



**HAL**  
open science

## Identification de l'endommagement d'un P(olyéthylène)E(thylène)T(éréphtalate) en grandes transformations par approche inverse: influence du recyclage par transformation à l'état fondu

A. S. Caro-Bretelle, Patrick Ienny, Linda Nait-Ali, Anne Bergeret, Laurent  
Ferry

### ► To cite this version:

A. S. Caro-Bretelle, Patrick Ienny, Linda Nait-Ali, Anne Bergeret, Laurent Ferry. Identification de l'endommagement d'un P(olyéthylène)E(thylène)T(éréphtalate) en grandes transformations par approche inverse: influence du recyclage par transformation à l'état fondu. CFM 2009 - 19ème Congrès Français de Mécanique, Aug 2009, Marseille, France. hal-03391193

**HAL Id: hal-03391193**

**<https://hal.science/hal-03391193v1>**

Submitted on 21 Oct 2021

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

# Identification de l'endommagement d'un PET en grandes transformations : influence du recyclage par transformation à l'état fondu

A.S. CARO-BRETELLE<sup>a</sup>, P. IENNY<sup>a</sup>, K.L. NAIT-ALI<sup>a</sup>, A. BERGERET<sup>a</sup>, L. FERRY<sup>a</sup>

*a. Ecole des Mines d'Alès (CMGD), 6 avenue de Clavière, 30319 ALES*

## Résumé :

La recyclabilité du PET, nécessite d'étudier les effets de sa mise en œuvre sur ses performances mécaniques et notamment sur l'endommagement associé au phénomène de striction. Un protocole expérimental a été développé afin d'étudier les grandes déformations plastiques au travers d'essais de traction simple séquencés et instrumentés. La simulation d'essais à striction par la méthode des éléments finis sur la base de la mesure des champs cinématiques a permis d'identifier les paramètres de la loi de comportement relatifs à l'endommagement.

## Abstract :

*Although PET has an excellent balance of mechanical properties, there are some shortcomings that have prevented large scale use of recycled PET. In the present study the effect of recycling process on the damage behaviour is studied. The developed procedure is based on a series of uniaxial tests which are both sequenced and instrumented by displacement-mapping techniques. Hence, based on striction test, an identification procedure associating kinematic field measurements and finite element model allows assessing damage parameters of the constitutive law.*

**Mots clefs:** extensométrie optique, identification du comportement, grandes déformations, endommagement

## 1 Matériau et protocole expérimental

### 1.1 Présentation des produits

Le PET recyclé (PETR) utilisé dans cette étude est issu de paillettes de bouteilles triées, lavées, séchées et broyées avant conditionnement (société SOREPLA). Le PET vierge (PETV) est fourni par la société NOVAPET. Les principales propriétés de ces matériaux sont rassemblées dans le tableau 1. Ces PET subissent plusieurs cycles d'extrusions permettant l'étude de l'évolution de leurs propriétés en lien avec leur état de dégradation. Ainsi, par exemple, un PET recyclé extrudé 2 fois sera appelé PETR2. Le tableau 1 retrace l'évolution du taux de cristallinité et de la viscosité intrinsèque des matériaux en fonction de leur nombre d'extrusions.

	PETR2	PETR3	PETR4	PETV2	PETV4	Incertitude
Taux de cristallinité (%)	46	76	40	56	56	± 5
Viscosité intrinsèque (dL/g)	0.61	0.40	0.31	0.61	0.32	± 0.02

TAB. 1 – Principales propriétés des PET utilisés.

## 2 Techniques expérimentales

Des essais instrumentés de traction simple séquencés sont réalisés sur une presse ZWICK Z010 avec des éprouvettes altères normalisées (ISO527) et amincies latéralement en leur centre ( $r=42.5\text{mm}$ ). La vitesse de traverse est de 1 mm/min (soit une vitesse de déformation égale à  $7.8.10^{-3}/\text{min}$ ) pour l'ensemble des essais

réalisés. L'instrumentation optique de ces essais, à l'aide d'une caméra CCD de type Redlake Megaplus (1920x1080pixels), associée à la corrélation numérique d'images (CIN, logiciel CinEMA) permet d'obtenir les champs cinématiques de la surface de l'échantillon (figures 1 et 5) [1]. On note  $y$  la direction de sollicitation. L'acquisition de ces images est simultanée à l'acquisition de variables mécaniques globales telles que la force ( $F$ ) et le déplacement de la traverse en fonction du temps. Les tenseurs gradient de transformation ( $\mathbf{F}$ ) et des déformations locales sont déduits des champs de déplacements surfaciques ainsi obtenus. En considérant l'hypothèse d'isotropie transverse, hypothèse justifiée au moins avant striction compte tenu de la mise en œuvre (par injection) et de la géométrie des éprouvettes (section 10mm x 4mm), il est alors possible d'évaluer les tenseurs de Green-Lagrange plan ( $\mathbf{E}$ ), les tenseurs des déformations logarithmiques ( $\mathbf{E}_L$ ) et la dilatation volumique ( $E_{LV}$ ) définis par :

$$\mathbf{E} = 1/2 (\mathbf{F}^T \mathbf{F} - \mathbf{I}), \mathbf{E}_L = 1/2 \ln (2\mathbf{E} + \mathbf{I}) \text{ et } E_{LV} = 2E_{L,x} + E_{L,y}. \quad (1)$$

A partir de l'effort mesuré, on définit la contrainte nominale  $\sigma_N = F/S_0$  ( $S_0$  est la section initiale de l'échantillon) et la contrainte vraie  $\sigma_t = F/S = \sigma_N \exp(-2E_{L-x})$  (où  $S$  est la section réelle de l'échantillon et  $x$  est la direction orthogonale à la sollicitation) qui prend en compte la variation de section de l'éprouvette. Les figures 1 (a) et (b) représentent une sélection d'images de l'état initial (absence de chargement) à l'état strictionné pour différents taux de déformations nominales (calculés à partir des déplacements de la traverse) pour les deux types de matériaux envisagés. Ces deux matériaux présentent un phénomène de striction visible à des niveaux de chargement très faibles, même s'il apparaît de façon plus progressive pour le PETV que pour le PETR.

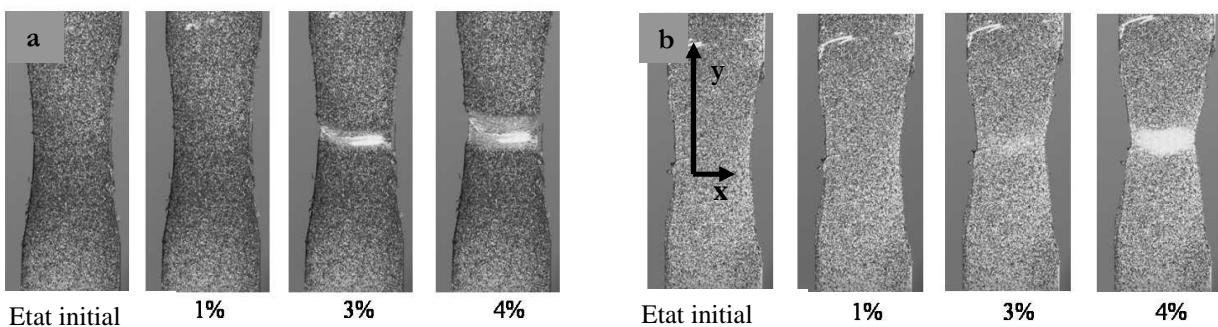


FIG. 1 – Séquences d'images acquises pour un PET recyclé (a) et vierge (b)

### 3 Analyse du comportement

#### 3.1 Approche macro-homogène

##### 3.1.1 Description phénoménologique du comportement

A partir des essais séquencés réalisés sur des éprouvettes haltères normalisées, une analyse du comportement macro-homogène est effectuée. La corrélation d'images est produite sur un ensemble de points répartis selon un maillage régulier de  $9 \times 9 \text{ mm}^2$ . Lorsque la striction n'apparaît pas dans zone de mesure optique, la comparaison de la déformation macro-homogène ainsi mesurée par corrélation d'images et la déformation déduite du déplacement de la traverse permet de détecter l'instant à partir duquel se produit la striction : un exemple est donné pour le PETR3 (figure 2a). Il s'ensuit une évaluation de la limite du domaine investi pour l'identification du comportement homogène.

L'évaluation de la dilatation volumique rend compte d'un endommagement macro-homogène important mais identique pour toutes les formulations (figure 2b).

Les courbes contraintes nominales, déformations de Lagrange (issues de la corrélation d'images) sont représentées sur la figure 3 pour l'ensemble des matériaux traités. Ces résultats témoignent d'un phénomène d'adoucissement sensible au nombre de cycles d'élaboration subi par le matériau, qu'il s'agisse du PET vierge ou du PET issu de la filière de recyclage industrielle.

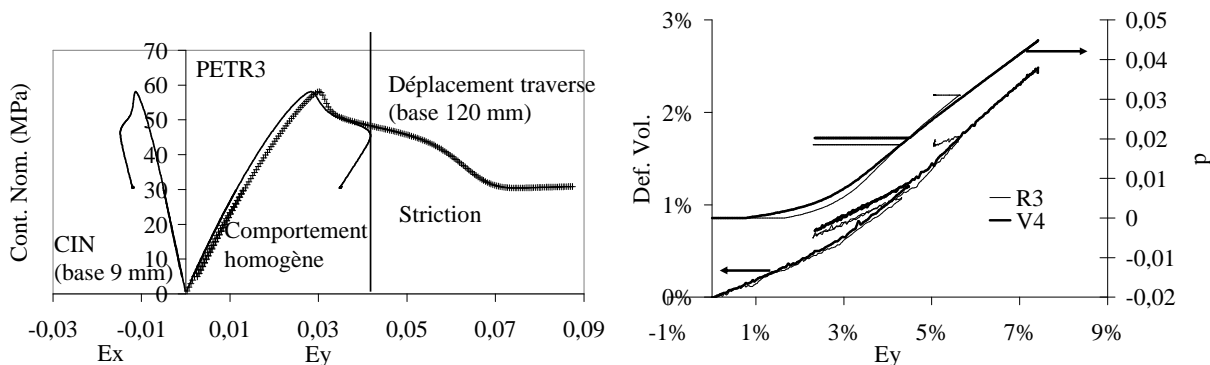


FIG. 2 – a) Localisation du point de striction (PETR3, 1mm/min), b) dilatation volumique, déformation plastique cumulée (PETR3, PETV4)

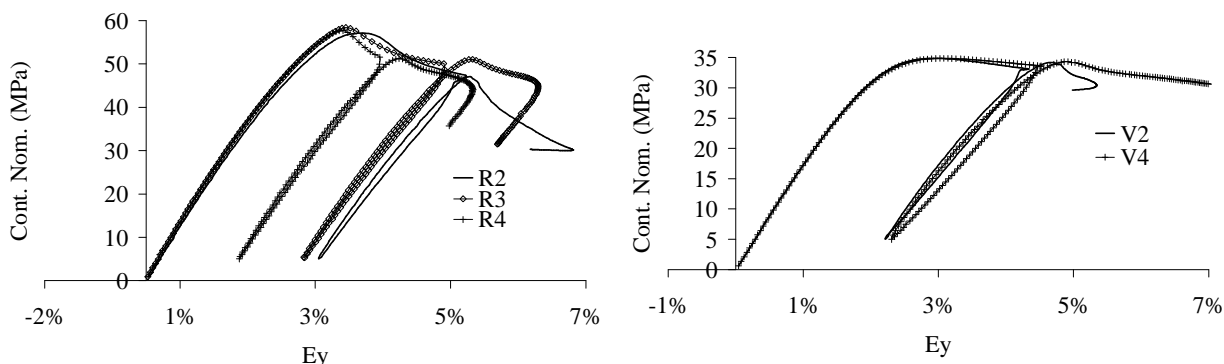


FIG. 3 – Courbes Contrainte nominale – déformations de Lagrange du comportement macro-homogène pour les PET vierges et recyclés.

### 3.1.2 Identification du comportement phénoménologique

La courbe de comportement expérimentale macrohomogène révèle classiquement une plasticité combinant un durcissement rapide et un adoucissement plus lent [2]. Les essais séquencés (opérant des cycles de chargements/déchargements) ont permis de confirmer que les processus de déformations résultent de deux phénomènes complémentaires : une déformation plastique (isochore) et une dilatation volumique (comme discuté par G'Sell dans [3]). Pour rendre compte des deux phénomènes observés, une loi de comportement élastoplastique (avec écrouissage isotrope non linéaire et critère de Von Mises) en grandes déformations est considérée en association avec un comportement élastique évolutif. Cette modélisation d'origine phénoménologique permet de traduire l'ensemble des comportements observés tels que l'adoucissement, le durcissement et l'endommagement. L'évolution des paramètres élastiques traduit la variation de volume de l'échantillon (associable à de l'endommagement) tandis que la plasticité permet de modéliser à la fois l'adoucissement du matériau et son comportement lors des phases de déchargement. Les paramètres définissant ce comportement sont  $\alpha_1, \alpha_2, m_1, m_2$  pour l'élasticité endommageable qu'active la plasticité ( $p$  définit la déformation plastique cumulée) et  $Q_1, b_1, Q_2, b_2$  pour la plasticité (voir [4])

$$E = E_0 \left[ m_1 e^{-\alpha_1 p} + m_2 e^{-\alpha_2 p} \right], \quad \nu = \nu_0 \left[ -1 + 2m_1 e^{-\alpha_1 p} + 2m_2 e^{-\alpha_2 p} \right] \quad (2)$$

$$f = \sigma_{mises} - R, \quad R = R_0 + Q_1 (1 - e^{-b_1 p}) + Q_2 (1 - e^{-b_2 p}) . \quad (3)$$

Un calcul homogène permet, à partir des déformations macroscopiques mesurées, d'obtenir un jeu de paramètre (tableau 2) permettant de respecter à la fois la variation volumique obtenue et l'évolution de la contrainte nominale (voir figure 4). Les paramètres régissant le comportement élastique sont indépendants de la formulation, puisque l'évolution de la déformation volumique et de la déformation plastique cumulée est inchangée d'un matériau à l'autre (figure 2b).

	$E_0$ (MPa)	$\nu_0$	$\alpha_1$	$\alpha_2$	$m_1$	$m_2$	$R$ (MPa)	$Q_1$ (MPa)	$b_1$	$Q_2$ (MPa)	$b_2$
<b>PETR2</b>	2485	0.38	5.3	14	0.8	0.2	42	30	350	-39	40
<b>PETR3</b>	2580	0.40	5.3	14	0.8	0.2	43	30	350	-39	40
<b>PETR4</b>	2570	0.41	5.3	14	0.8	0.2	42	30	350	-50	38
<b>PETV2</b>	1760	0.39	5.3	14	0.8	0.2	14	30	350	-18	40
<b>PETV4</b>	1750	0.40	5.3	14	0.8	0.2	13	30	350	-15	40

TAB. 2 – Caractéristiques des PET en fonction de leur nombre d’extrusions.

Conformément à la littérature, les modules d’Young suivent l’évolution des taux de cristallinité alors que les coefficients de Poisson se révèlent assez stables (tableau 1). Le résultat de cette identification du comportement macro-homogène est illustré sur la figure 4a pour le PETR3 et PETV4. Dans la figure 4b, on retrouve l’évolution des caractéristiques mécaniques (PETR2); constantes pendant les phases de déchargement et décrivant une baisse de type asymptotique en fonction de la plasticité cumulée.

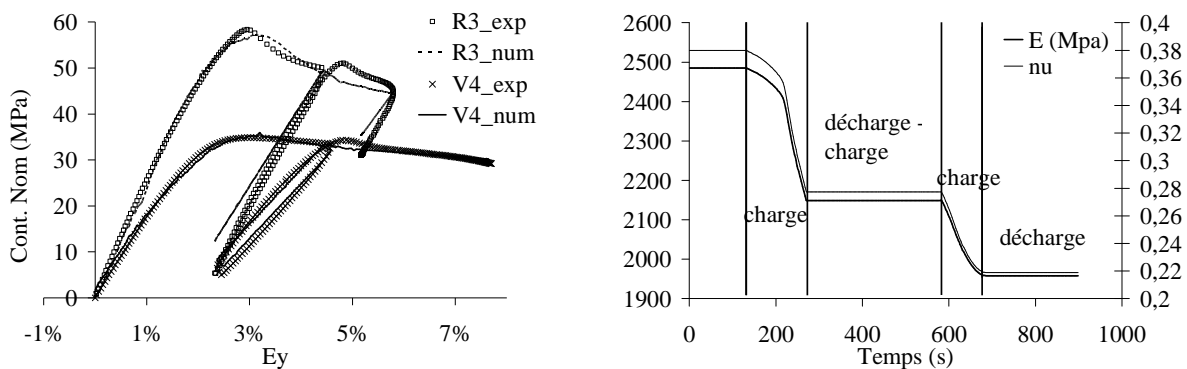


FIG. 4 – a) Identification de comportements macro-homogènes pour 2 types de formulations b) Evolution des caractéristiques mécaniques au cours du temps (Cas du PETR2)

## 3.2 Approche locale

### 3.2.1 Méthodologie

Les essais menés sur des éprouvettes amincies induisent une réponse en champ non homogène qu’accentue encore le phénomène de striction analysé. Afin de rendre compte des hétérogénéités des déformations engendrées lors de ces essais, un calcul de structure s’est avéré incontournable. L’épaisseur des échantillons ainsi que la direction de sollicitation conduisent à une hypothèse de contrainte plane pour les calculs éléments finis. Le code de calcul utilisé est ZeBulon (Ecole des Mines de Paris [5]). L’analyse de la première image enregistrée permet de définir les contours de l’échantillon sollicité. Un maillage réaliste est alors défini à partir de triangles à 7 points d’intégration (figure 5). La corrélation numérique produite à partir de ce maillage conduit aux champs de déplacements réalistes [6].

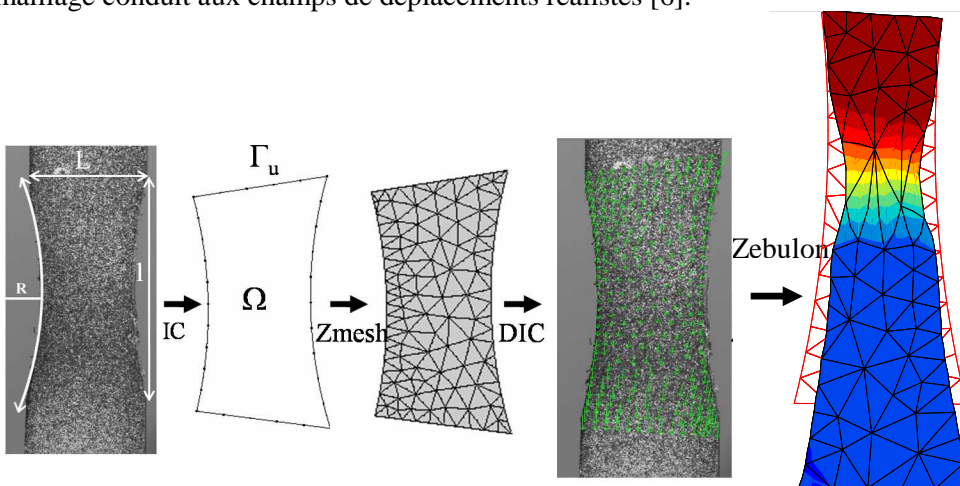


FIG. 5 – Corrélation d’images et calcul de structure

La déformation calculée en chaque élément du maillage conduit à la mesure d'une déformation moyenne pour une taille d'approximation de l'ordre du millimètre. Une description générale des maillages associés à chacune des éprouvettes simulées est reportée dans le Tableau 3.

	PETR2	PETR3	PETR4	PETV2	PETV4
Nombre de nœuds	251	265	247	179	207
Nombre d'éléments	104	114	108	74	88

TAB. 3: Description du maillage EF défini par analyse d'image sur la première image

### 3.2.2 Résultats

Des premiers calculs de structure sont menés avec les paramètres identifiés lors de l'approche macro-homogène, en imposant les déplacements plans mesurés par corrélation sur les points constituant le contour de l'éprouvette. Cette méthode d'analyse permet d'associer finement l'identification des comportements aux phénomènes de localisation, comme l'atteste l'évolution des cartographies de déformation lagrangienne calculée suivant l'axe de la sollicitation (figure 6) et l'évolution des profils des déformations lagrangiennes longitudinales selon y pour deux types de formulations (figures 7a et 7b). Aux mêmes états de chargement, le PETR2 témoigne d'une striction plus localisée mais aussi plus marquée que l'échantillon de PETV2 (figure 7).

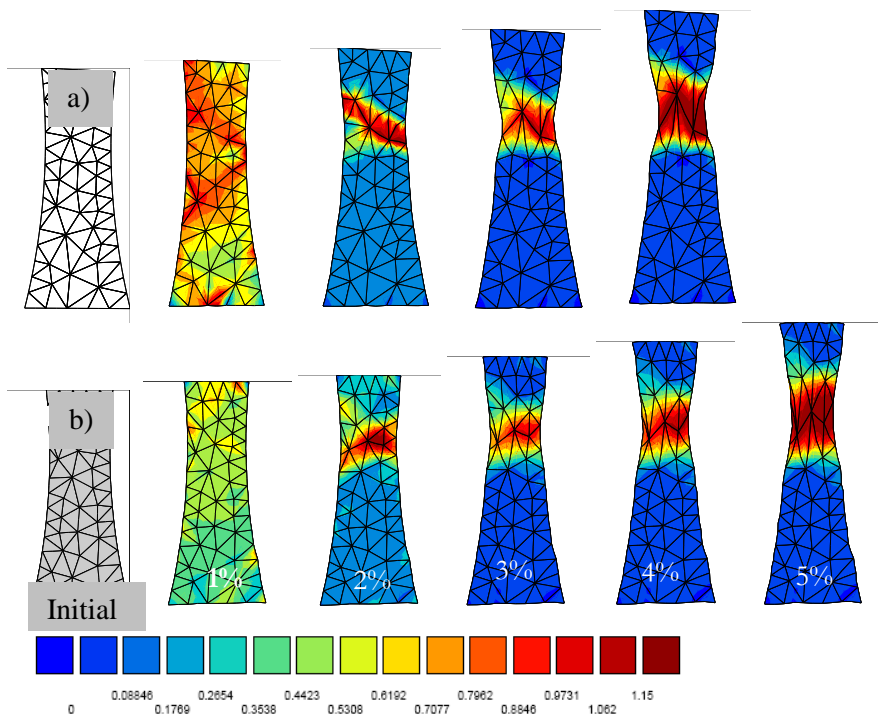


FIG 6– Champs de déformations lagrangiennes longitudinales pour différents taux de déformations nominales: a) PETR2 b) PETV2

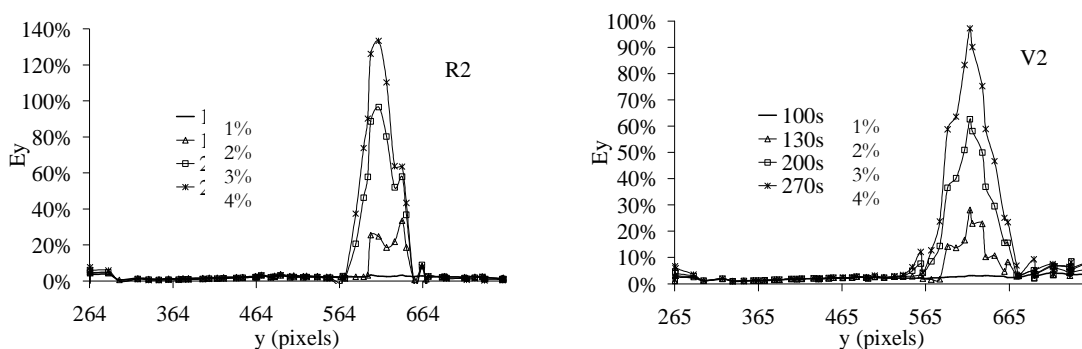


FIG 7– Profils selon y de la déformation lagrangienne longitudinale à différents taux de déformation nominale : a) PETR2 b) PETV2

Une comparaison entre l'effort mesuré et celui issu des calculs numériques permet de valider la première identification dans la phase dite de comportement homogène (soit après le seuil d'écoulement plastique) et de quantifier, l'écart de ce modèle lorsqu'apparaît le phénomène de striction, et ce pour chaque formulation testée (figure 8). On peut remarquer que si pour le matériau vierge la réponse à l'apparition de la striction ralentit le phénomène d'adoucissement, une tendance opposée semble affecter le comportement du matériau recyclé.

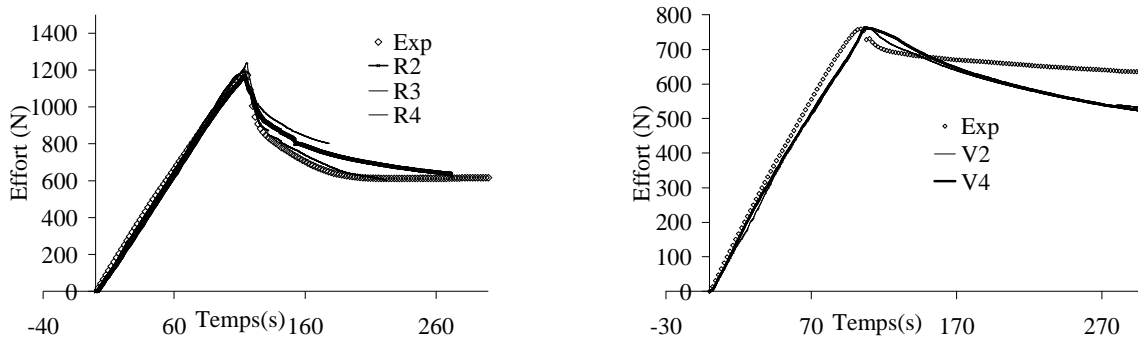


FIG. 8– Evolution de l'effort en fonction du temps : comparaison modèle EFI / expérience

## 4 Conclusion

Cette étude synthétise les travaux réalisés sur l'identification du comportement élastoplastique endommageable de polymères PET ayant subi des recyclages successifs. Le protocole expérimental est basé sur des essais de traction séquentiels permettant l'identification d'un comportement macro-homogène. A ce stade et en l'absence de phénomène de localisation lié à la striction, ces matériaux présentent un endommagement piloté par la plasticité cumulée et peu influencé par les recyclages successifs subis. Des essais à striction ont été menés sur éprouvettes amincies, conférant une réponse du matériau en champs non homogènes de déformation. L'interprétation de ces essais nécessite de produire des modélisations par éléments finis en associant la géométrie de l'éprouvette mesurée par analyse d'images et les champs de déplacement mesurés par corrélation numérique. Ces conditions réalistes de modélisation permettent d'étudier finement les conditions d'apparition du phénomène de striction et d'établir des comparaisons entre matériaux.

## Références

- [1] Laraba-Abbes F., Jenny P., Piques R., A new 'tailor-made' methodology for the mechanical behaviour analysis of rubber-like materials: I. Kinematics measurements using a digital speckle extensometry, *Polymer*, 44, 807-820, 2003.
- [2] Temimi-Maaref N., Burr A., Billon N., Damaging Processes in Polypropylene Compound: Experiment and Modeling, *Polymer Science, A*, 5, 558-567, 2008.
- [3] G'Sell C., Hiver J.M., Dahoun A., Experimental characterization of deformation damage in solid polymers under tension, and its interrelation with necking, *International Journal of Solids and Structures*, 39, 3857-3872, 2002.
- [4] Jenny P., Caro-Bretelle A.S, Nait-Ali K. L., Bergeret A., Ferry L., Etude du comportement du Polyéthylène Téréphtalate recyclé : approche volumique des effets de localisation, DEPOS, 22<sup>ème</sup> congrès sur la déformation des polymères solides, 18-20 Mars 2009, La Colle sur Loup.
- [5] Burlet H., Cailletaud G., ZéBuLoN, a Finite Element Code for Non Linear Material Behavior, *Eur. Conf. on New Advances in Computational Structural Mechanics*, Giens, 673-680, 1991.
- [6] Jenny P., Caro-Bretelle A.S., Pagnacco E., Identification from Measurements of Mechanical Fields by Finite Element Model Updating Strategies: a review, accepté en novembre 2008 à *European Journal of Computational*.