

Propriétés mécaniques et rhéologiques des mousses de polymère réticulé

M. Deverge

Directeurs de thèse : L. Benyahia, S. Sahraoui

Laboratoire d'Acoustique de l'Université du Maine, UMR CNRS 6613
Laboratoire Polymères Colloïdes et Interfaces, UMR CNRS 6120

1er décembre 2006

Milieu diphasique

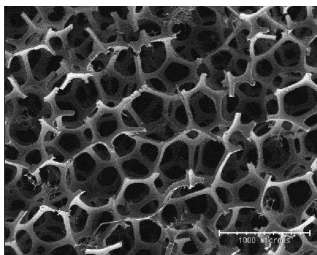
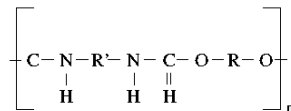


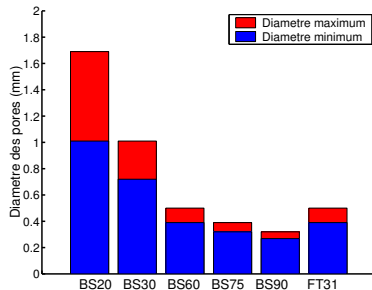
Photo MEB

Bulpren S : Taille des pores décroissantes de Bulpren S20 à Bulpren S90

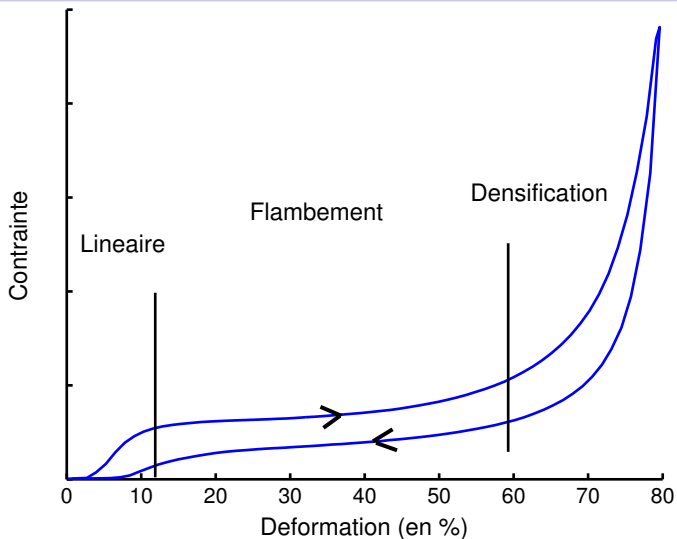
Fireflex T31 : Même taille que Bulpren S60, semi-ouverte.



Formulation polyurethane



Introduction mousses



Réponse en hystérésis avec 3 zones de comportement.

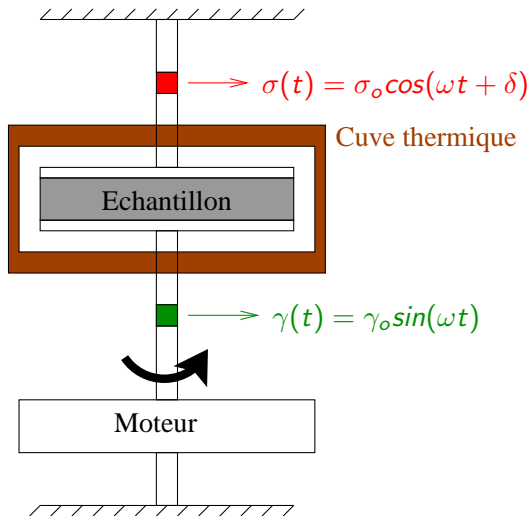
Plan de l'exposé

- 1 Caractérisation de la zone linéaire sur une large plage fréquentielle
- 2 Modélisation du comportement en hystérésis et à grandes déformations
- 3 Relaxation des contraintes de mousses
- 4 Conclusions/Perspectives

Plan de l'exposé

- 1 Caractérisation de la zone linéaire sur une large plage fréquentielle
 - Superposition Temps-Température
 - Application Bulpren S20
 - Caractérisation famille Bulpren S
 - Conclusion
- 2 Modélisation du comportement en hystérésis et à grandes déformations
- 3 Relaxation des contraintes de mousses
- 4 Conclusions/Perspectives

Schéma du dispositif expérimental



Module de cisaillement complexe :

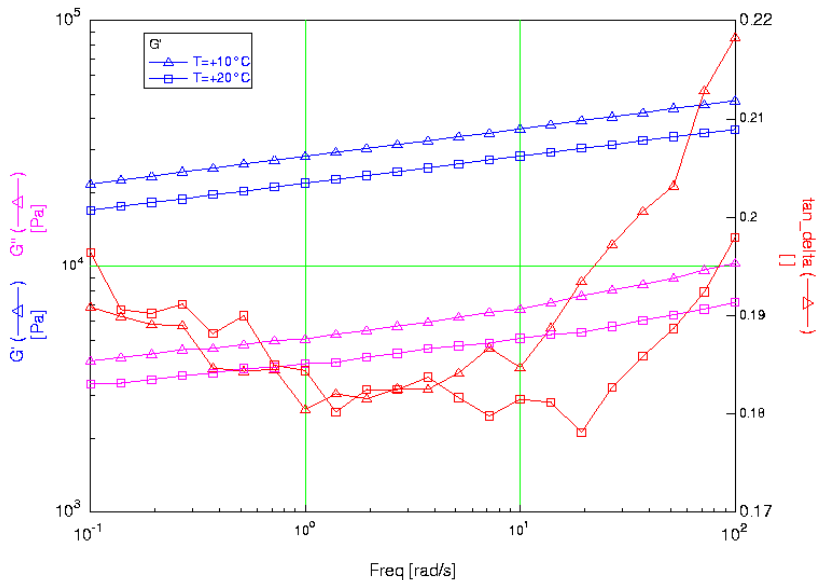
$$G'(\omega) = \frac{\sigma_0}{\gamma_0} \cos(\delta)$$

$$G''(\omega) = \frac{\sigma_0}{\gamma_0} \sin(\delta)$$

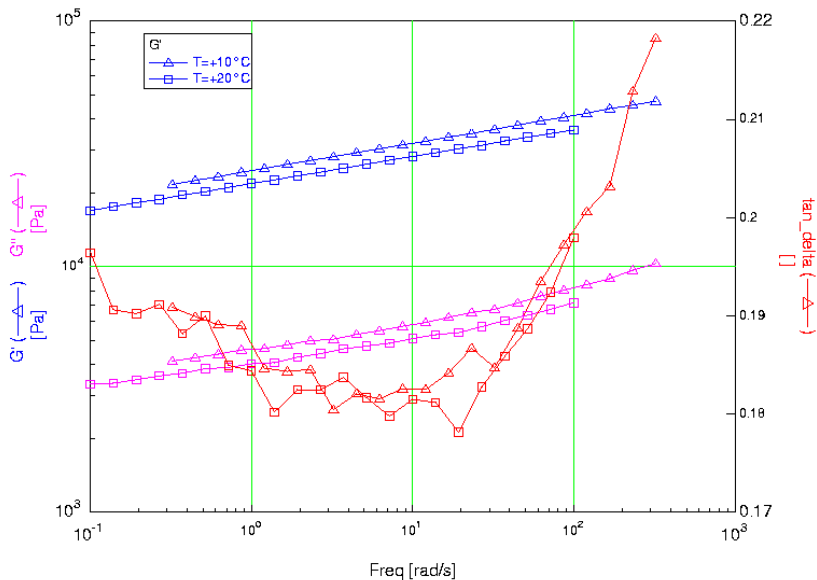
Facteur d'atténuation :

$$\tan(\delta) = \frac{G''(\omega)}{G'(\omega)}$$

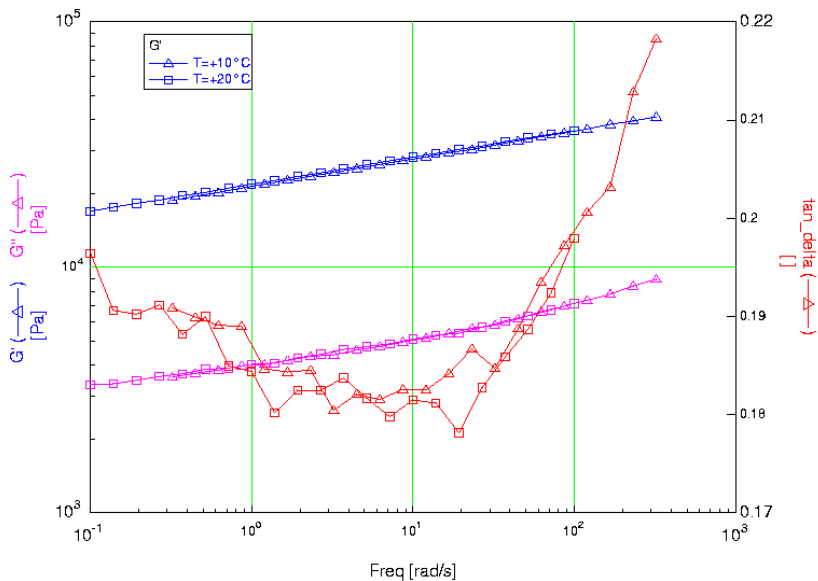
Principe de Superposition Temps-Température (TTS)



Principe de Superposition Temps-Température (TTS)



Principe de Superposition Temps-Température (TTS)



Equations de la Superposition Temps-Température

Equations analytiques de la Superposition Temps Température (TTS) pour le module de cisaillement

$$G'(f, T_0) = b_T G'(a_T f, T_i)$$

$$G''(f, T_0) = b_T G''(a_T f, T_i)$$

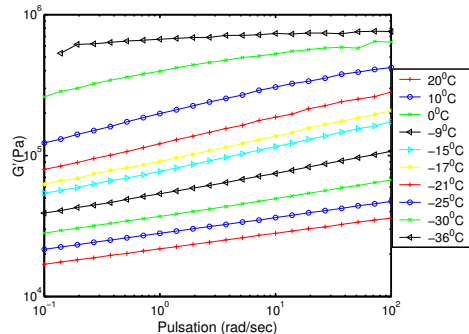
Détermination des coefficients de superposition [WLF]

$$b_T = \frac{\rho_i T_i}{\rho_0 T_0}$$

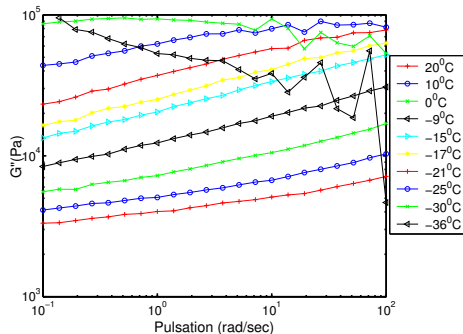
$$\log a_T = -\frac{C_1^0 (T - T_0)}{C_2^0 + T - T_0}$$

C_1^0 et C_2^0 coefficients visco-élastiques du matériau à la température de référence T_0 .

Mesures expérimentales du cisaillement sur Bulpren S20

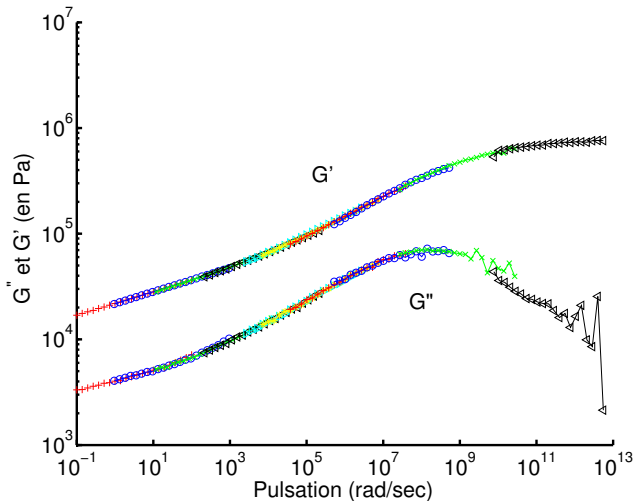


Bulpren S20 G' à différentes températures.



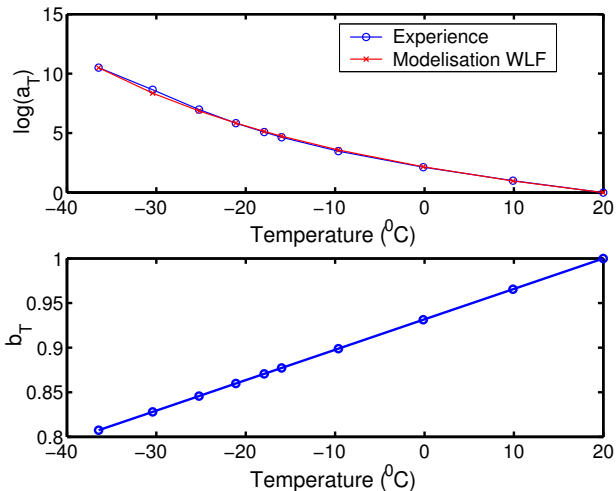
Bulpren S20 : G'' à différentes températures.

Bulpren S20 : Superposition des mesures



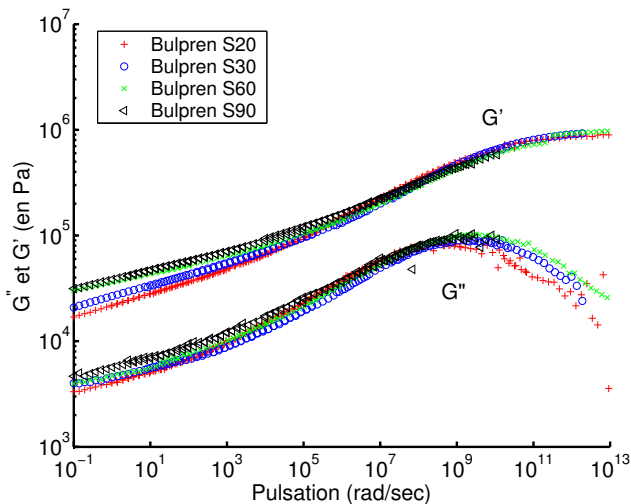
Bulpren S20 : G' et G'' par TTS à la température de référence
 $T_0 = 20^0 C$.

Coefficients TTS avec modélisation WLF



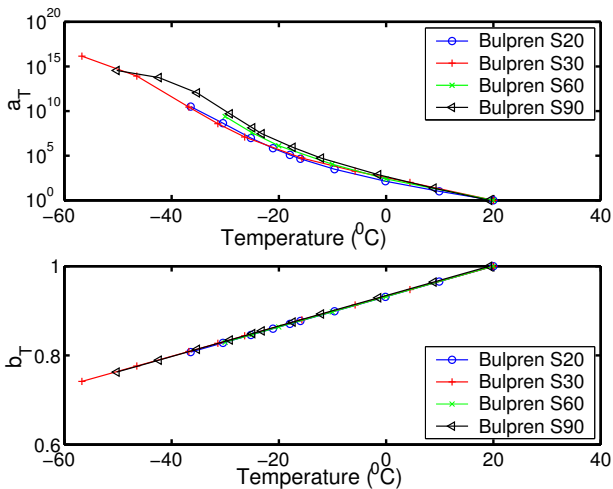
Bulpren S20 : Coefficients de Superposition Temps-Temperature :
 a_T , avec modélisation WLF, et b_T .

Famille Bulpren S : Superposition des mesures



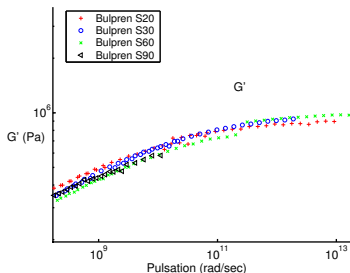
G' et G'' à la température de référence $T_0 = 20^{\circ}\text{C}$

Coefficients TTS



Coefficients TTS pour l'ensemble des Bulpren S.

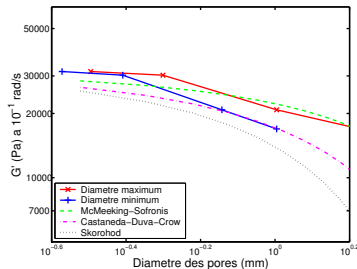
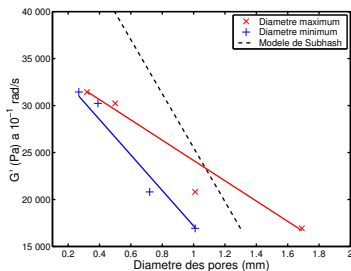
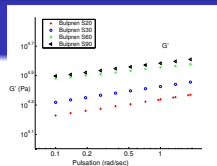
Interprétation en hautes fréquences



G' identiques à 10^6 Pa en hautes fréquences.
 G' polyurethane de l'ordre de 10^9 Pa.

Seulement 3.3% de la mousse transmet la contrainte de cisaillement.

Interprétation en basses fréquences



Variation de G' avec la taille des pores.

$$G' \propto \frac{1}{\sqrt{\text{diametre des pores}}}$$

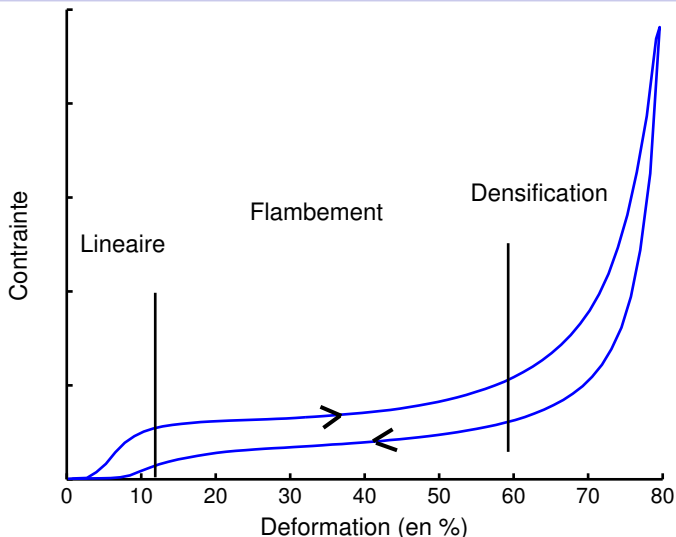
Conclusion

- La méthode TTS est utilisable pour la caractérisation mécanique des mousses de polymère réticulés.
- La méthode TTS permet une caractérisation large bande (plus de 10 décades) dans la zone linéaire :
 - ▶ Faible fraction de la mousse transmet la contrainte de cisaillement.
 - ▶ Le module G' à fréquence nulle décroît avec le diamètre des pores.

Plan de l'exposé

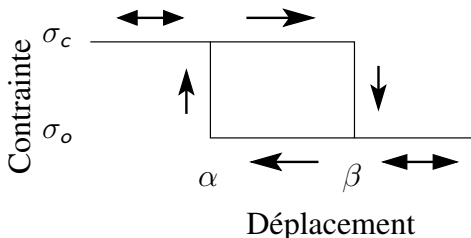
- 1 Caractérisation de la zone linéaire sur une large plage fréquentielle
- 2 Modélisation du comportement en hystérésis et à grandes déformations
 - Modèle PKM
 - Hypothèses de la théorie PKM
 - Mesure expérimentale Bulpren S90
 - Modélisation de l'hystérésis à partir de l'espace PM
 - Conclusions
- 3 Relaxation des contraintes de mousses
- 4 Conclusions/Perspectives

Grandes déformations et hystérésis de comportement



Contrainte en fonction de la déformation, au cours d'un cycle de chargement/déchargement, à la température de 24°C et à la vitesse de 0.1 mm.s^{-1} , pour une mousse de polyurethane réticulé.

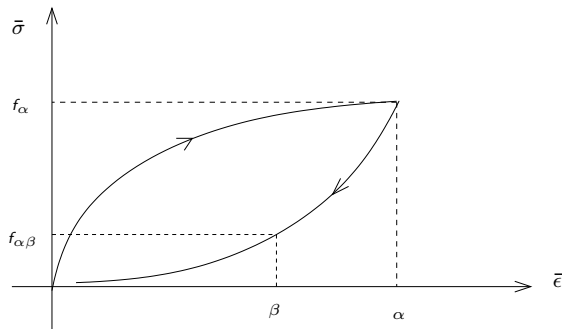
Hysteron microscopique



Hysteron microscopique : caractérisé par 2 contraintes d'équilibre en fonction du déplacement.

Hystérésis macroscopique décomposable en somme d'hystérons microscopiques :

$$\bar{\sigma}(t) = \int \int_{\alpha \geq \beta} \sigma(t, \alpha, \beta) \mu(\alpha, \beta) d\alpha d\beta.$$

De l'hystérésis à l'espace PM $\mu(\alpha, \beta)$ 

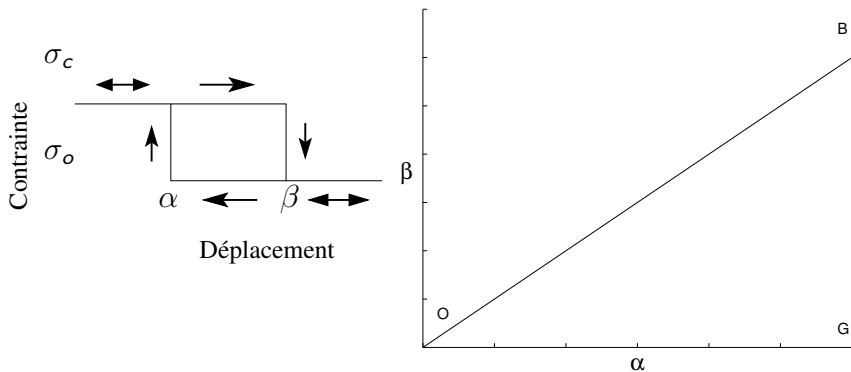
Détermination des paramètres α et β sur la courbe contrainte $\bar{\sigma}$ -déformation $\bar{\epsilon}$ en hystérésis du matériau.

$$F(\alpha, \beta) = \frac{1}{2}(f_\alpha - f_{\alpha\beta})$$

Fonction de densité
espace PM :

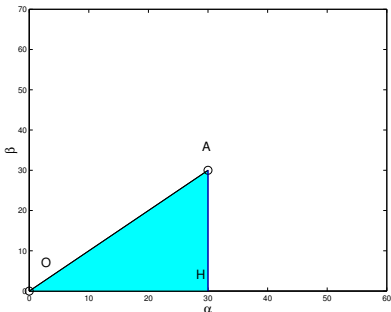
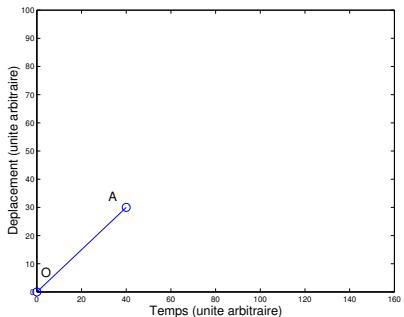
$$\mu(\alpha, \beta) = -\frac{\partial^2 F(\alpha, \beta)}{\partial \beta \partial \alpha}$$

Espace PM contient une densité d'hystérons



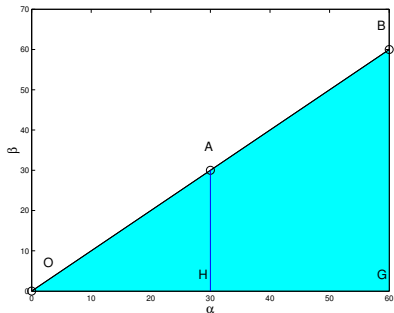
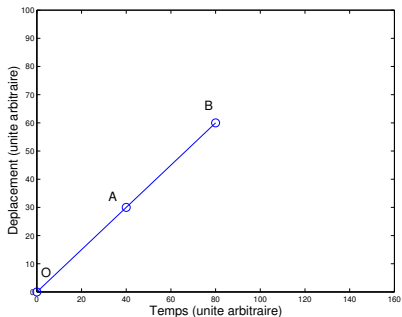
Choix d'un espace PM selon le déplacement (α, β)

Protocole de test et description de l'espace PM



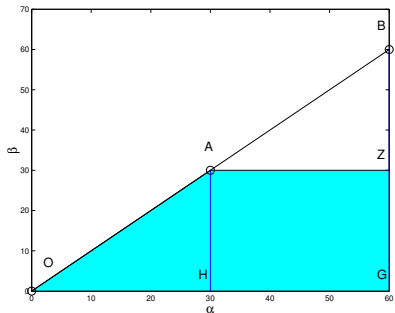
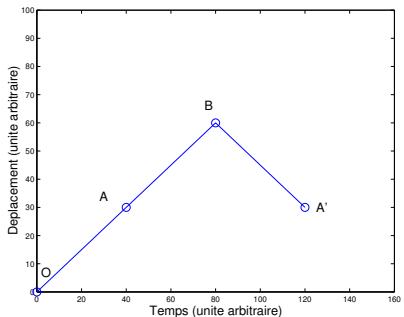
A gauche, le protocole de test en déplacement en fonction du temps. Les hystérons qui sont dans leur configuration fermée peuvent être repérés dans l'espace PM à droite.

Protocole de test et description de l'espace PM



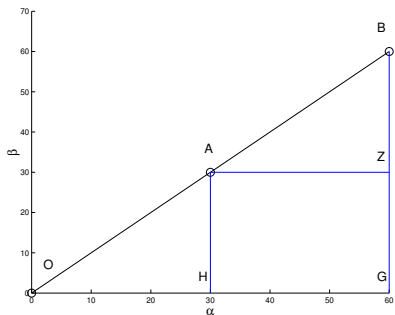
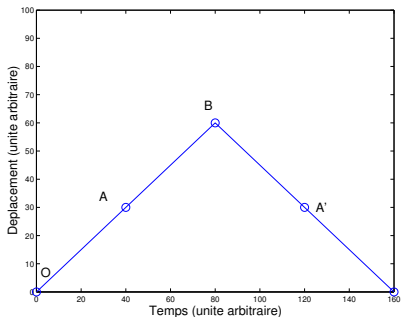
A gauche, le protocole de test en déplacement en fonction du temps. Les hystérons qui sont dans leur configuration fermée peuvent être repérés dans l'espace PM à droite.

Protocole de test et description de l'espace PM



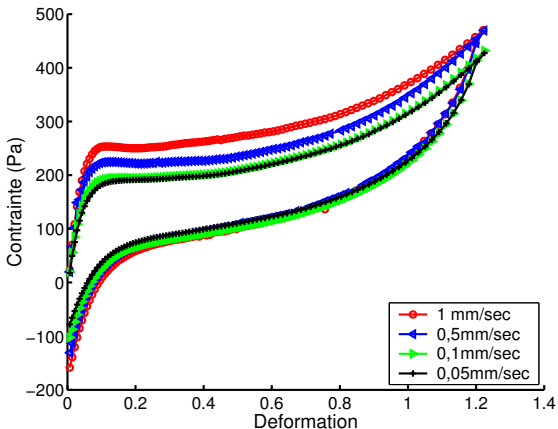
A gauche, le protocole de test en déplacement en fonction du temps. Les hystérons qui sont dans leur configuration fermée peuvent être repérés dans l'espace PM à droite.

Protocole de test et description de l'espace PM



A gauche, le protocole de test en déplacement en fonction du temps. Les hystérons qui sont dans leur configuration fermée peuvent être repérés dans l'espace PM à droite.

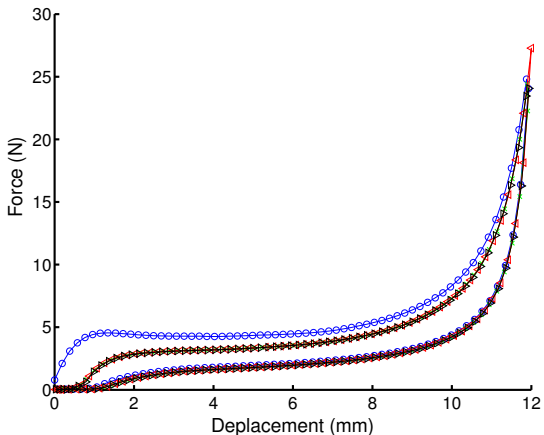
Hystérésis et vitesse de compression



Exemple de l'effet de différentes vitesses de compression sur la contrainte d'un échantillon de mousse Bulpren S20.

La vitesse expérimentale est fixée à $0,1 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$

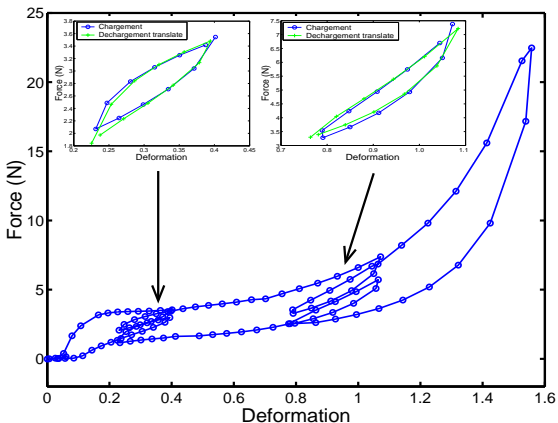
Cycles d'hystérésis et invariabilité du point final



Stabilité des quatre cycles de chargement-déchargement pour l'échantillon. Ces quatre cycles sont identiques entre-eux mais différents du premier cycle de l'expérience (○)

L'hypothèse de l'invariabilité du point final est vérifiée

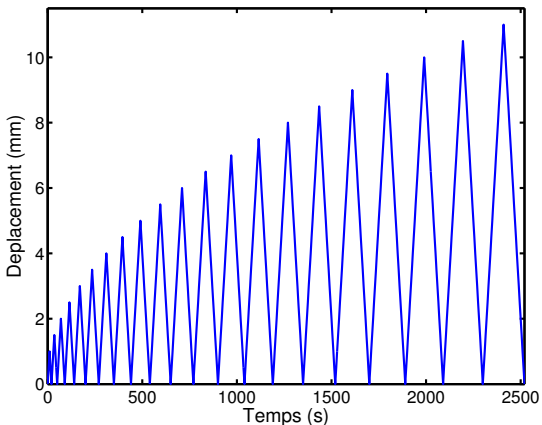
Hypothèse de congruence géométrique



Boucles d'hystérésis internes, de 3 à 5 millimètres en haut à gauche, et de 8 à 10 millimètres en haut à droite, entre le chargement (o) et le déchargement translaté verticalement (+).

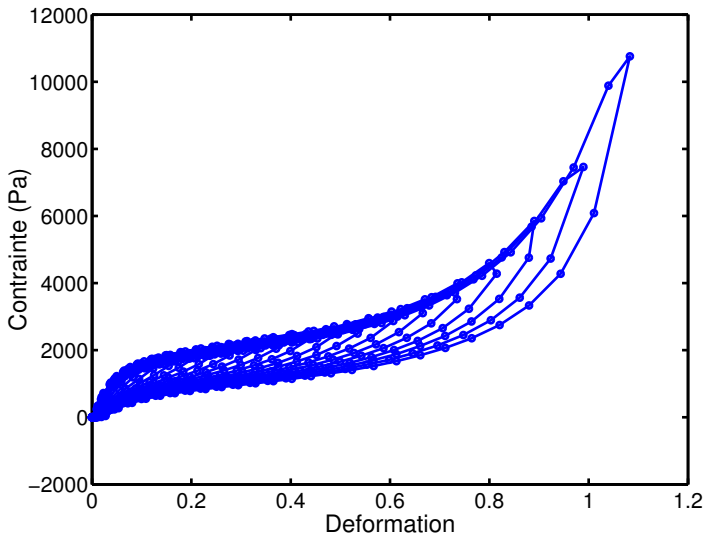
L'hypothèse de congruence géométrique est vérifiée

Protocole expérimental de test en déplacement

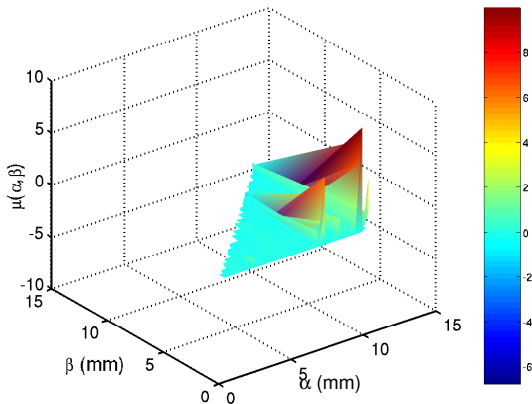


21 hystérésis d'amplitude de déplacement croissante de 1 mm à 11 millimètres de compression par étape de 0,5 mm, à la vitesse de $0,1 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$.

Mesure de chargement-déchargement sur Bulpren S90

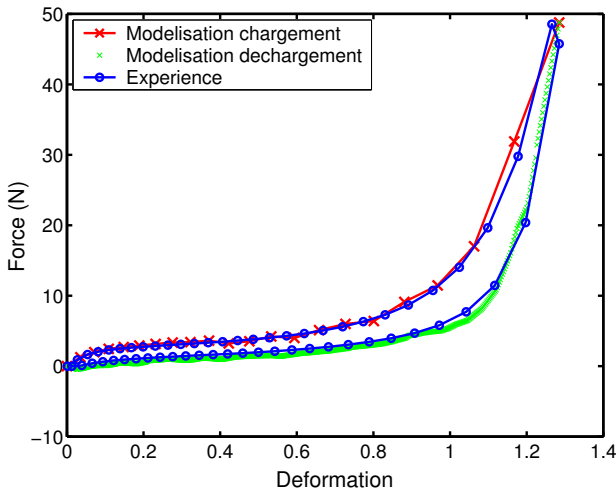


Détermination expérimentale de l'espace PM



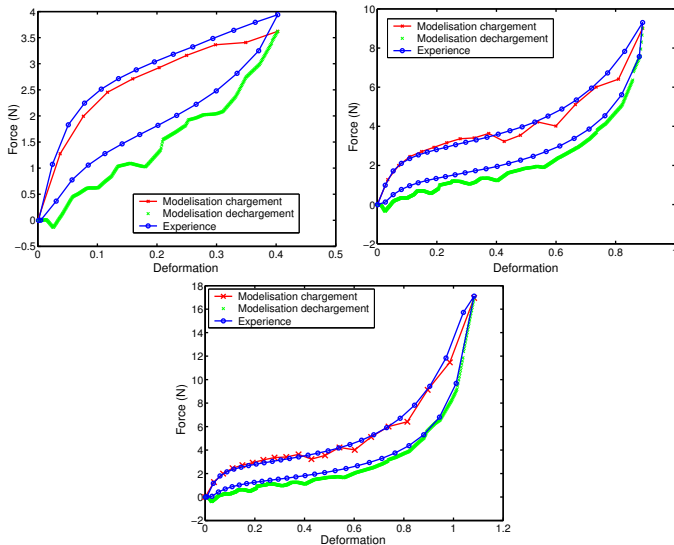
Espace PM $\mu(\alpha, \beta)$ par différence finie.

Modélisation de l'hystérésis principale



Bonne superposition entre l'hystérésis modélisée à partir de l'espace PM $\mu(\alpha, \beta)$ calculé et l'hystérésis mesurée expérimentalement.

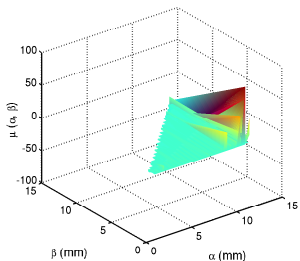
Modélisation d'hystérésis intermédiaires



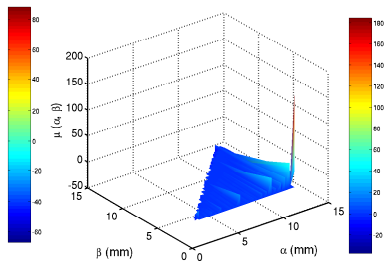
Modélisation d'hystérésis intermédiaires pour la mousse Bulpren S90.

Différents espaces PM et modélisation d'hystérésis

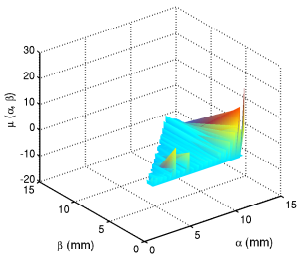
Bulpren S20



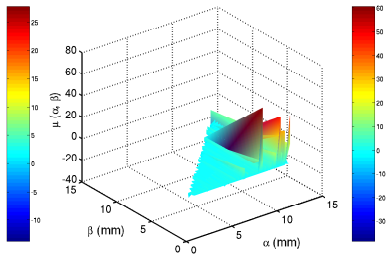
Bulpren S30



Bulpren S60



Fireflex T31



Conclusion

La théorie PKM est applicable aux mousses de polymères réticulés :

- ▶ A partir des mesures en contrainte-déformation, il est possible de déterminer la densité des hystérons dans un espace PM.
- ▶ A partir de l'espace PM, il est possible de modéliser le comportement en contrainte-déformation.

Plan de l'exposé

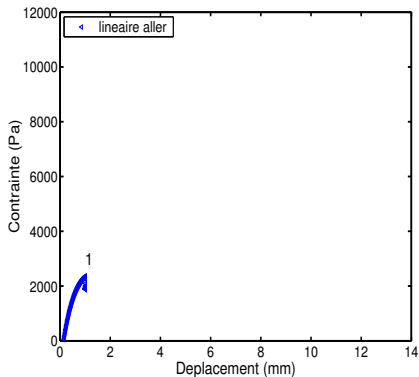
- 1 Caractérisation de la zone linéaire sur une large plage fréquentielle
- 2 Modélisation du comportement en hystérésis et à grandes déformations
- 3 Relaxation des contraintes de mousses
 - 2 types de relaxation de compression
 - Relaxation de contraintes en zone de flambement
 - Conclusion
- 4 Conclusions/Perspectives

Relaxation en compression selon zones de déformation

Etude de la relaxation pendant 600 secondes pour les différentes zones de comportement en hystérésis :

- zone linéaire (1 et 6)
- zone de flambement (2 et 5)
- zone de densification (3 et 4)

pendant le chargement aller (1 à 3)
ou le déchargement retour (4 à 6).

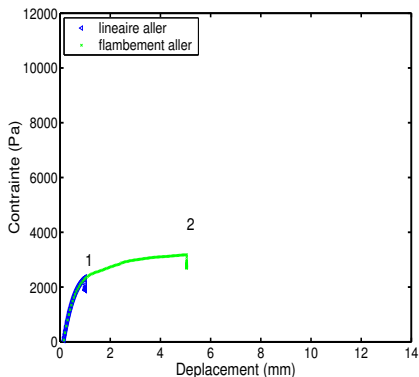


Relaxation en compression selon zones de déformation

Etude de la relaxation pendant 600 secondes pour les différentes zones de comportement en hystérésis :

- zone linéaire (1 et 6)
- zone de flambement (2 et 5)
- zone de densification (3 et 4)

pendant le chargement aller (1 à 3)
ou le déchargement retour (4 à 6).

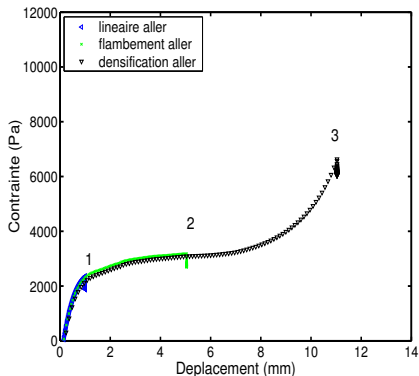


Relaxation en compression selon zones de déformation

Etude de la relaxation pendant 600 secondes pour les différentes zones de comportement en hystérésis :

- zone linéaire (1 et 6)
- zone de flambement (2 et 5)
- zone de densification (3 et 4)

pendant le chargement aller (1 à 3)
ou le déchargement retour (4 à 6).

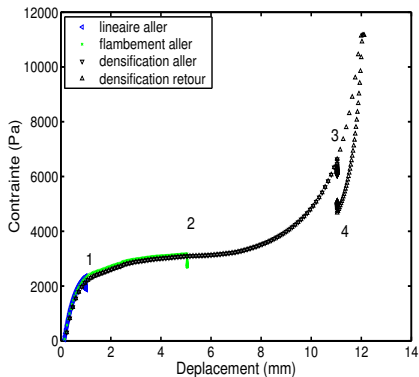


Relaxation en compression selon zones de déformation

Etude de la relaxation pendant 600 secondes pour les différentes zones de comportement en hystérésis :

- zone linéaire (1 et 6)
- zone de flambement (2 et 5)
- zone de densification (3 et 4)

pendant le chargement aller (1 à 3)
ou le déchargement retour (4 à 6).

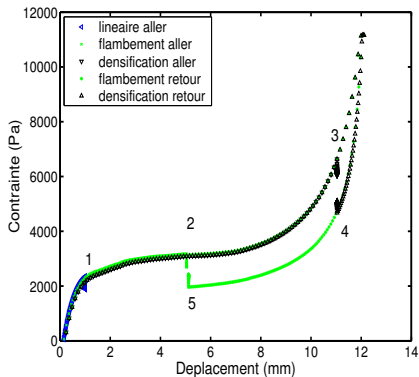


Relaxation en compression selon zones de déformation

Etude de la relaxation pendant 600 secondes pour les différentes zones de comportement en hystérésis :

- zone linéaire (1 et 6)
- zone de flambement (2 et 5)
- zone de densification (3 et 4)

pendant le chargement aller (1 à 3)
ou le déchargement retour (4 à 6).

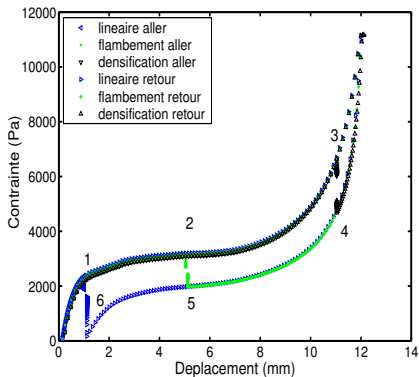


Relaxation en compression selon zones de déformation

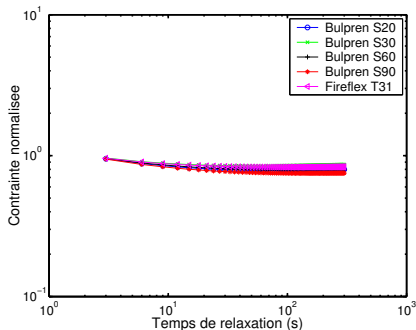
Etude de la relaxation pendant 600 secondes pour les différentes zones de comportement en hystérésis :

- zone linéaire (1 et 6)
- zone de flambement (2 et 5)
- zone de densification (3 et 4)

pendant le chargement aller (1 à 3) ou le déchargement retour (4 à 6).



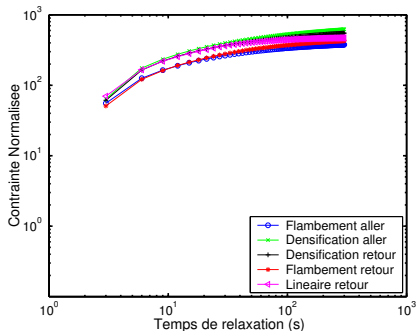
1er mécanisme



1er processus de relaxation : Zone linéaire de début de chargement, contraintes normalisées pour les 5 échantillons de différentes mousses.

5 mousses différentes mais même mécanisme de relaxation pour zone linéaire de chargement initial.

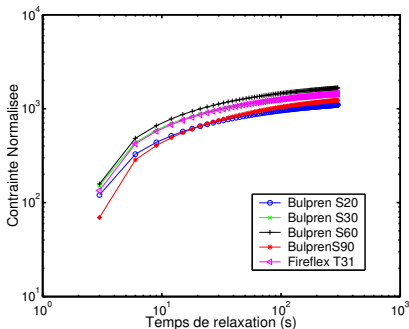
2nd mécanisme de relaxation : 5 zones de comportement



2nd mécanisme de relaxation pour 5 zones de comportement : exemple de la mousse Bulpren S20 avec contraintes normalisées.

5 zones différentes de comportement mais même 2nd mécanisme de relaxation.

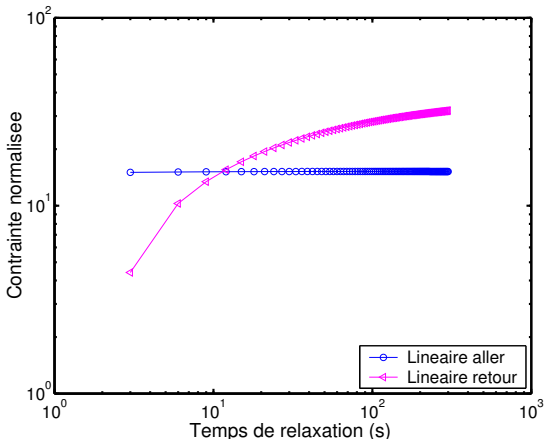
2nd mécanisme de la relaxation : 5 mousses différentes



2nd processus de relaxation : Zone linéaire de déchargement retour, contraintes normalisées pour les 5 échantillons de différentes mousses

5 mousses différentes mais même 2nd mécanisme de relaxation.

2 mécanismes différents de relaxation



Zone linéaire, chargement et déchargement, pour la mousse Bulpren S20.

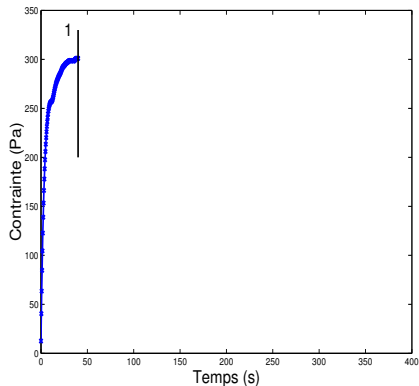
Toutes les relaxations se réduisent à 2 mécanismes :
 zone linéaire du chargement initial,
 réarrangement après flambement des poutres internes.

Relaxation de compression

Étude de la relaxation en dehors de la zone linéaire initiale : zone de flambement de chargement

Prise en compte de l'histoire par un pallier intermédiaire :

- 1 Compression à 4 mm de déplacement

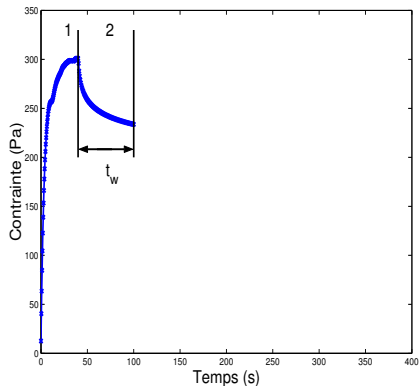


Relaxation de compression

Etude de la relaxation en dehors de la zone linéaire initiale : zone de flambement de chargement

Prise en compte de l'histoire par un palier intermédiaire :

- 1 Compression à 4 mm de déplacement
- 2 Attente $t_w = 0, 1, 2, 5, 10$ min

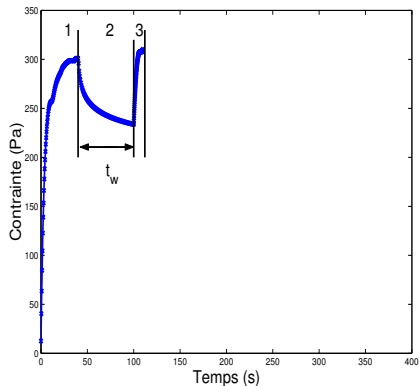


Relaxation de compression

Etude de la relaxation en dehors de la zone linéaire initiale : zone de flambement de chargement

Prise en compte de l'histoire par un palier intermédiaire :

- 1 Compression à 4 mm de déplacement
- 2 Attente $t_w = 0, 1, 2, 5, 10$ min
- 3 Compression de 4 à 5 mm de déplacement

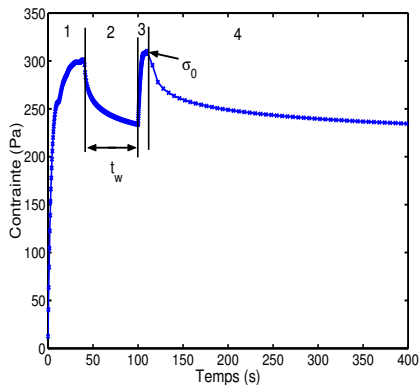


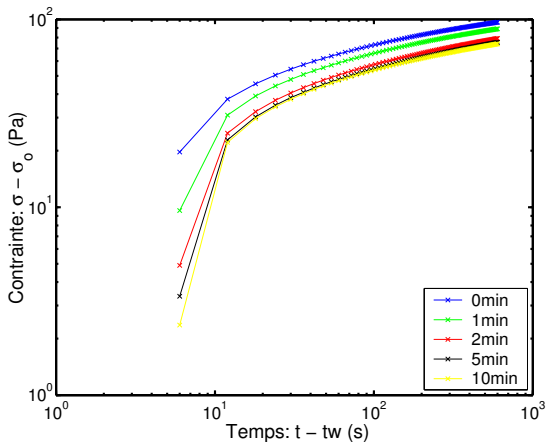
Relaxation de compression

Etude de la relaxation en dehors de la zone linéaire initiale : zone de flambement de chargement

Prise en compte de l'histoire par un pallier intermédiaire :

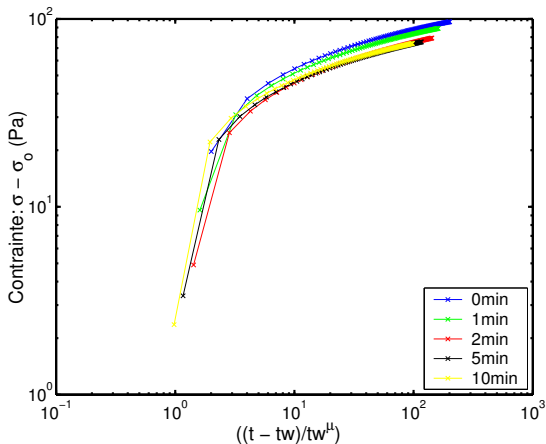
- 1 Compression à 4 mm de déplacement
- 2 Attente $t_w = 0, 1, 2, 5, 10$ min
- 3 Compression de 4 à 5 mm de déplacement
- 4 Relaxation de compression à 5 mm de déplacement



Relaxation $t - t_w$ 

Bulpren S60 Réponses en déplacement mesurées aux différents temps d'attente t_w .

Relaxation $\frac{t - t_w}{t_w^\mu}$ ($\mu = 0.28$)



Définition d'une variable de graduation μ du réarrangement topologique sous contrainte

Conclusions

- 2 mécanismes de relaxation après les différents niveaux de compression :
 - ▶ relaxation dans la zone linéaire initiale sur un échantillon dépourvu de toute contrainte,
 - ▶ relaxation hors zone initiale après flambement initial.
- Relaxation est liée au réarrangement topologique sous contrainte. Définition d'une variable de graduation μ du réarrangement topologique sous contrainte, analogue au vieillissement des systèmes mous

Conclusions/Perspectives

De nouvelles approches pour la caractérisation :

- Caractérisation de la zone linéaire sur une large plage fréquentielle (plus de 10 décades) par TTS
 - ▶ Faible portion de la mousse transmet la contrainte de cisaillement.
 - ▶ Le module G' à fréquence nulle décroît avec le diamètre des pores.

Conclusions/Perspectives

De nouvelles approches pour la caractérisation :

- Caractérisation de la zone linéaire sur une large plage fréquentielle (plus de 10 décades) par TTS
- Caractérisation du comportement en hystérésis jusqu'aux grandes déformations par PKM
 - ▶ A partir des mesures en contrainte-déformation, il est possible de déterminer la densité des hystérons dans un espace PM.
 - ▶ A partir de l'espace PM, il est possible de modéliser le comportement macroscopique en hystérésis.

Conclusions/Perspectives

De nouvelles approches pour la caractérisation :

- Caractérisation de la zone linéaire sur une large plage fréquentielle (plus de 10 décades) par TTS
- Caractérisation du comportement en hystérésis jusqu'aux grandes déformations par PKM
- Caractérisation de la relaxation des contraintes passées
 - ▶ 2 mécanismes de relaxation après les différents niveaux de compression : zone linéaire initiale ou réarrangement après flambement.
 - ▶ Relaxation lié au réarrangement topologique sous contrainte.

Conclusions/Perspectives

De nouvelles approches pour la caractérisation :

- Caractérisation de la zone linéaire sur une large plage fréquentielle (plus de 10 décades) par TTS
- Caractérisation du comportement en hystérésis jusqu'aux grandes déformations par PKM
- Caractérisation de la relaxation des contraintes passées

Merci de votre attention.