



Séminaire du 23 Avril 2021



Comportements des polymères et élastomères
pour les domaines de la santé et de l'énergie

Multi-scale characterization of cavitation phenomena in filled elastomers

*Carlos Eloy FEDERICO*¹

¹*Luxembourg Institute of Science and Technology (LIST), Department Materials Research and Technology (MRT)*

Abstract :

In this work, a multiscale approach has been proposed to better comprehend cavitation phenomena in different model rubber-based composites as styrene-butadiene rubber (SBR) reinforced with ultra-high molecular weight polyethylene (UHMWPE) and nano-silica fillers. Volume change was characterized upon stretching by 3D digital image correlation (3D-DIC), scanning electron microscopy (SEM), and at the post-mortem state by in-situ micro-computed x-ray tomography (μ CT). The main result indicates that cavitation was originated from debonding at the filler/matrix interface, from confined matrix areas between adjacent fillers and from filler rupture.

Heat build-up and stress heterogeneity effects on thermoplastics

Lili WAN¹

¹ MINES ParisTech – PSL Research University, Centre des matériaux, Evry, France

Résumé :

Les composants thermoplastiques sont largement utilisés dans l'industrie pour leur excellent rapport propriétés mécaniques/masse volumique. Pour de nombreuses applications courantes, ces polymères/élastomères sont soumis à des chargements thermomécaniques complexes et leur rupture ductile est associée au processus de germination, de croissance et de coalescence de cavités. La phase de croissance de ces cavités est pilotée localement par un état de contraintes triaxiales. Cette cavitation apparaît pour des déformations plastiques importantes. Ce qui peut induire une élévation de température importante en raison de la mauvaise conductivité thermique des matériaux polymères.

L'objectif de cette étude est de mieux cerner les mécanismes de déformation et d'endommagement en tenant compte des effets d'hétérogénéité (gradient et triaxialité) des contraintes et du phénomène d'auto-échauffement. Dans les modèles courants, l'auto-échauffement du matériau est découplé du champ mécanique. Il s'agit alors d'analyser de manière fine les champs de déformation/contrainte sur des éprouvettes entaillées, avec des taux de triaxialité différents et d'y associer le champ de température en surface par thermographie IR.

Cette présentation permettra de montrer l'auto-échauffement d'un matériau polyamide (PA11) sur des éprouvettes lisses et des éprouvettes entaillées :

- Le calcul analytique des champs de contraintes basés sur la théorie Bridgman dans la largeur du fond d'entaille des éprouvettes.
- L'analyse des évolutions de certains paramètres géométriques de l'éprouvette pendant le chargement, une bonne corrélation a été trouvée entre l'évolution de ces paramètres géométriques avec la réponse mécanique.
- L'observation de l'augmentation de température pendant la déformation plastique fournit des preuves de la conversion du travail plastique en dissipation thermique.
- Les champs de température mesurés en surface par caméra infrarouge dans l'épaisseur et dans la largeur des éprouvettes montrent une hétérogénéité de température en surface.

Dans le futur, des essais monotones, de fluage et de fatigue seront réalisés sur 3 nuances de PA11 et sur des élastomères avec des éprouvettes de différentes géométries. L'identification des paramètres du modèle numérique reste à effectuer. L'effet de l'auto-échauffement sera alors pris en compte dans le modèle thermomécanique en considérant pour la première fois le régime adiabatique.

Mechanical response and failure of an Ultra High Molecular Weight PolyEthylene at cryogenic temperature

N.Oudou¹, C. Ovalle¹, L. Laiarinandrasana¹

¹MINES ParisTech, PSL University, Centre des Matériaux (CMAT), CNRS UMR 7633 BP 87, F-91003 Evry Cedex, France

Abstract :

The increasing use of natural gas has led to the development and optimization of supply technologies. Associated with a decrease of the volume by a factor of 600, a temperature reduction of the natural gas, to its liquefaction point, is favoured. Flexible pipes allowing Liquefied Natural Gas (LNG) supply, among other cases, are being developed for offshore use. During LNG transfer the operating temperature is -163 °C.

The pipe is subjected to complex loading, such as internal pressure for which the maximum principal stress is the hoop stress, or bending due by sea swell that would rather enhance the longitudinal stress. Furthermore, the pipe is composed of a multimaterial structure with complex geometry. Undulation of the different layer of materials between steel wires could lead to stress concentrators [3].

This work aims at a better understanding of the mechanical response and failure of the sheath material, as it constitutes the prior tightness barrier of the pipe. The sheath material is an Ultra High Molecular Weight PolyEthylene (UHMWPE), initially provided as films. The glass transition temperature was estimated at about -119 °C.

H2 samples (ISO 37:2017(F) [1]) were cut out from the thin sheath (about 400 µm thickness) in two orientations, i.e. longitudinal and circumferential. In order to compare the mechanical properties at the local scale according to the undulation, three positions were selected to be investigated: the peak, the trough and in between these two extremums. Tensile tests were carried out at 3 different temperatures (-163 °C, -80 °C and room temperature, i.e. ≈ 20 °C) and at 3 different crosshead speeds. For each test, load applied on the sample and crosshead displacement were measured. The Digital Image Correlation (DIC) technique was also used so as to obtain local full displacement fields. Systematic examinations of the fracture surfaces were carried out post-mortem, thanks to Scanning Electron Microscopy, after Au-Pd coating of the surfaces.

Data from the stress-strain curves were utilized to select the elastic modulus and the yield stress, as a function of the temperature. An attempt was made to plot a Ree-Eyring like diagram. Furthermore, the evolution of stress and strain at break as well as that of the ductile-brittle surface ratio was also plotted with respect to the test temperature. A ductile-brittle transition temperature (DBTT) [2] was then identified to be below the glass transition temperature and close to the operating temperature. Therefore, there is a risk of brittle failure. The experimental database so far obtained, allows the FE modelling of the pipe to be undertaken.

*Centre des Matériaux Pierre-Marie Fourt - Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris - ARMINES
CNRS UMR 7633, BP 87 91003 Evry, France*

References

- [1] Caoutchouc vulcanisé ou thermoplastique — Détermination des caractéristiques de contrainte-déformation en traction. Norme en ligne Afnor ISO 37:2017:2017-11, Afnor, Nov. 2017.
- [2] L. Laiarinandrasana, J. Besson, M. Lafarge, and G. Hochstetter. Temperature dependent me-chanical behaviour of PVDF: Experiments and numerical modelling. *International Journal ofPlasticity*, 25(7):1301–1324, July 2009.
- [3] B. Piezel, B. Mercatoris, W. Trabelsi, L. Laiarinandrasana, A. Thionnet, and T. Massart. Bending effect on the risk for delamination at the reinforcement/matrix interface of 3D woven fabric composite using a shell-like RVE. *Composite Structures*, 94(8):2343–2357, July 2012.

Towards an understanding of the mechanical response of aramid fibers at the filament scale

Clotilde Richard^{1,2}, Sébastien Joannès¹, Alba Marcellan²

¹ *Mines ParisTech, PSL University, Centre des Matériaux (CMAT), CNRS UMR 7633, 91003 Evry, France*

² *Sciences et Ingénierie de la Matière Molle, ESPCI Paris, PSL University, CNRS, Sorbonne Université, 75005 Paris, France*

Abstract :

Technical fibers, and particularly aromatic polyamide fibers (commonly known as aramid), are frequently used as reinforcements in high performance composite applications, such as pneumatics, body-armor or ship hulls. To make these reinforcements, fibers are assembled by torsion to form a rope. In this assembly, fibers experience multi-axial solicitations and complex fiber-fiber contacts. Mechanical characterization at the single fiber scale is challenging, especially when the diameter is as small as 12 μm ; but essential to be able to optimize the performances at the product scale. The aim of this work is to understand the structure/properties relationship of the para-aramid fiber by implementing an instrumented and dedicated multiaxial characterization technique, at the filament scale.

Fibers mechanical properties are linked to their highly oriented structure resulting in a strongly anisotropic behavior. Both longitudinal tensile tests (SFT) and single fiber transverse compression tests (SFTCT) were thus developed to evaluate the anisotropic mechanical properties. The aramid fiber showed remarkable properties in the longitudinal direction: a Young modulus of almost 87 GPa, a failure stress and an elongation at break of about 3 GPa and 3 % respectively. With 1,44 g/cm³ of density, the fiber exhibits a good ratio between mechanical properties and weight, which makes aramid fiber a competitive material. In the transverse direction, fiber showed dissipative mechanisms and significant plastic deformation. Above 0,25 N/mm, the experimental elastic limit, the fiber deforms plastically. In this study, Finite Element (FE) simulations were used to analyze SFTCT results. We showed that the mechanical response of the fiber is closely linked to the skin/core structure of the fiber and is not strongly influenced by the geometry of the transverse section of the fiber. We modeled a skin/core structure for the fiber, as detailed in the literature, and thus, we determined transverse modulus of the fiber: $E_{\text{skin}} = 0,3 \text{ GPa}$ et $E_{\text{core}} = 5 \text{ GPa}$. The modulus in the transverse direction is more than ten times lower than the one obtained in the longitudinal direction. We also analyzed the influence of the fiber geometry on the transverse mechanical response: variation of the diameter along the fiber direction and effect of ellipticity of the fiber transverse section.

These results highlight microstructure/mechanical properties relationships of aramid fiber at filament scale. We are pursuing this study by studying mono-filament assembly in order to understand how single filament properties and fiber-fiber contact impact the mechanical behavior of the assembly.

Un modèle pour prédire l'endommagement par usure des implants du LCA et son application à la planification chirurgicale

Juan-Deyo MAEZTU-REDIN¹

¹ *Mines ParisTech, PSL University, Centre des Matériaux (CMAT), CNRS UMR 7633, 91003 Evry, France*

Abstract :

The failure causes of anterior cruciate ligament (ACL) implants are very often unclear. While some causes are hard to predict—infection, improper immune response...— some mechanical causes can be prevented by graft design and adequate placement. This issue is especially critical for synthetic grafts, whose failure rates reach 30% to 50%. In this study, we investigate the role of several possible mechanical causes of implant failure: overstretching, excessive twist, impingement and friction of the implant with other tissues of the joint like cartilage and bone. For that, seven sheep underwent ACL reconstruction using a tendon autograft. Their limbs were explanted after three months. Necropsy observations and ultimate tensile strength (UTS) measurements showed that the grafts exhibited various levels of damage. 3D digital models of the joints were reconstructed from X-ray images (EOS) and knee kinematics were recorded in flexion-extension using a motorised device and motion capture. From the reconstructed position of femur and tibia at each knee flexion angle, we computed the maximum values of strain, twist angle and impingement volume underwent by the graft during knee flexion-extension. Using these kinematic data, we also proposed a wear model based on Archard's equation to assess the local wear produced on the implant during a knee flexion cycle. When compared to UTS, maximum strain, twist and impingement volume all failed to explain the level of resistance of the grafts after 3 months in vivo. Conversely, the maximum wear attained on the graft showed a strong negative correlation with UTS ($r=-0.898$) and explained the differences among specimens. Local wear was compared to necropsy observations, where damage zones were consistent with the predictions. The simplicity of this wear criterion permits its direct use in implant design and surgery planning to minimise the risk of implant failure. Its application to sheep anatomy provides a straightforward way to increase efficiency and predictive power of preclinical testing, reduce the costs, time and number of animals needed.

MEMBRANES HYDROGELS POUR LA CONCEPTION D'ADHESIFS CHIRURGICAUX

Maïlie Roquart^{1,2} encadrée par Laurent Corté^{1,2} & Sophie Norvez²

¹ *Centre des Matériaux, CNRS, Mines ParisTech, Université PSL, 91003 Evry, France*

² *Chimie Moléculaire, Macromoléculaire et Matériaux, CNRS, ESPCI Paris, Université PSL, 75005 Paris, France*

Mots clés : Bioadhésion, hydrogel, nanoparticules, chirurgie

Résumé :

La fixation d'hydrogels à des tissus biologiques est un défi important pour le développement de nouvelles technologies implantables et de nouvelles approches chirurgicales. En effet, les méthodes utilisées aujourd'hui en clinique sont peu satisfaisantes : les fixations mécaniques telles que les sutures et les agrafes endommagent à la fois les tissus et les hydrogels ; les colles synthétiques à base de polymères peuvent être toxiques et souffrent encore d'une adhérence insuffisante en milieu humide ; les colles biologiques à base de fibrine sont chères et complexes à manipuler. L'objectif de cette recherche est de concevoir des membranes hydrogels capables d'adhérer rapidement, et sans causer de traumatismes, par simple contact avec des tissus internes. Pour cela, nous proposons d'étudier une approche utilisant l'adsorption de macromolécules à la surface de particules placées à l'interface entre tissu et hydrogel pour former des « nanoponts » créant de l'adhésion [1,2]. Pour explorer ce mécanisme, nous synthétisons des membranes hydrogels ayant des propriétés viscoélastiques ajustables et y déposons des agrégats de nanoparticules de silice. Dans un premier temps, leurs performances adhésives et les mécanismes microscopiques sous-jacents sont caractérisés au moyen d'essais de pelage *ex vivo* sur foie de cochon. Dans un second temps, la pertinence clinique de systèmes optimisés est évaluée *in vivo* sur modèle animal dans le cas d'une application en chirurgie hépatique. En particulier, nous avons montré qu'en présence de sang, les propriétés procoagulantes des nanoparticules de silice permettent d'améliorer cette adhésion hydrogel-tissu en engendrant la formation d'un caillot sanguin interfacial [3]. Ces revêtements par adsorption de particules appliqués à des hydrogels intrinsèquement adhésifs, plus dissipatifs, pourraient permettre de renforcer encore l'adhésion hydrogel-tissu biologique *in vivo*. En outre, les particules procoagulantes contenant divers oxydes métalliques présentent de nombreuses propriétés cliniquement pertinentes telles que des effets améliorant le contraste et des effets antioxydants ou antimicrobiens, ce qui offre de nombreuses opportunités pour concevoir des surfaces d'hydrogel bioadhésives multifonctionnelles.

References :

[1] S. Rose et al., Nanoparticle solutions as adhesives for gels and biological tissues, *Nature*, 505, 7483, 382-385, 2014.

[2] A. Meddahi-Pellé et al., Organ repair, hemostasis, and in vivo bonding of medical devices by aqueous solutions of nanoparticles, *Angew. Chem. Int. Ed.*, 53, 1-6, 2014.

[3] R. Michel et al., Hydrogel-Tissue Adhesion Using Blood Coagulation Induced by Silica Nanoparticle Coatings, *ACS Appl. Bio Mater.*, 3, 8808-8819, 2020.



Vous pouvez nous contacter :

- Par courrier postal :

Centre des Matériaux Pierre-Marie Fourt
Mines ParisTech
CNRS UMR 7633, BP 87 91003 Evry, France

- Par téléphone : +33 (0)1 60 76 30 00
- Par fax : +33 (0)1 60 76 31 50
- Par courrier électronique : semteam@mat.mines-paristech.fr
- Site web : <http://www.mat.mines-paristech.fr>

Equipe séminaire :

Daniel IRMER
Paul BEGUIN
Wajih JBARA