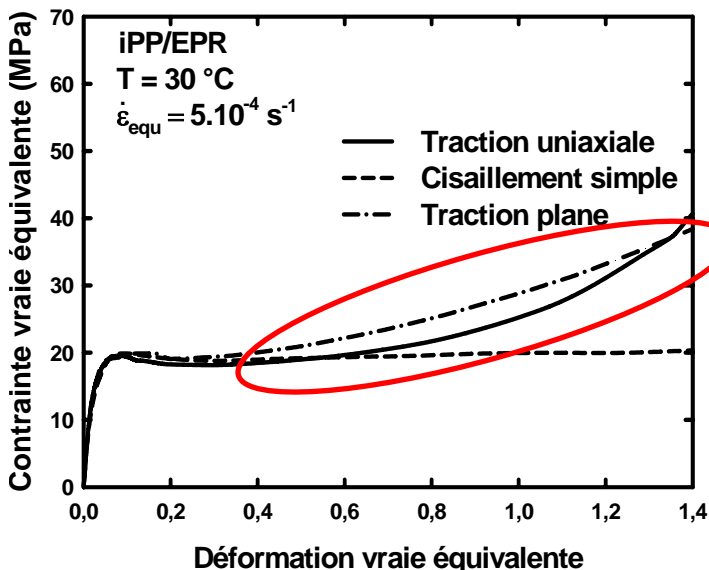
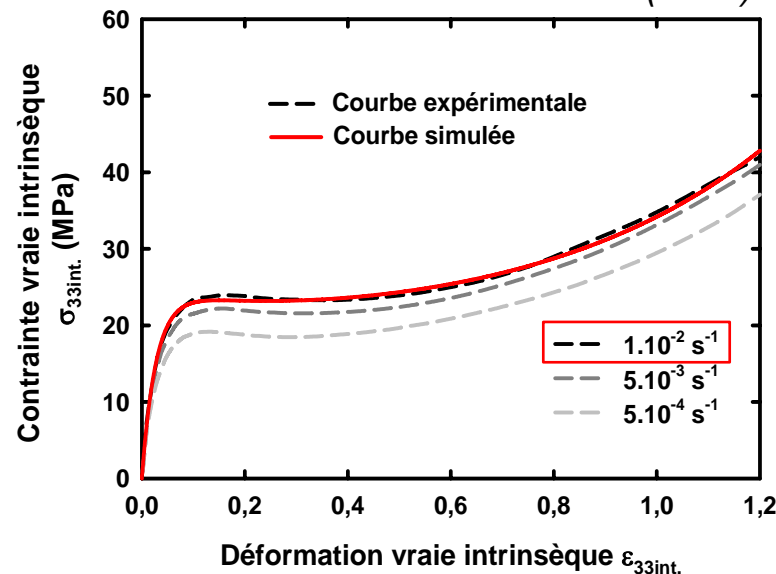
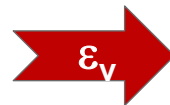
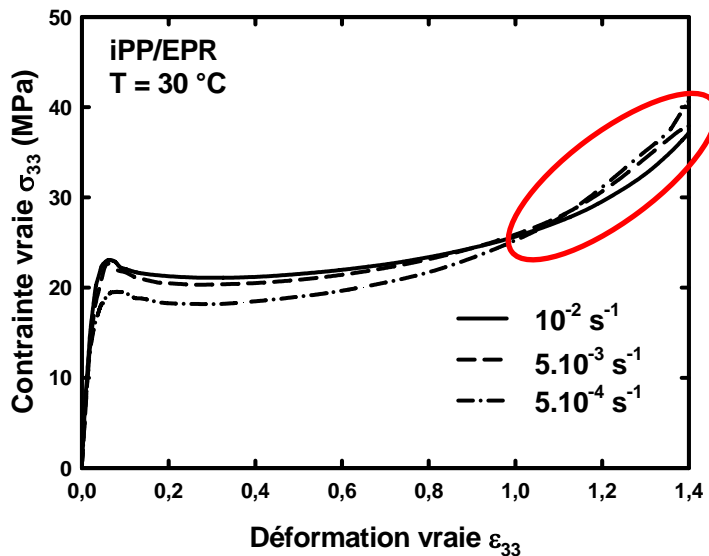
- Endommagement volumique – Mesures sur films ( $e_0 = 280 \mu\text{m}$ )



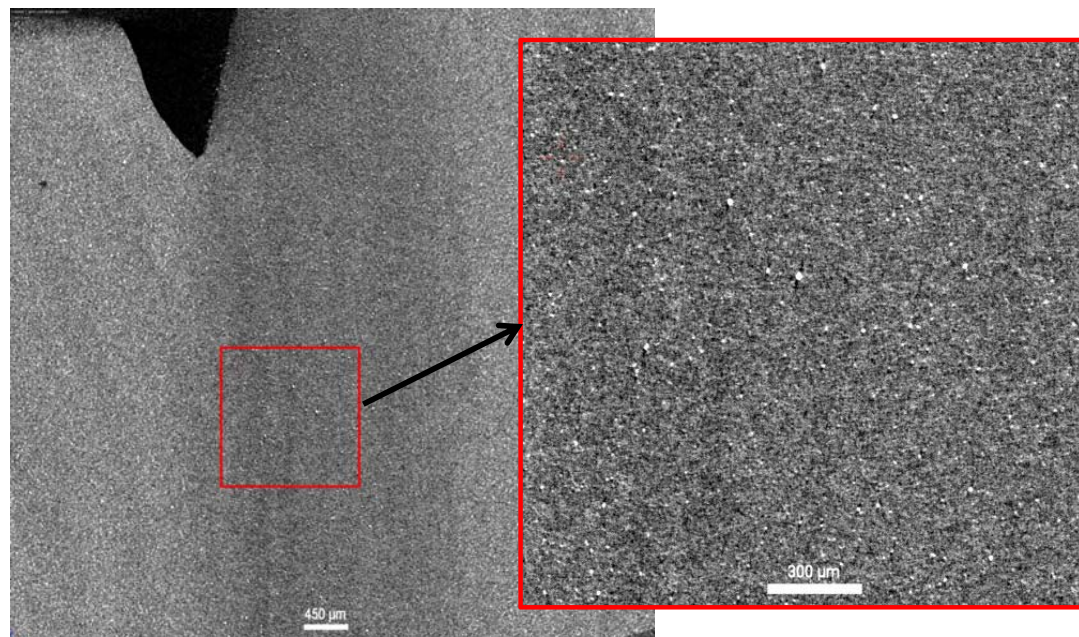
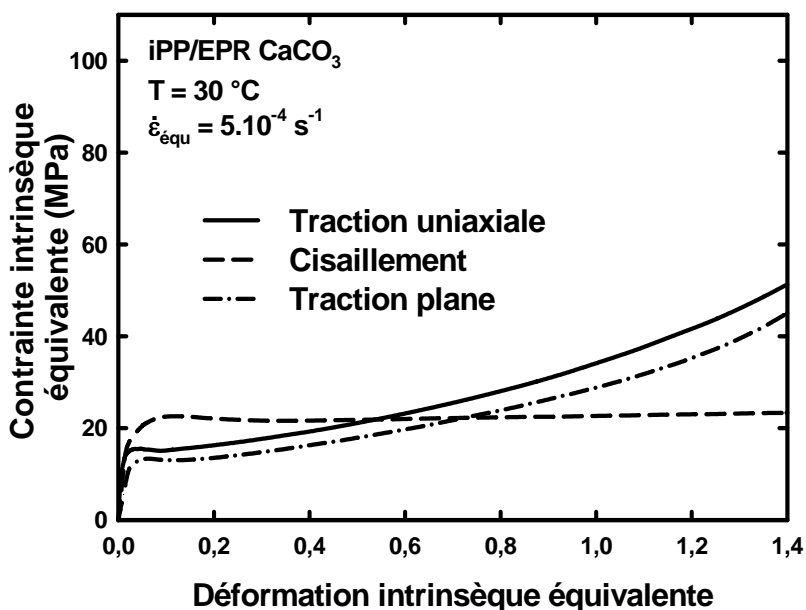
**Résultats corrélés entre les observations MEB, les mesures Raman et la tomographie X.**

Lois de comportement intrinsèque – PP choc vierge

*G'sell et Jonas (1981)*



- Lois de comportement intrinsèque – PP choc chargé



Le critère de **Von Mises n'est plus vérifié** lorsque le PP choc contient des **charges minérales** :

→ Degré limite d'hétérogénéité,

→ Endommagement volumique en cisaillement simple.

# SOMMAIRE

- **Contexte industriel**

- **Matériaux & Techniques expérimentales**
  - PP choc vierge et chargé
  - Essais mécaniques : VidéoTraction™
  - Microstructure : MEB, spectroscopie Raman, tomographie X

- **Résultats & Discussion**

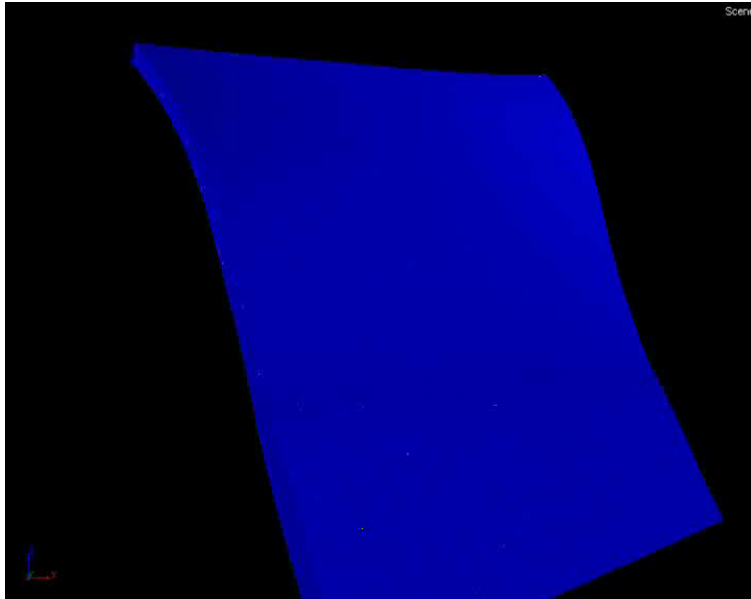
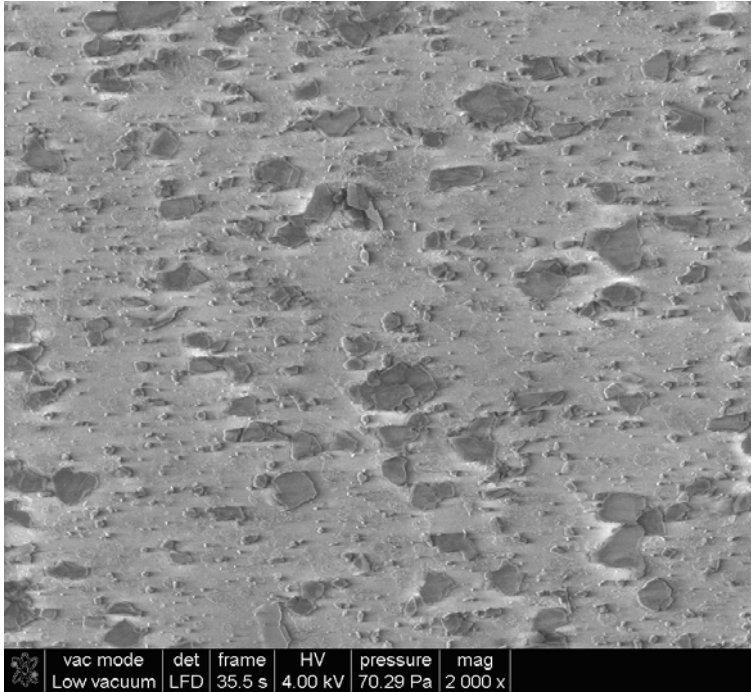
- Observations & Mesures de l'endommagement volumique
  - Lois de comportement vrai intrinsèque

- **Conclusion**

- **Conclusion :**

- L'endommagement volumique est important en traction uniaxiale (matériau épais) quelle que soit la formulation.
- Les observations MEB *in situ* ont permis de mettre en évidence la cavitation des films chargés par des particules minérales.
- Tenant compte de l'endommagement volumique, les lois de comportement vrai intrinsèque sont simulables par la loi G'sell et Jonas.
- Les équivalences de Von Mises sont vérifiées pour le PP choc vierge, et non en présence de particules minérales.

## PP choc chargé $\mu$ -talc



Institut Jean Lamour - UMR 7198

Matériaux-Métallurgie-  
Nanosciences-Plasmas-Surfaces

# Merci pour votre attention...

### Remerciements :

- A. DAHOUN
- J.M. HIVER
- J. MARTIN
- D. VERCHERE
- M. DOUX



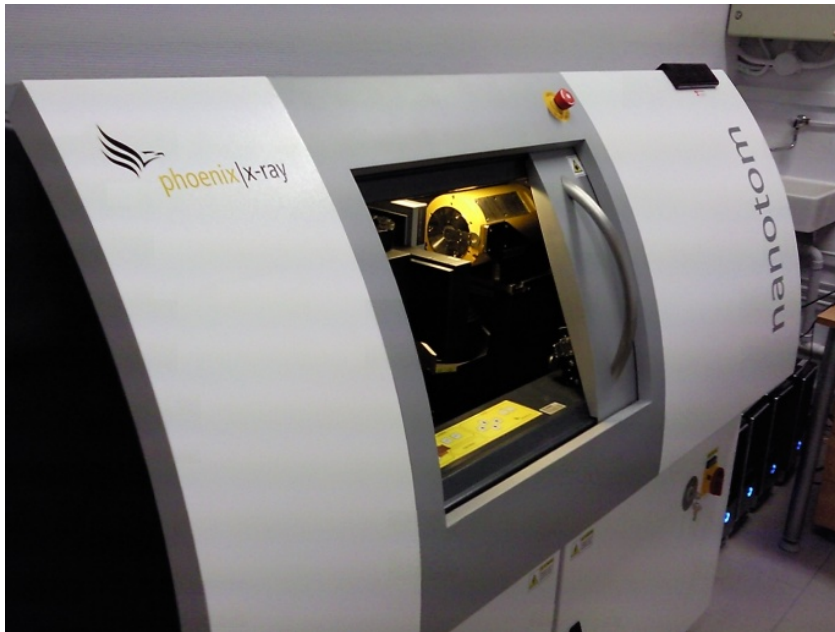
ArcelorMittal



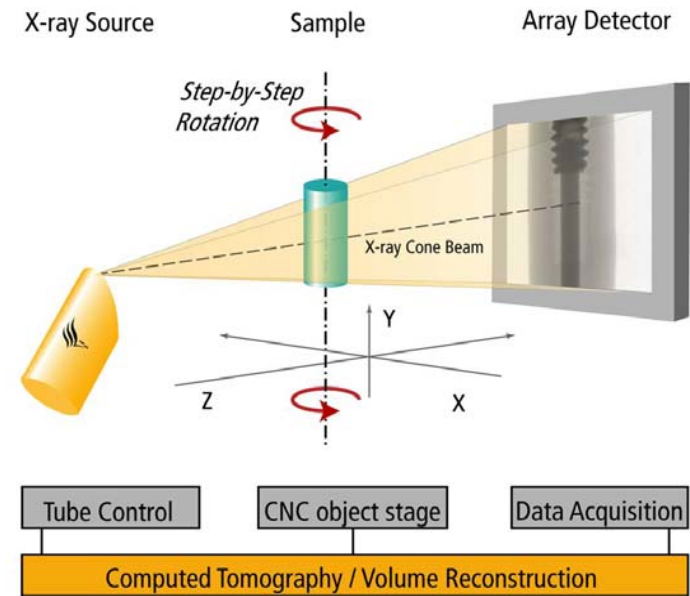
- Techniques expérimentales

- ✓ Tomographie X : mesure *post mortem* de la déformation volumique

**Principe** : Reconstruction 3D de radiographies 2D

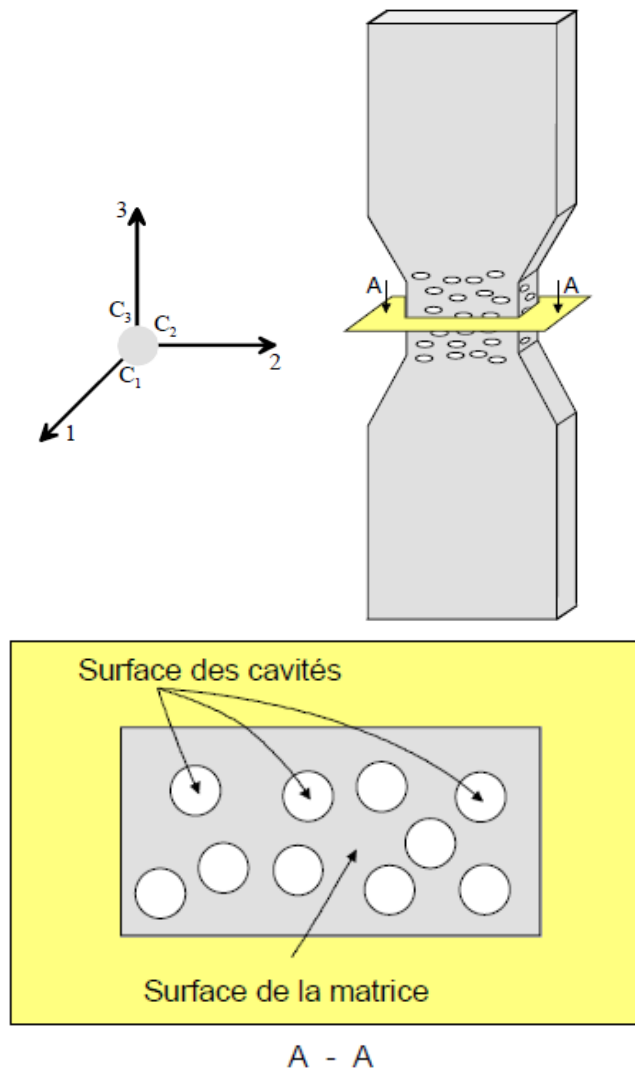


Précision : 2,5  $\mu\text{m}$  / voxel



Hemberger, (2009)

- Lois de comportement intrinsèque



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

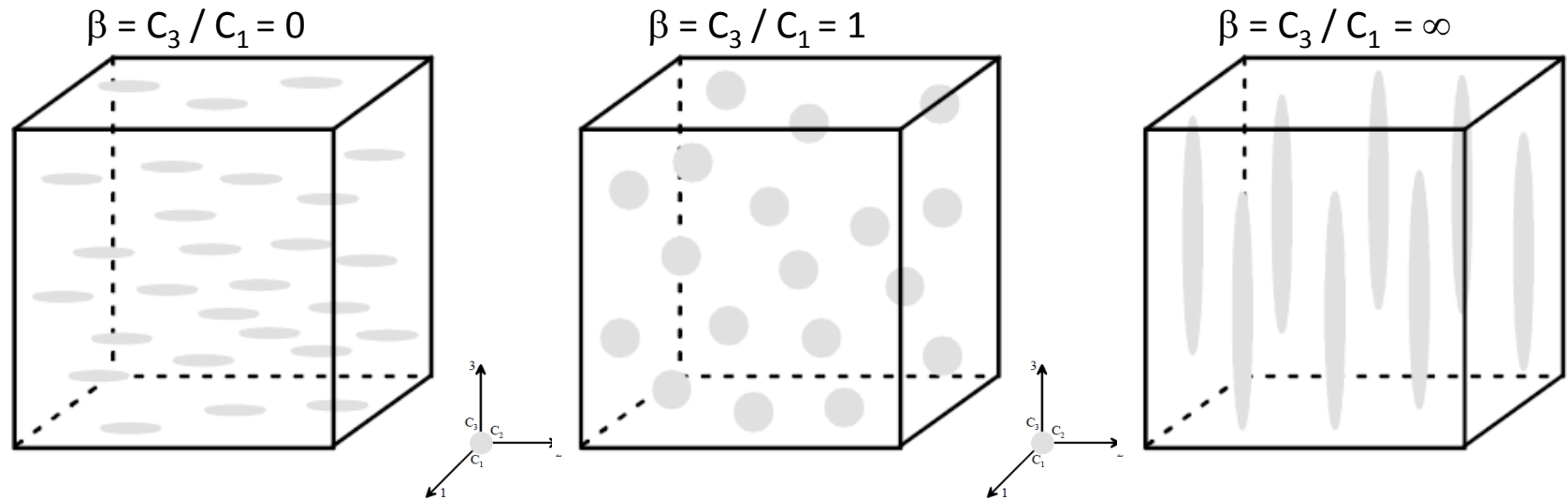
$$S / S_{\text{int}} = \exp(\varepsilon_{11}^v + \varepsilon_{22}^v)$$

$$\rightarrow \varepsilon_{33\text{int}} = \varepsilon_{33} - \varepsilon_{v3}$$

$$\sigma_{33\text{int}} = F / S_{\text{int}} = \sigma_{33} * S / S_{\text{int}}$$

$$\rightarrow \sigma_{33\text{int}} = \sigma_{33} * \exp(\varepsilon_{11}^v + \varepsilon_{22}^v)$$

- Lois de comportement intrinsèque



$$\varepsilon_{11}^v = \varepsilon_{22}^v = 0 ; \varepsilon_{33}^v = \varepsilon_v \quad \varepsilon_{11}^v = \varepsilon_{22}^v = \varepsilon_{33}^v = \frac{\varepsilon_v}{3} \quad \varepsilon_{11}^v = \varepsilon_{22}^v = \frac{\varepsilon_v}{2} ; \varepsilon_{33}^v = 0$$

$$\varepsilon_{33\text{int.}} = \varepsilon_{33} - \varepsilon_v$$

$$\varepsilon_{33\text{int.}} = \varepsilon_{33} - \frac{\varepsilon_v}{3}$$

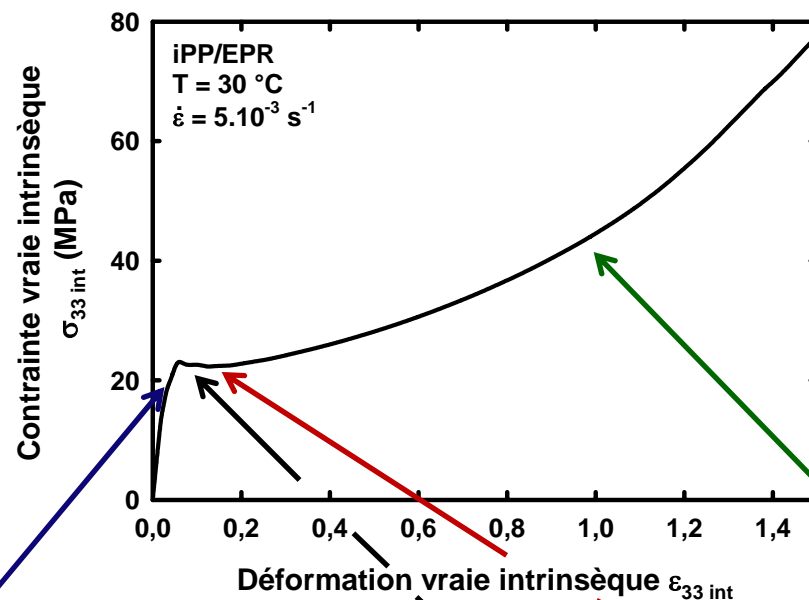
$$\varepsilon_{33\text{int.}} = \varepsilon_{33}$$

$$\sigma_{33\text{int.}} = \sigma_{33}$$

$$\sigma_{33\text{int.}} = \sigma_{33} \exp\left(\frac{2\varepsilon_v}{3}\right)$$

$$\sigma_{33\text{int.}} = \sigma_{33} \exp(\varepsilon_v)$$

- Lois de comportement intrinsèque – Loi G'sell & Jonas (1981)



$$\sigma = [1 - \exp(-w\varepsilon)] \times [1 + L \exp(-v\varepsilon)] \times k \times \exp(h\varepsilon^2) \times \dot{\varepsilon}^m$$

- **k**, la consistance du matériau.

- **L** et **v**, paramètres décrivant l'adoucissement au niveau du crochet de traction.

- **w**, le coefficient de viscoélasticité.

- **h**, le coefficient de durcissement structural.

- **m**, coefficient de sensibilité à la vitesse.

-  $\dot{\varepsilon}$ , la vitesse de déformation.