



## **Colloque**

**« Matériaux : réalités et nouvelles frontières »**

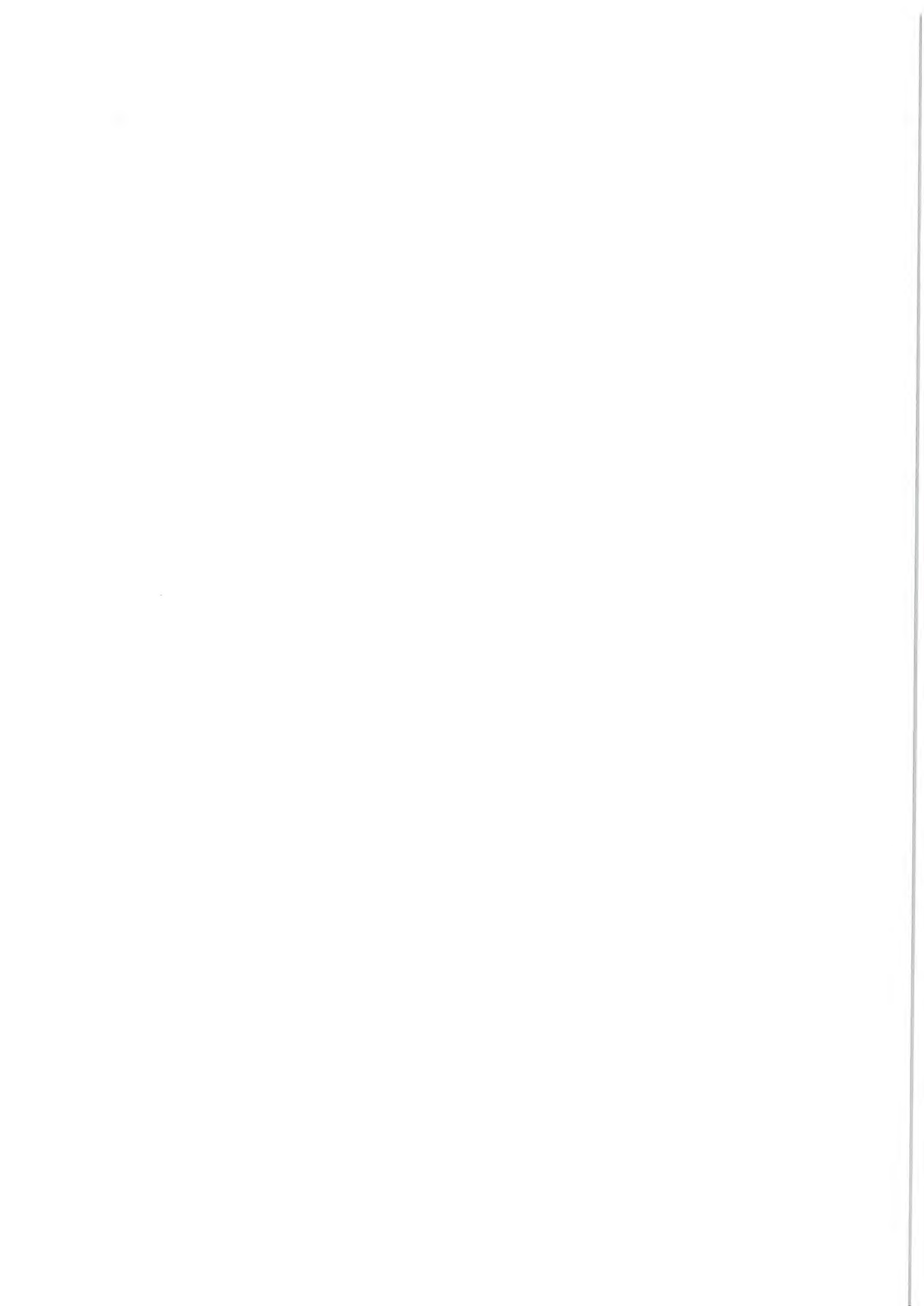
30 et 31 mars 2016

## **POSTERS**



**INSTITUT  
Mines-Télécom**

---



## POSTERS

| COMPOSITES ET MATERIAUX POLYMERES EN CONDITIONS ET SOLLICITATIONS SEVERES |  |                         |
|---|--|-------------------------|
| 1   | Vertically Aligned long Carbon NanoTube (VACNT) based Composite Materials  | Mines Albi/ICA          |
| 2   | Elaboration dynamique de composites à matrice organique - Résultats d'études liées au pilote EDyCo (plateforme MIMAUSA)  | Mines Albi/ICA          |
| 3   | Durabilité en service de matériaux composites : du suivi du vieillissement à la modélisation multiphysique   | Mines Alès/C2MA         |
| 4   | Extinctuo Plate-forme de caractérisation de la réaction au feu des polymères et composites   | Mines Alès/C2MA         |
| 5   | Computational modeling for multi-scale non-linear analysis in textile structural composites  | Mines Douai/TPCIM       |
| 6   | Evaluation non destructive multi-techniques de l'endommagement des composites et assemblages hybrides multi-matériaux  | Mines Douai/TPCIM       |
| 7   | Analyse expérimentale et numérique de l'endommagement d'un matériau composite pultrudé soumis à des conditions sévères   | Mines ParisTech         |
| 8   | Nouvelle cellule dans l'étude de la cristallisation des polymères sous-couplages thermo-barométriques  | Mines ParisTech/CEMEF   |
| 9   | On the Numerical Modeling of Fiber-reinforced Composites: Towards Industrial Applications  | Mines ParisTech/CEMEF   |
| 10  | Vers la maîtrise des procédés Hors-Autoclave pour des (Bio)-Composites structuraux   | Mines St-Etienne/SMS    |
| 11  | Détermination du comportement de films polymères pour ballons stratosphériques   | Mines Nancy/IJL         |
| 12  | Influence de la porosité sur le comportement en traction de différentes résines composites   | Mines Nancy/IJL         |
| OPPORTUNITES ET LIMITES DES ECOMATERIAUX                                  |  |                         |
| 13  | Etude des transformations microstructurales de mélanges argile/biomasse lors de la cuisson   | Mines Albi/ICA/RAPSODEE |
| 14  | Microalgae as a new source of polysaccharide based materials: dissolution and rheological behaviour in ionic liquids   | Mines Alès/C2MA         |
| 15  | Composite photocatalytic materials conceived on the macroscopic scale for environmental applications   | Mines Alès/C2MA         |
| 16  | Approche opérationnelle de la valorisation des sous-produits industriels dans des applications et matériaux du génie civil                                     | Mines Douai/GCE         |
| 17  | Elaboration et caractérisation de structures fonctionnelles à base d'amidon thermoplastique ou de protéines, adaptées aux marchés du médical ou de l'emballage | Mines Douai/TPCIM       |
| 18  | Structures alvéolaires extrudées ou injectées à base de polymères biosourcés pour applications emballage, automobile ou bâtiment                               | Mines Douai/TPCIM       |

## PROCEDES INNOVANTS DANS LES MATERIAUX MULTIPHASES ET MULTIMATERIAUX

|    |   |                      |
|----|---|----------------------|
| 19 | La Construction Laser Additive Directe (CLAD®) pour la reconstruction, la fabrication, la fonctionnalisation de surface               | IREPA                |
| 20 | Incorporation de nanoparticules de silices modifiées dans un mélange PS/PA6 : de la dispersion sélective à la décomposition thermique | Mines Alès/C2MA      |
| 21 | Impression 3D de matériaux cimentaires : de la formulation à la mise en œuvre   | Mines Douai/GCE      |
| 22 | Procédés d'assemblage de composites et multi-matériaux par soudage laser  | Mines Douai/TPCIM    |
| 23 | Traitements thermiques par micro-ondes : Quelle aventure !  | Mines St-Etienne/SMS |

## MATERIAUX ARCHITECTURES ET MAITRISE DES MICROSTRUCTURES

|    |  |                                 |
|----|--|---------------------------------|
| 24 | Fonctionnalisation de barrières thermiques sol-gel YSZ pour la mesure de température et le CDN par fluorescence          | Mines Albi/ICA                  |
| 25 | Simulation numérique du comportement élastique du béton léger avec prise en compte de la méso-structure                  | Mines Alès/C2MA                 |
| 26 | Etude de la zone d'interphase granulats calcaires poreux / pâte de ciment  | Mines Alès/C2MA                 |
| 27 | Formulation de systèmes polymères avancés à microstructure maîtrisée pour applications piézoélectriques et diélectriques | Mines Douai/TPCIM               |
| 28 | Matériau de type architecturé "aluminium-Fer" en vue d'applications tôlerie et protection / blindage CEM                 | Mines ParisTech (et ENS Cachan) |
| 29 | Les verres silicatés : des matériaux hyper-ductiles ! ... à l'échelle du micron  | Mines St-Etienne/SMS            |
| 30 | Endommagement d'alliages métalliques sous environnement agressif   | Mines St-Etienne/SMS            |
| 31 | Alliages à forte entropie (HEA) : Développement de la nuance A3S® (austenitic superstainless steel)                      | Mines St-Etienne/SMS            |
| 32 | In situ investigations of partitioning mechanisms in Q&P steels by synchrotron diffraction experiments                   | Mines Nancy/IJL                 |
| 33 | Three-dimensional bonding networks in Al13TM4  | Mines Nancy/IJL                 |

## MINIATURISATION, MICRO ET NANO-SYSTEMES

|    |   |                         |
|----|---|-------------------------|
| 34 | Control the mechanical performance of innovative materials in on-board microelectronic components designed for spatial applications | Mines Albi/ICA          |
| 35 | Micro-optiques diffractives : modélisation, conception, fabrication et applications   | Télécom Bretagne        |
| 36 | Mise en œuvre de matériaux cristaux liquides et leurs applications dans les technologies optiques                                   | Télécom Bretagne        |
| 37 | Mechanical stress analysis of bended ultra-thin silicon microchips on flexible polymer substrate                                    | Mines Saint-Etienne/CMP |
| 38 | Stretchable electronics for sensing applications  | Mines Saint-Etienne/CMP |

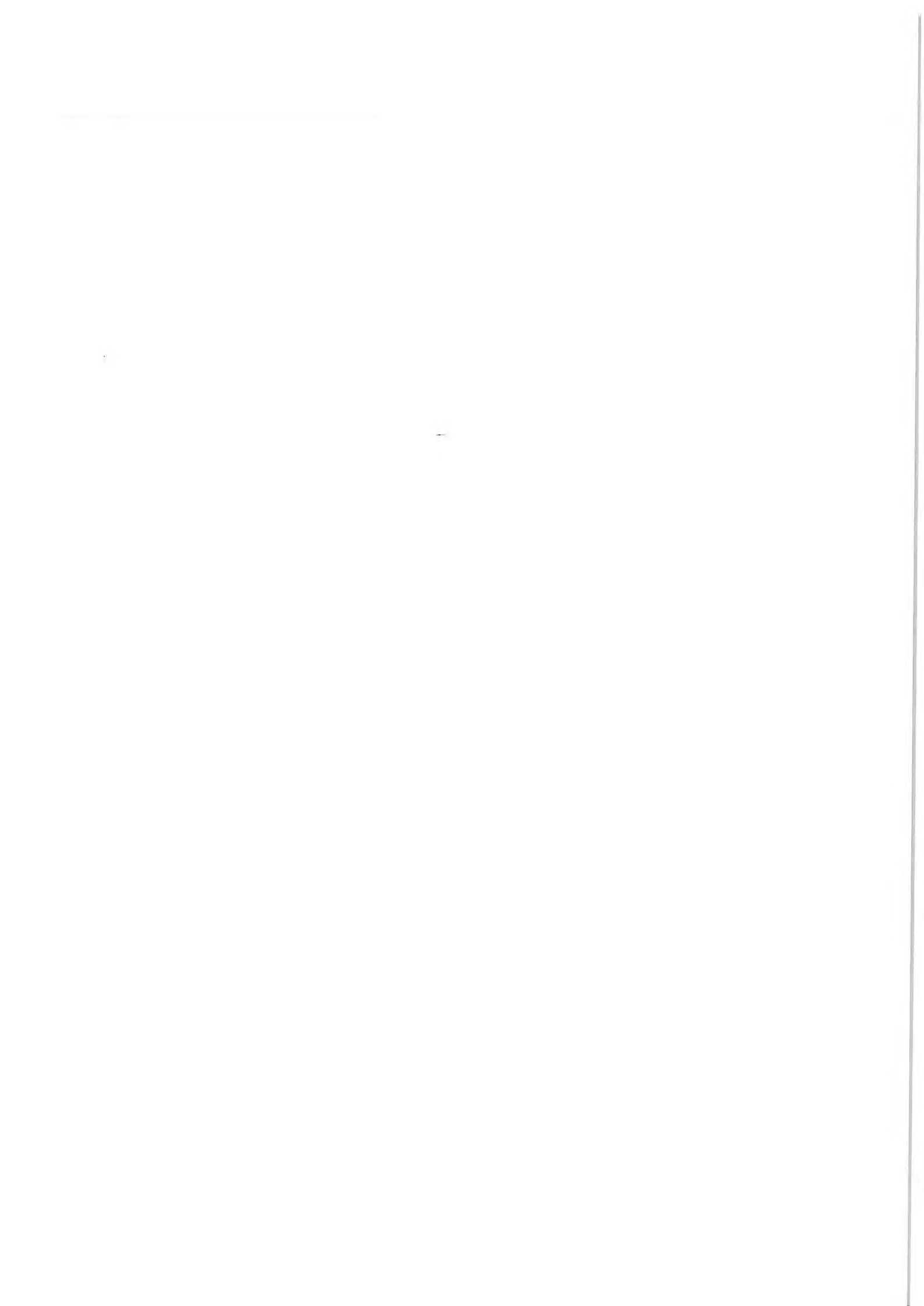
## MATERIAUX ET ASPECTS PSYCHOSensoriels

|    |  |                   |
|----|--|-------------------|
| 39 | Etude de l'évolution des propriétés sensorielles de matériaux multiples recyclés en relation avec leurs conditions de mise en forme par injection                  | Mines Alès/C2MA   |
| 40 | Vieillessement de matériaux composites renforcés de fibres naturelles : étude de l'impact sur les propriétés d'aspect et sur les émissions dans l'air intérieur    | Mines Alès/C2MA   |
| 41 | Emissions olfactives induites par les plastiques et composites : Caractérisation et remédiation par optimisation des formulations et des procédés de mise en œuvre | Mines Douai/TPCIM |



## **SOMMAIRE**

- 1. COMPOSITES ET MATERIAUX POLYMERES EN CONDITIONS ET SOLLICITATIONS SEVERES**
- 2. OPPORTUNITES ET LIMITES DES ECOMATERIAUX**
- 3. PROCEDES INNOVANTS DANS LES MATERIAUX MULTIPHASES ET MULTIMATERIAUX**
- 4. MATERIAUX ARCHITECTURES ET MAITRISE DES MICROSTRUCTURES**
- 5. MINIATURISATION, MICRO ET NANO-SYSTEMES**
- 6. MATERIAUX ET ASPECTS PSYCHOSENSORIELS**





**1. COMPOSITES ET MATERIAUX POLYMERES EN  
CONDITIONS ET SOLLICITATIONS SEVERES**





# Vertically Aligned Carbon NanoTube (VACNT) based Composite Materials

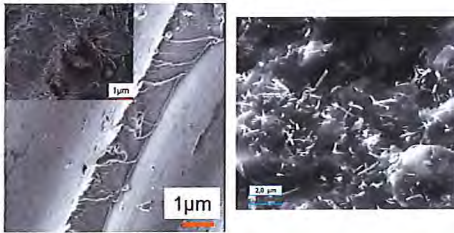


## Context and Motivations : Enhancement of CNT volume content in LCM processes

### Auteurs

BOUILLONNEC Jonathan  
CHEVALLIER Ludovic  
GOVIGNON Quentin  
OLIVIER Philippe  
BERNHART Gérard  
MAYNE-L'HERMITE Martine  
PINAULT Mathieu

Classical route via CNT dispersion into liquid resin



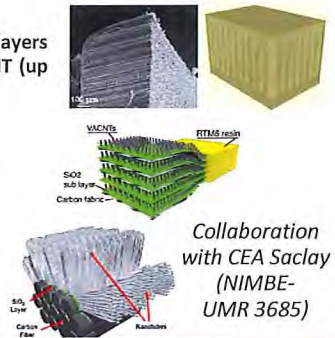
### Dispersion Route

- Limited mass fraction possibilities (< 1,0 %)
- Not compatible with liquid molding processes
- Very limited increase of electrical, mechanical and thermal properties

### Architected Route

- Oriented CNT layers for high  $\Psi_{vol. CNT}$  (up to 15-20 %);
- VACNT Carpets + UD fiber plies;
- VACNT directly grown on CF fabrics

Synthesis of VACNT carpets  $\rightarrow$  aerosol-assisted CVD technique



Collaboration with CEA Saclay (NIMBE-UMR 3685)

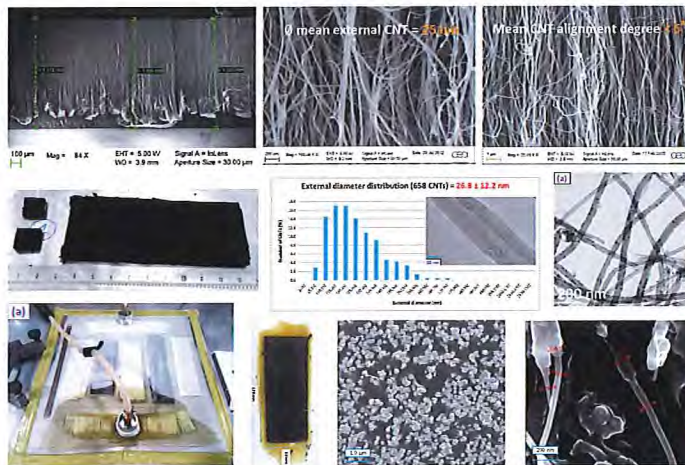
### Partenaires

PhD Ihab EL SAWI, ICA, 2009;  
PhD Jonathan BOUILLONNEC, CEA-ICA, 2015;

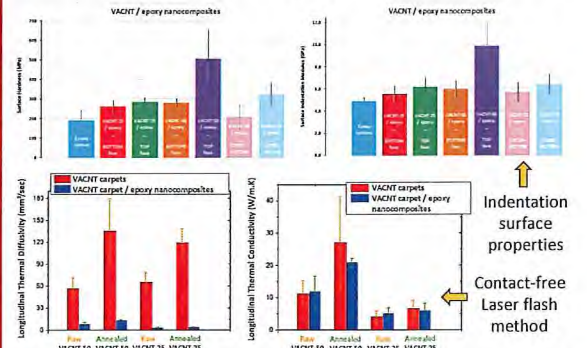


## Infused Vertically Aligned Nanotube Carpet reinforced Conductive composite Materials PhD Jonathan Bouillon nec (2011-2015) – ARCON project (Midi-Pyrénées)

VACNT carpet (1,0  $\rightarrow$  5,0 mm) and VACNT / epoxy nanocomposites morphology (0,8  $\rightarrow$  3,6 mm)

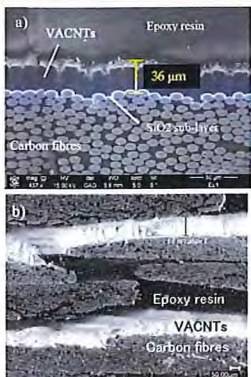


Mechanical and thermal properties of VACNT-50 and VACNT-25 / epoxy nanocomposites

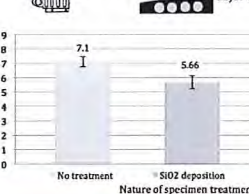
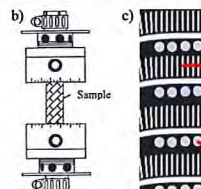
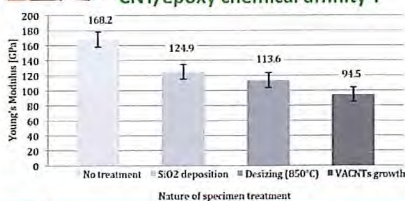


- \* Role of the VACNT volume fraction (%)  $\rightarrow$  surface and volume longitudinal mechanical properties ( $H \times 2,5$  and  $E \times 2$ );
- \* Role of both crystalline structure (annealing treatment) and VACNT volume content (%)  $\rightarrow$  longitudinal thermal properties;
- $\rightarrow$  Increase of 2 orders of magnitude: 0,2 (epoxy)  $\rightarrow$  20 W/m.K

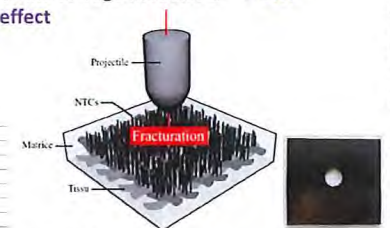
## Nanostructured composites including vertically aligned nanotubes: impact and tear resistance PhD Ludovic Chevallier (2012-2016) – IN'PACT project (DGA RAPID)



\* Bundle tensile tests on carbon filaments:  
Gradual  $\nabla$  of Young's modulus for different specimen treatments  $\rightarrow$  compaction effect inducing local voids/porosity ? Problem of CNT/epoxy chemical affinity ?



\* DMA tests on multiscale CF-CNT/RTM 6° composite samples:  
slight  $\nearrow$  of the storage modulus  $E'$   $\rightarrow$  CNT bridging effect



\* High-speed impact properties (ISAE-SUPAERO): **work under progress**

Contact [jonathan.bouillon nec@mines-albi.fr](mailto:jonathan.bouillon nec@mines-albi.fr)  
[ludovic.chevallier@mines-albi.fr](mailto:ludovic.chevallier@mines-albi.fr)

Site web [www.institut-clement-ader.org/](http://www.institut-clement-ader.org/)



# Elaboration dynamique de composites à matrice organique

## Résultats d'études liées au pilote EDyCo (plateforme MIMAUSA)



### Auteurs

Emeline Bessard  
Olivier De Almeida  
Gérard Bernhart

### Partenaires

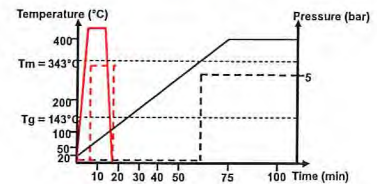
Projet FUI INMAT2  
porté par Airbus



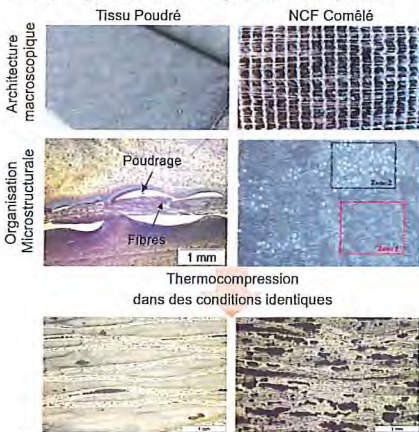
## ÉLABORATION DE COMPOSITES STRUCTURAUX À MATRICE THERMOPLASTIQUE PAR THERMOCOMPRESSION DYNAMIQUE

Travaux de Thèse d'E. Bessard (Thèse INPT - ED MEGeP)

- **Problématique** : Maîtriser les conditions de mise en œuvre rapide durant des cycles thermiques sévères pour le PEEK

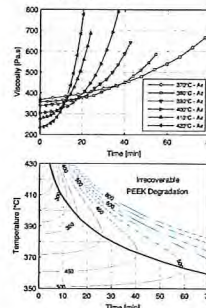


- Imprégnation de semi-produits composites

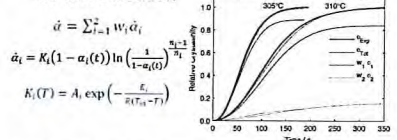


Le bénéfice du comelage pour l'imprégnation est perdu en raison de la dégradation initiale du PEEK dans le NCF comélé

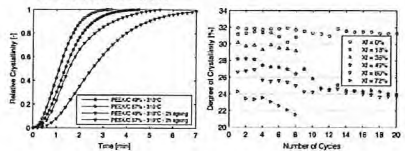
- Effet de la dégradation sur la viscosité



- Modélisation de la cinétique de cristallisation



- Effet de la Dégradation et du carbone sur la cristallisation



### Auteurs

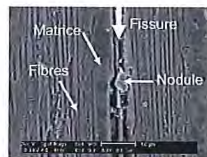
Christophe Paris  
Gérard Bernhart  
Philippe Olivier

## ÉTUDE ET MODÉLISATION DE LA POLYMÉRISATION DYNAMIQUE DE COMPOSITES À MATRICE THERMODURCISSABLE

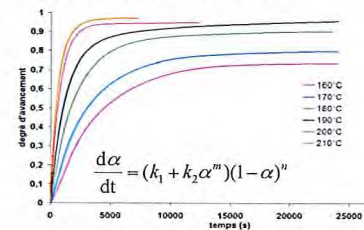
Travaux de thèse de C. Paris (Thèse INPT - ED MEGeP)

- **Problématiques** :

- Modéliser la réticulation du système Epoxy-Amine de la M21 en présence de polyamides pouvant réagir avec l'époxy
- Proposer des cycles rapides permettant de conserver les nodules de thermoplastique présents dans la résine



- Caractérisation de la cinétique de réticulation par calorimétrie (DSC) et Modélisation avec un modèle de Kamal et Sourou



### Plateforme MIMAUSA

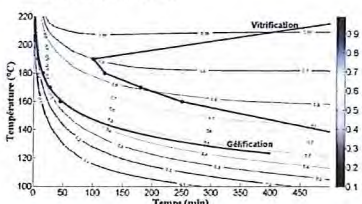


### Pilote EDyCO

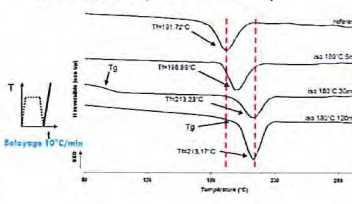


Pilote EDyCo  
(Elaboration Dynamique de Composites Organiques)

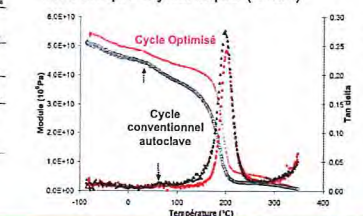
- Constitution des diagrammes TTT de la résine M21



- Etude des conditions de préservation des nodules (Effet de recuit)



- Proposition de cycles de réticulation optimisés et Validation par Analyse Mécanique Dynamique (DMA)



Contact [olivier.dealmeida@mines-albi.fr](mailto:olivier.dealmeida@mines-albi.fr)

Site web [www.institut-clement-ader.org](http://www.institut-clement-ader.org)

## Auteurs

G. Apolinario Testoni<sup>1</sup>,  
P. Lenny<sup>1\*</sup>, S. Corn<sup>1</sup>,  
R. Léger<sup>1</sup>, A. Bergeret<sup>1</sup>,  
J.M. Haudin<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Centre des Matériaux des Mines d'Alès (C2MA-EMA) – 6 avenue de Clavières – 30319 Alès

<sup>2</sup>Centre de Mise en Forme des Matériaux (CEMEF-ENSMP) – 1 rue Claude Daunesse – CS 10207 – 06904 Sophia Antipolis

## Problématique

En fonctionnement, les matériaux sont généralement soumis à des sollicitations mécaniques (traction alternée, fatigue, chocs) couplées à des sollicitations environnementales (humidité, eau, température...) qui peuvent entraîner une détérioration de leurs propriétés mécaniques.

Ces travaux visent à évaluer expérimentalement et numériquement la durabilité de matériaux composites renforcés par des fibres naturelles pour des cas de couplage multiphysiques.

## Méthodes de caractérisation

### Morphologie



- ✓ Structure multi-échelle
- ✓ Taux de renfort intramèche 46%
- ✓ 34% fibres unit., 12% faisceaux
- ✓ Diamètre de Féret
- ✓ Facteur de forme

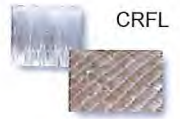
## Partenaires



## Matériaux

**Matrice:** Polyester insaturé.  
**Renforts:** UD de verre (Chomarat)  
UD de lin (FRD)

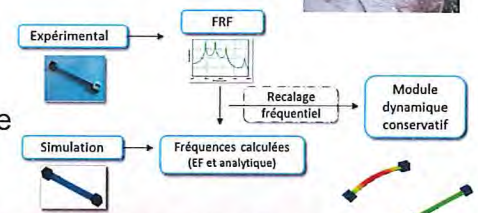
CRFV



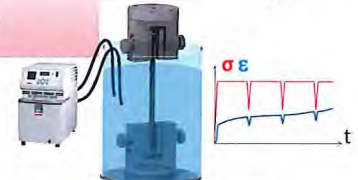
La méthode d'infusion sous vide a été choisie pour fabriquer les éprouvettes.



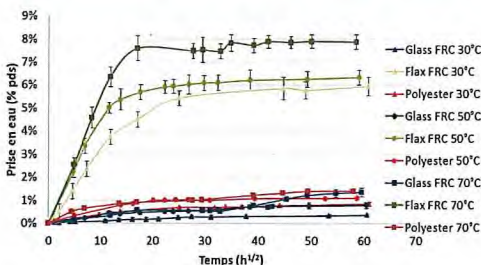
## Mécanique



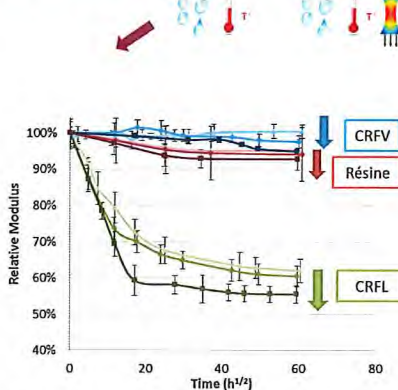
- ✓ Caractérisation par analyse vibratoire :  $E_{dyn}$  et  $\xi$  (taux d'amortissement)
- ✓ Fluage en immersion



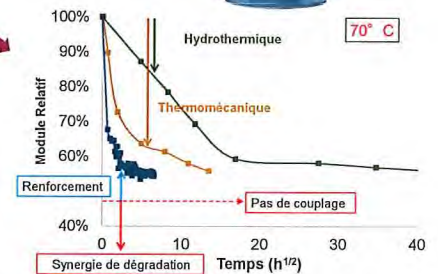
## Vieillesissement (6 mois dans l'eau à 30, 50 et 70° C) HT / HTM



- ✓ Absorption importante CRFL : caractère hydrophile du lin + microfissures dues au gonflement du lin [1]
- ✓ Absorption faible CRFV : caractère hydrophobe du verre
- ✓ Effet accélérateur de la  $T^\circ$

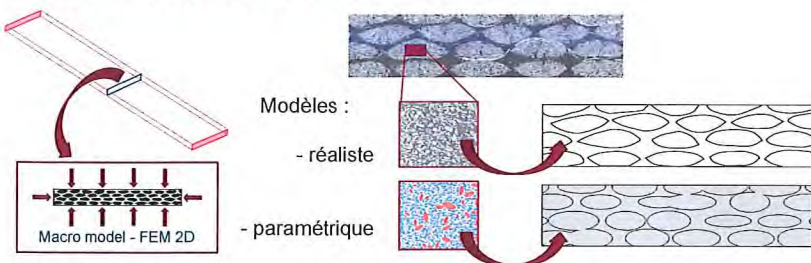


- ✓ Chute du module CRFL : plastification des fibres de lin



- ✓ Effet des sollicitations mécaniques > effet de l'eau (à 70° C)
- ✓ Phénomène de renforcement :  
→ Réalignement des microfibrilles de cellulose [2]  
→ Cristallisation de la cellulose [3]

## Modélisation de la diffusion



Modèle géométrique 2D  
Loi de Fick

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D \left( \frac{\partial^2 C}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 C}{\partial y^2} \right)$$

Sensibilité aux paramètres morphologiques :

- Taux volumique de renforts
- Orientation
- Taille des objets
- Distance inter-fibres
- Facteur d'élancement

## Perspectives

Mise en place d'un modèle prédictif de dégradation du comportement mécanique de composites soumis à un vieillissement hydro-thermo-mécanique :

- Développement d'essais de vieillissement accéléré couplé,
- Comportement diffusif 3D de type multiphasique (Langmuir, ...) et amélioration de la description morphologique (modèle statistiquement probable),
- Comportement évolutif des constituants (plastification, endommagement, gonflement,...).

[1] Regazzi A. et al, *Industrial Crops and Products* 84 (2016) 358-365  
[2] Liang S. et al, *Materials and Design* 67 (2015) 344-353  
[3] Placet V. et al, *Journal of Material Science* 47 (202) 3435-3446



# EXTINGUO

## Plateforme de caractérisation de la réaction au feu des polymères et composites



### Auteurs

Laurent FERRY  
 Rodolphe SONNIER  
 Loïc DUMAZERT  
 Claire LONGUET  
 Belkacem OTAZAGHINE  
 Laurent APRIN  
 José-Marie LOPEZ CUESTA

L'utilisation des polymères et des composites à matrice polymère s'est considérablement accrue ces dernières années dans des secteurs tels que les transports (ferroviaire, aéronautique, maritime), le bâtiment, les équipements électriques et électroniques. Dans ces domaines d'activité, la sécurité incendie est une contrainte majeure qui nécessite une maîtrise de plus en plus exigeante de la réaction et de la résistance au feu des matériaux utilisés, ainsi que des produits de dégradation générés lors de la combustion (effluents gazeux et particulaires). Elle requiert également le développement de nouveaux additifs retardateurs de flamme performants permettant la protection des matériaux. La plateforme EXTINGUO rassemble des équipements de deux centres de recherche de l'Ecole des Mines d'Alès permettant une caractérisation du comportement au feu des matériaux composites à différentes échelles.

## MESURE DES PERFORMANCES DE RÉACTION AU FEU

### RÉACTION AU FEU

En sécurité incendie, la réaction au feu décrit la façon dont un matériau va se comporter en tant que combustible. C'est une propriété importante qui constitue une contrainte sévère du cahier des charges pour l'utilisation des matériaux dans des secteurs d'application comme le bâtiment, les transports (ferroviaire, aérien, maritime), les équipements électriques et électroniques ou encore l'ameublement...

La réaction au feu se caractérise par un ensemble de paramètres tels que l'inflammabilité et l'auto-extinguibilité des matériaux, le débit calorifique de la réaction de combustion, la quantité de fumées produites, leur opacité, leur toxicité, la production de gouttes enflammées...

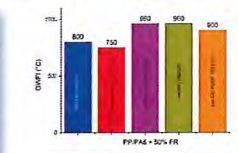
En fonction des applications, différents tests de réaction au feu sont utilisés. Ces tests reproduisent des scénarios se rapprochant des situations réelles d'incendie.



#### Tests au feu

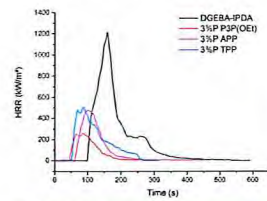
- Cone calorimètre (ISO 5660)
- LOI (ISO 4589)
- ILOI (vertical)
- Fil incandescent (IEC-60335-1)
- Eprouvetteur (NF-P-92505)
- Test à la petite flamme (ISO 11925-2)
- Bombe calorimétrique (ISO 1716)

Exemple 1: synergie charges minérales/composés phosphorés

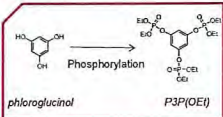


Classement au test au fil incandescent de formulation PPI/PAs ignifugés

Exemple 2: nouveaux RF biosourcés



Performances comparées du RF biosourcé P3P(OE), du polyphosphate d'ammonium (APP) et du triphényl phosphate (TPP) dans une résine époxy



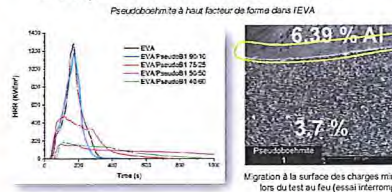
## COMPRÉHENSION DES MODES D'ACTION DES RETARDATEURS DE FLAMME

### RETARDATEURS DE FLAMME

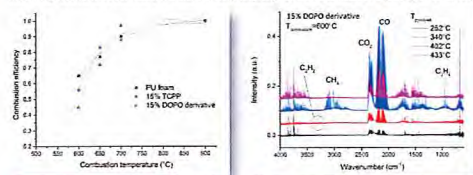
Les retardateurs de flamme (RF) sont des additifs qui améliorent la réaction au feu des polymères. Ces produits perturbent le triangle du feu et modifient le processus de combustion. Selon leur composition, ils peuvent agir en phase gazeuse (dilution, inhibition de flamme) ou en phase condensée (dilution, effet endothermique, effet barrière...). Un système RF est souvent composé de plusieurs composés que l'on associe de façon à obtenir des effets synergiques.

La compréhension des modes d'action des RF se fait en étudiant les produits de décomposition des polymères et les produits de la combustion, en analysant la structure et la composition des résidus de combustion.

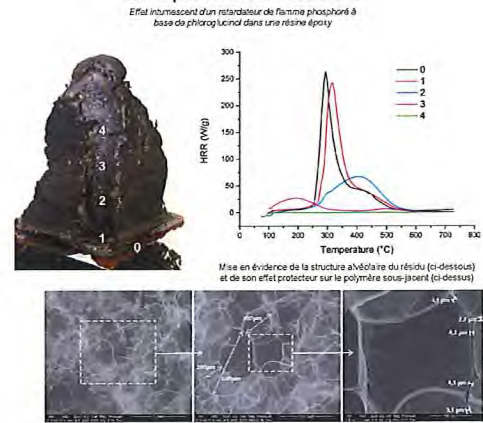
Exemple 1: Couche barrière minérale



Exemple 3: Inhibition de flamme



Exemple 2: Intumescence



#### Outils analytiques

- ATG/FTIR
- PCFC/FTIR
- Py-GC/MS
- MEB-EDX
- WAXS
- Diffusivité thermique

## DE L'ÉCHELLE MATIÈRE À LA GRANDE ÉCHELLE

### EFFET D'ÉCHELLE

Un feu est un phénomène extrêmement complexe qui implique un ensemble de processus chimiques et physiques. Ces processus agissent à des échelles et dans des conditions différentes. Ainsi la taille de l'échantillon, sa géométrie, son orientation, les conditions de ventilation sont autant de paramètres qui affectent la combustion.

Pour appréhender correctement le comportement au feu et développer des produits performants, il est indispensable d'adopter une approche multi-échelle et développer une métrologie adaptée.

La plateforme EXTINGUO dispose d'équipements permettant l'étude d'échantillons de quelques milligrammes à quelques centaines de grammes, dans des conditions simulant des scénarios d'incendie différents. Par ailleurs des tests instrumentés originaux ont été développés pour répondre aux besoins spécifiques de certaines problématiques industrielles.

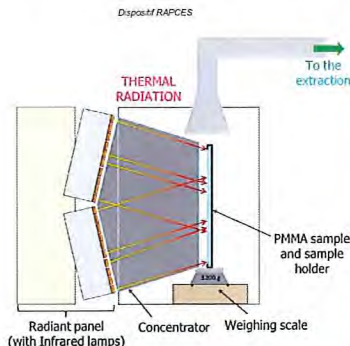
Exemple 1: Instrumentation du test sur câble EN 50399



Mesure de température le long d'un câble grâce à une caméra thermique



Exemple 2: Développement d'un dispositif permettant de tester des échantillons de grande taille



Essai au feu sur un échantillon de PMMA de 70 cm x 70 cm



#### Instrumentation

- Caméra thermique
- Pyromètre IR
- Fluxmètre



# Computational modeling for multi-scale non-linear analysis in textile structural composites



## Auteurs

D. Vasiukov  
Y. Liu  
P. Le Grogneq  
S. Panier

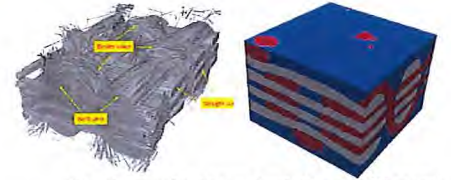
**MINES DOUAI**  
Département Technologie des  
Polymères et Composites &  
Ingénierie Mécanique (TPCIM),  
941 rue Charles Bourseul,  
59508 DOUAI

## Context

### Applications of 3D textile composites



## Architectures



"real" geometry (reconstructed from  $\mu$ -CT scans)

## Advantages

### Mechanical performance:

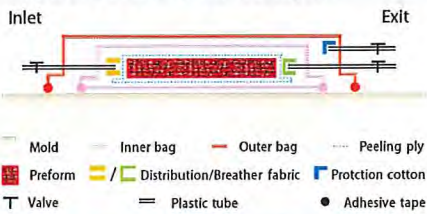
- Higher delamination resistance,
- More extraordinary multi-directional load bearing capacity, and
- Better anti-impact performance.

### Economical performance :

- Lower labor time and
- Less material waste.

## Experiments

### Vacuum infusion technique



Schematic illustration of the vacuum assisted resin infusion

### Mechanical test set-up



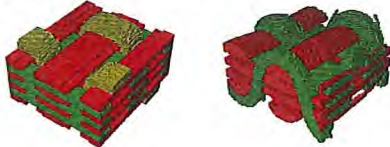
Tensile tests with Digital Image Correlation (DIC) for strain measurements

### Fiber volume fraction determination

- **Optical microscope observations** for local fiber volume fractions estimation in yarns.
- **$\mu$ -CT scan measurements** were used as competitive technique for geometrical measurements.
- Total fiber volume fraction is determined from *burn-off* test.

## Numerical modeling

Geometry: *Parametric design*  $\mu$ -CT reconstruction  
BCs: *Periodic* *Kinematical Uniform*



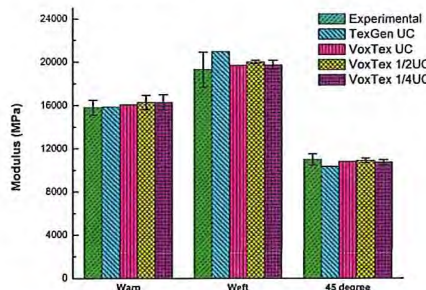
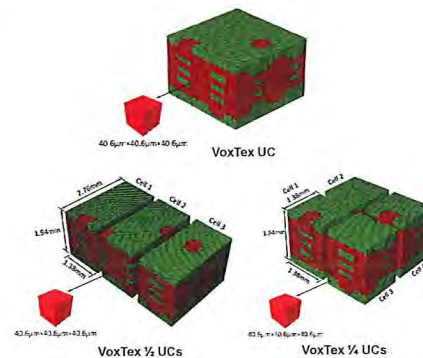
|                      | TexGen UC model |                 | VoxTex UC model |                 |
|----------------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|
| Warp                 | $V_f=28.96\%$   | $V_{fY}=75.7\%$ | $V_f=27.37\%$   | $V_{fY}=75.7\%$ |
| Blinder              | $V_f=12.15\%$   | $V_{fY}=56.7\%$ |                 |                 |
| Straight             | $V_f=15.16\%$   | $V_{fY}=75.7\%$ | $V_f=28.02\%$   | $V_{fY}=69.9\%$ |
| Total $V_f$          | 56.27%          | /               | 55.39%          | /               |
| Total $V_f$ (40.29%) | 40.31%          |                 | 40.30%          |                 |

Averaging method: *Volume Averaging*  
Loading: *Predefined strains*

### Material modeling:

- 1) **Elastic:** combination of an isotropic polymer resin with orthotropic glass fiber yarn, yarn's properties evaluated using analytical homogenization model (Chamis' model).
- 2) **Non-linear modeling:** development and implementation of isotropic and anisotropic damage models for resin and composite yarn respectively.

## Results



## Conclusions

- Complete methodology from fabrication to a numerical model was described for 3D textile composites.
- The voxel models reconstructed based upon  $\mu$ -CT scans show excellent agreement with experimental measurements.
- Non-linear material models were developed within the framework of continuous damage mechanics.

## Acknowledgement

The work is partially financed by CSC (China Scholarship Council).

## References

- [1] Mouritz AP, Bannister MK, Falzon PJ, Leong KH. Review of applications for advanced three-dimensional fibre textile composites. *Compos Part A*. 1999;30:1445-61.
- [2] Straumit I, Lomov SV, Wevers M. Quantification of the internal structure and automatic generation of voxel models of textile composites from X-ray computed tomography data. *Compos Part A*. 2014;69:150-8.
- [3] Wang XF, Wang XW, Zhou GM, Zhou CW. Multi-scale analyses of 3D woven composite base on periodicity boundary conditions. *J Compos Mater* 2007;41:1773-88.



# Evaluation non-destructive multi-techniques de l'endommagement des composites et assemblages hybrides multi-matériaux



## Auteurs

Dr. Salim CHAKI<sup>1</sup>  
 Walid HARIZI<sup>1</sup>  
 Pierre DUCHENE<sup>1</sup>  
 Dr. Gérard BOURSE<sup>1</sup>  
 Pr. Patricia KRAWCZAK<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Mines Douai, Département Technologie des Polymères et Composites & Ingénierie Mécanique (TPCIM)  
 941 rue Charles Bourseul, 59508 Douai, France

Pr. Mohamed OURAK<sup>2</sup>

<sup>2</sup> UVHC, IEMN-DOAE, 59313 Valenciennes, France

## Remerciements aux Financeurs

Thèse DGA de P.Duchène:



Projet OP2M:



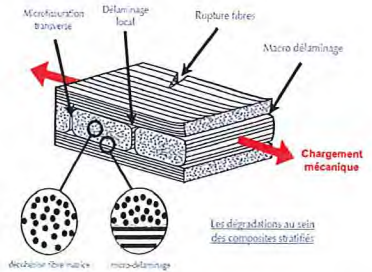
IndustriLAB

Leader industriel

STELIA

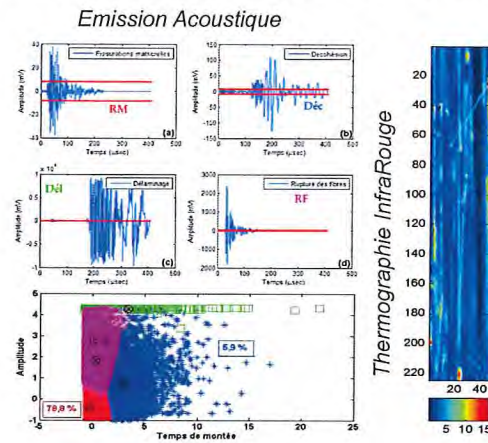
## Endommagement des composites

- Phénomène interne, multi-sources (rupture de la matrice, des fibres et des interfaces), multi-échelles (micro, méso, macro), hétérogène et anisotrope.
- Phénomène complexe exigeant une caractérisation non destructive multi-techniques pour améliorer son diagnostic.

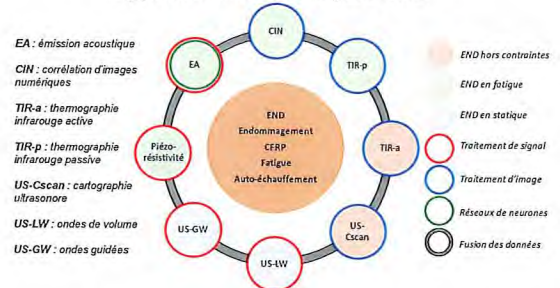


## Evaluation non-destructive multi-techniques

➢ Application aux composites à renfort carbone (Thèse DGA de P.Duchène 2015-18) ou verre (Thèse W.Harizi 2012)



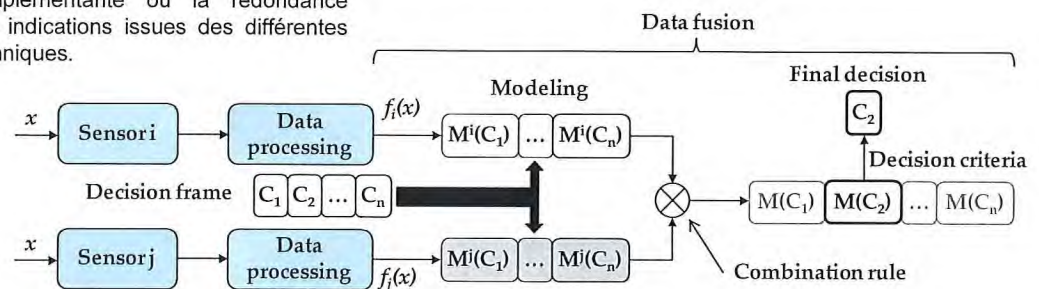
## Approche multi-techniques CND



- Emission acoustique: méthode globale permettant la détection, la localisation et l'identification des mécanismes d'endommagement évolutifs.
- Thermographie infrarouge: méthode surfacique, technique d'imagerie et sans contact, exploitée sous deux formes « passive » et « active ».
- Approche multi-techniques CND: caractérisation plus complète et plus sûre.

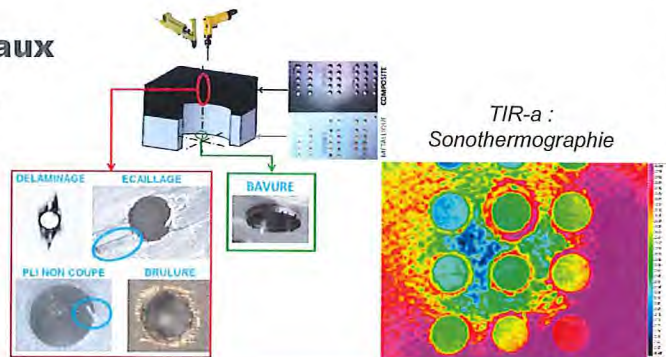
## Fusion de données

- Méthode de traitement des données permettant de mettre en valeur la complémentarité ou la redondance des indications issues des différentes techniques.



## Assemblages multi-matériaux

- Type d'assemblage largement répandu dans l'industrie (aéro, auto ...).
- Perçage multi-matériaux générant des défauts pouvant altérer la qualité des assemblages et leur durée de vie.
- Caractérisation en fatigue des assemblages (rivetage, boulonnage) par une approche multi-techniques CND.
- Projet OP2M piloté par STELIA Aerospace





## Parties prenantes



## Auteurs

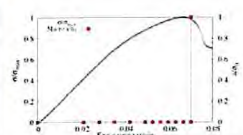
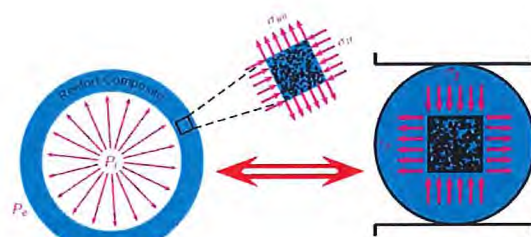
Lucien LAIRINANDRASANA  
Sébastien JOANNES  
Henri Alexandre CAYZAC  
Thilo F. MORGENEYER

## Partenaires



## CONTEXTE

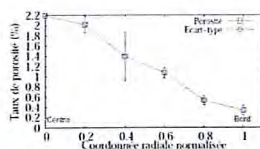
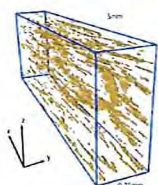
- Renforcement des structures (canalisations)
- Liner en polymère massif
- Renfort extérieur : enroulement de bande en composite pultrudé
- Matrice PA6 – Renfort fibre de verre continue UD (taux de fibre élevé > 65%)
- Chargement : pression interne en fluage ou en fatigue
- Etat de contrainte biaxial dans le matériau (épaisseur du tube)



## EXPERIMENTAL : ESSAI BRÉSILIEN

Résultats à l'échelle macroscopique

- Compression transverse d'un jonc ( $\phi_0=7\text{cm}$ ) en composite pultrudé (état de contrainte biaxial)
- Courbe Force – déplacement
- Rupture « fragile » du jonc parallèle à la direction de compression



Répartition des macropores

Microstructure initiale par  $\mu\text{CT}$

- Variabilité de la microstructure : diamètre, répartition des fibres.
- Présence de deux populations de pores (macropores allongées et micropores sphériques) due à la mise en oeuvre



Macroscopique

Microscopique

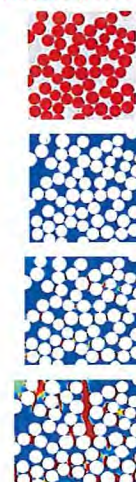
Résultats à l'échelle microscopique: essais ex-situ  $\mu\text{CT}$

- Croissance des cavités dans la matrice confinée (distance inter-fibre minimale)
- Bonne tenue de l'interface fibre-matrice
- Amorçage de fissure dans la matrice confinée entre deux fibres parallèles à la direction de compression: fibres s'écartant à cause de la contrainte de traction, maximale au centre et milieu du jonc
- Propagation « ductile » de fissure dans la matrice parallèlement à la direction de compression : diamétrale et longitudinale

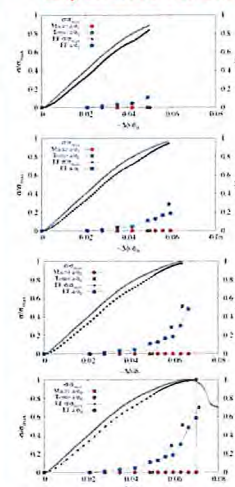
## MODELISATION EF

- Maillage de la microstructure avec un VER choisi par méthode statistique
- Comportement de la matrice : élasto-visco-plastique poreux (prise en compte de la croissance de cavité)
- Erosion d'éléments atteignant une porosité critique
- Simulation des mécanismes d'amorçage et de propagation des fissures
- Extension pertinente sous chargement de fluage

## Isovaleurs porosité



## Expérience vs. Simulation



## Parties prenantes



## Auteurs

BOYER Séverine A.E.  
HAUDIN Jean-Marc  
MINES ParisTech  
PSL – Research University  
CEMEF, CNRS UMR 7635  
Sophia Antipolis, France

## Remerciements



## Références

- S.A.E. Boyer, F.E.J. Fournier, Ch.-A. Gandin, J.-M. Haudin, *Rev. Sci. Instrum.*, **85**, 013906-1, 029902-1 (2014)
- J.-M. Haudin, J.-L. Chenot, *Int. Polym. Process.*, **19**, 267 (2004)
- S.A.E. Boyer, J.-P.E. Grolier, H. Yoshida, J.-M. Haudin, J.-L. Chenot, *Thermodynamics*, Intech Press, Ch.23, 641 (2011)

## Contexte & Objectif

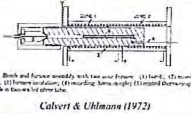
Comportement *in-situ* des polymères aux échelles fines de la microstructure dans les conditions sévères et couplées de mise en forme/d'endommagement

- Actions pluridisciplinaires: développement de poutres expérimentales. Identification d'indicateurs de sollicitations (*pression & température*) à une échelle (*sphérolite [1]*)
- Couplage & Discrimination des indicateurs de sollicitations sur la genèse de morphologies. Processus de cristallisation (*germination, fréquence d'activation, croissance [2] & morphologies [3]*)

### Un historique aux multiples facettes

**Cellules "Simples"**

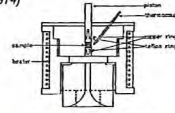
- ✓ Wunderlich et al. (1961,1964)
- ✓ Rees and Bassett (1968,1969)
- ✓ Calvert and Uhlmann (1970,1972)
- ✓ Kazmierczak et al. (2005)



Calvert & Uhlmann (1972)

**Dilatométrie**

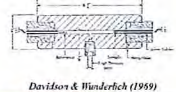
- ✓ Matsuoka (1960), Martin & Mandelkern (1963)
- ✓ Kardos et al. (1965), Kyotani & Kanetsuna (1974)
- ✓ Hoehn et al. (1978), Eckel et al. (1981)
- ✓ He & Zoller (1994)
- ✓ Angeloz et al. (2000)
- ✓ La Carrubba et al. (2002)
- ✓ Van Der Beek et al. (2005)
- ✓ Eder et al. (2011)



Kyotani & Kanetsuna (1974)

**Analyse thermique différentielle**

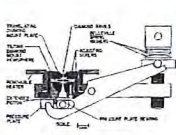
- ✓ Davidson & Wunderlich (1969)
- ✓ Yasuniwa et al. (1973)
- ✓ Sawada & Nose (1979)



Davidson & Wunderlich (1969)

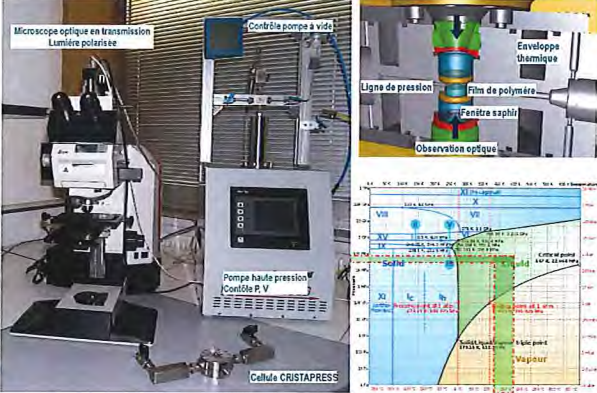
**Cellule diamant + mesures *in-situ***

- ✓ Yasuniwa et al. X-ray (1976), Hsu IR (1980)
- ✓ Bassett et al. (1974) (Barnett et al. (1973)) X-ray, Opt.
- ✓ Hikosaka et al. X-ray, Opt. (1981,1982)
- ✓ Tseng and Phillips SALS, DLI (1985)
- ✓ Mezghani & Phillips Opt. (1997)
- ✓ Rastogi et al. Opt. (1991,2000)




Barnett et al. (1973)

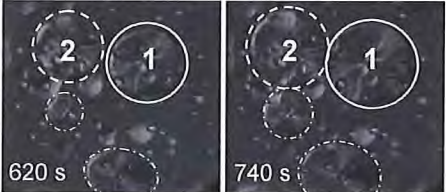
## Cellule CRISTAPRESS, Croissance de Morphologies sous Pression



300 ° C, 200 MPa, Lumière polarisée



350 s      470 s



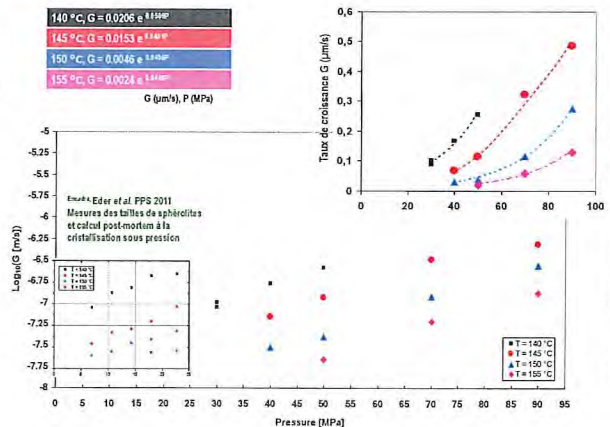
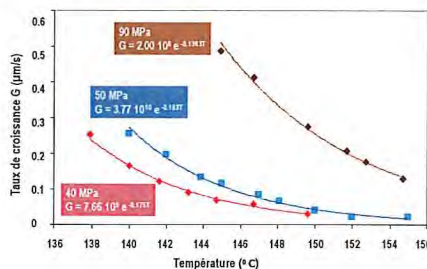
620 s      740 s

polypropylène, 140 ° C, 30 MPa

## Discrimination, température & pression

Cristallisation sous pression  
Quels mécanismes – Quelles lois ?

- Avrami (Germination instantanée, Croissance 3D)
- Hoffman (Régimes de croissance)



## stakeholders



## Process and Industrial Application

### Fiber Reinforced Composites: SMC

- Motivation: Possible ways to reduce CO2 emission.
- Automotive: 10% weight reduction compared to all-aluminium design.
- Produce structural parts using fiber reinforced polymer composites: « Ultra Light » or « High Performance »
- SMC (Sheet Moulding Compound) process:  
4 Steps: Flat pattern insertion, Filling, Curing, Ejection.



## Authors

Patrice Laure  
Luis Fernando Salazar Betancourt



## Rheological Behaviour of SMC under Compression

- Homogenisation: fiber and matrix are seen as a single phase
- Model of planar isotropy: fiber orientation perpendicular to vector  $n$
- Anisotropic compressible Stokes equations coupled with thermo-kinetic equations [Dumont *et al.*, 2003],[Boyer *et al.*, 2007]
- Viscous stress Tensor:  $\underline{\underline{\sigma}} = \alpha_0 \eta_{eq} \left[ \underline{\underline{D}} + \alpha_1 \left( \underline{\underline{M}} : \underline{\underline{D}} \right) \cdot \underline{\underline{M}} + \frac{1}{2} \alpha_2 \left( \underline{\underline{M}} \cdot \underline{\underline{D}} + \underline{\underline{D}} \cdot \underline{\underline{M}} \right) \right]$

$$\alpha_0 \eta_{eq} \left[ \underline{\underline{D}} + \alpha_1 \left( \underline{\underline{M}} : \underline{\underline{D}} \right) \cdot \underline{\underline{M}} + \frac{1}{2} \alpha_2 \left( \underline{\underline{M}} \cdot \underline{\underline{D}} + \underline{\underline{D}} \cdot \underline{\underline{M}} \right) \right]$$

Micro-tomographies before molding

- $\alpha_0, \alpha_1, \alpha_2$  depend on fiber fraction,  $\eta_{eq}$  follows a power law,  $M = n \otimes n$



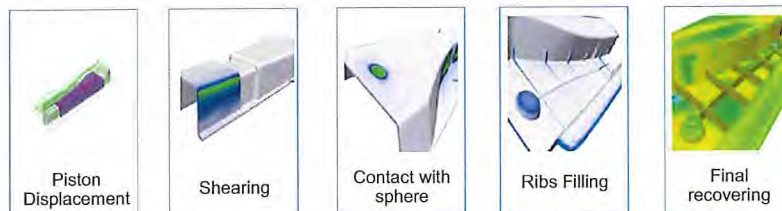
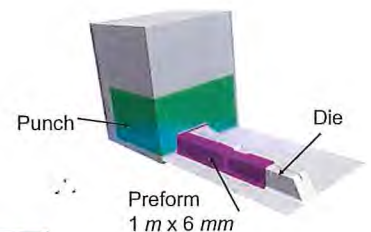
## Partners



## Numerical Simulations

### Finite Element Library fully parallelized

- Immersed methods and mesh adaptation.
- Interface tracking and mass conservation.
- Friction against wall, Penalty method for Boundary Conditions.

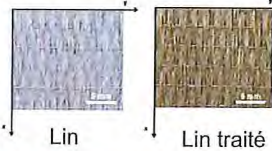
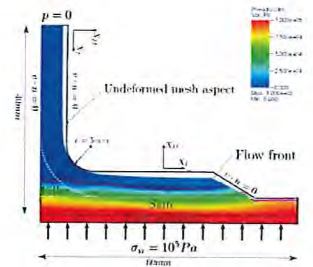
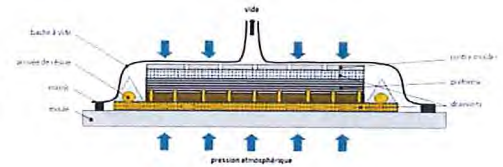


## Parties prenantes



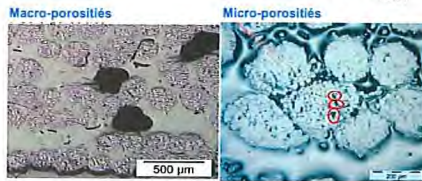
## PROCEDES HORS-AUTOCLAVE

- Procédés hors autoclave (infusion) pour nouvelle génération de renforts pétro-sourcés ou bio-sourcé.
- Adapté aux pièces de grandes dimensions et de formes complexes.
- Difficulté à prédire la santé matière (porosités, zones sèches...) et la dimension finale des pièces (tolérance, propriétés mécaniques).
- Comprendre, maîtriser, simuler le procédé de fabrication en vue d'optimiser les temps de cycles et répondre aux exigences en termes de dimensions et santé matière.
- Nécessité de développer des modèles numériques robustes pour la simulation de ces procédés (Chaire HEXCEL débutée en 2015).



## Auteurs

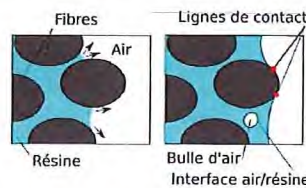
Liotier Pierre-Jacques  
Nicolas Moulin  
Julien Bruchon  
Sylvain Drapier



## EFFETS CAPILLAIRES

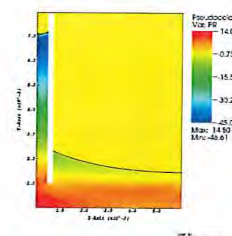
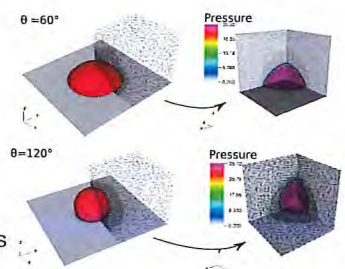
- Mécanisme de formation de porosités et flux mésoscopique influencé par les effets capillaires dans des milieux fibreux.
- Définition classique de la perméabilité inopérante à ces échelles.
- Nécessité de prise en compte de pressions capillaires équivalentes (problème de définition de saut de pression, orthotropie...).
- Nécessité de redéfinition de la perméabilité insaturée.
- Effets de la chimie de surface et de la morphologie des arrangements fibreux (+ modification de la morphologie au cours du mouillage pour les fibres naturelles : gonflement, rétraction...).

## Partenaires

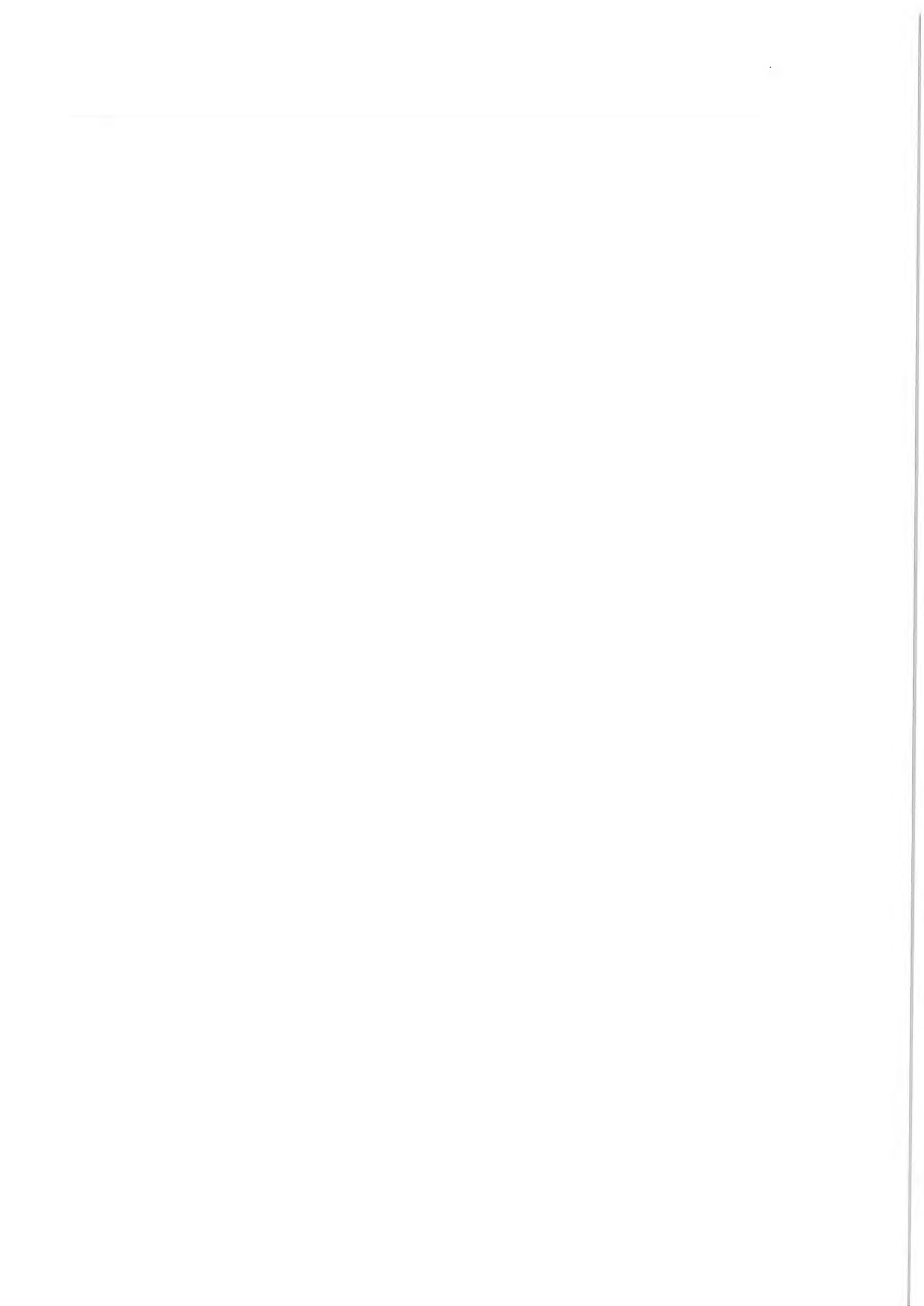


## SIMULATION DES EFFETS CAPILLAIRES

- Prise en compte dans la simulation des effets capillaires.
- Problème de définition et de formation du point triple.
- Problème de définition de la courbure de l'interface liquide/gaz dans les directions principales.
- Simulation d'imprégnations spontanées dans des arrangements de fibres cylindriques (synthétiques) ou naturelles (nécessité de définir une géométrie statistiquement fondée).
- Vers une « perméabilité insaturée numérique » et un affranchissement de la notion de perméabilité insaturée (chaire HEXCEL).



## **2. OPPORTUNITES ET LIMITES DES ECOMATERIAUX**



## Auteurs

NIGAY Pierre-Marie  
NZIHOU Ange  
CUTARD Thierry

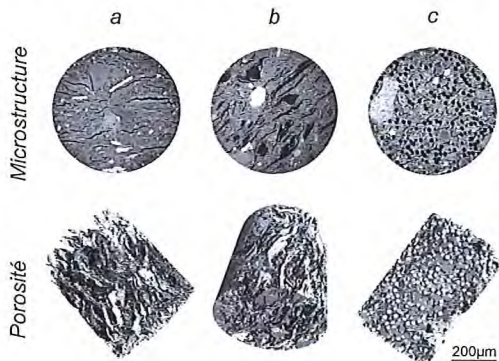
## Partenaires



## CONTEXTE | Projet collaboratif BIOCLAY

- Amélioration des propriétés thermiques d'une brique en terre cuite
- Conservation des propriétés mécaniques de la brique en terre cuite
- Ajout de biomasse à l'argile et formation de porosité au cours de la cuisson
- Morphologie des pores équivalente à la morphologie des particules de biomasse

## RÉSULTATS | Modélisation à partir de matériaux modèles



a - Matériau de terre cuite (Synchrotron)  
b - Matériau avec un ajout de fibres végétales  
c - Matériau avec un ajout de microbilles en PMMA

- Amélioration de la conductivité thermique ( $\lambda$ ) avec une proportion supérieure de porosité ( $X$ )

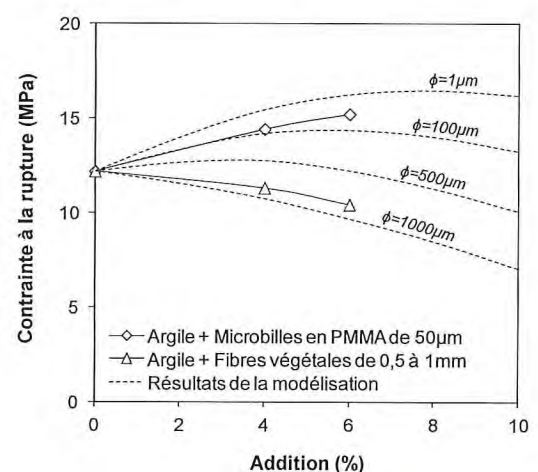
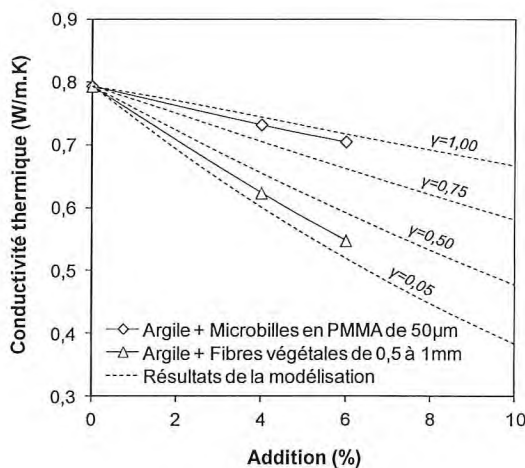
$$\lambda = (1 - X)\lambda_{Argile} + (X \times \lambda_{Air})$$

- Affaiblissement de la contrainte à la rupture ( $\sigma$ ) avec une proportion inférieure en argile ( $1-X$ )

$$\sigma = (1 - X)\sigma_{Argile} + (X \times \sigma_{Air})$$

- Optimisation de la porosité ( $\epsilon$ ) et des propriétés par le facteur de forme ( $\gamma$ ) et la granulométrie ( $\phi$ )

$$X = \frac{2\gamma \cdot \phi}{2\gamma \cdot \phi - 1} \left( 1 - \frac{1}{(1 + \epsilon)\gamma \cdot \phi} \right)$$



## CONCLUSIONS | Académiques et industrielles

- Compréhension de l'impact de la taille et de la forme des particules
- Prédiction de la structure (porosité) et des propriétés avec le modèle
- Industrialisation avec un ajout de farine de noyaux d'olives
- Amélioration des propriétés thermiques de 15%
- Conservation des propriétés mécaniques



Production industrielle de briques avec de la farine de noyaux d'olives



# Microalgae as a new source of polysaccharides based materials: dissolution and rheological behaviour in ionic liquids

Nicolas Le Moigne, Pauline Ponge, Klervi Dalle, Caroline Devile, Guilhem Arrachart

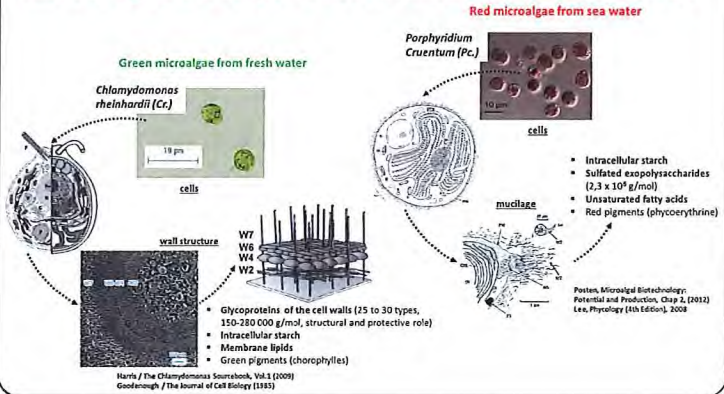
Paper presented at the 4th EPNOE conference 19-22 oct 2015



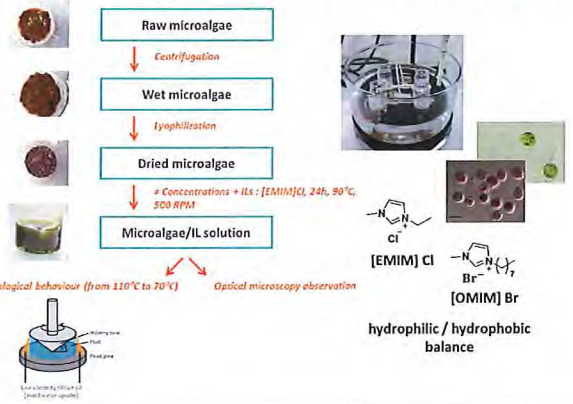
## Abstract

The research on microalgae currently shows a strong worldwide development. Although existing productions and commercial applications mainly concern the food industry and the pharmaceuticals and cosmetic, the capacity of microalgae to transform solar energy and CO<sub>2</sub> into lipids, proteins and carbohydrates as well as unique products like antioxidants, fatty acids, peptides, sterols... make them promising sources of energy, chemicals and materials. The present study aimed to prepare biopolymer based solutions from microalgae. A freshwater green microalgae *Chlamydomonas reinhardtii* (Cr.) and a seawater red microalgae *Porphyridium cruentum* (Pc.), exhibiting different biochemical composition and cellular structures, were tested. Ionic liquids (ILs) were selected for their high ability to solvate the organic compounds and their environmental compatibility compared to chemical extraction methods involving organic solvents. The influence of the hydrophobic/hydrophilic balance of ILs on the dissolution capacity of microalgae was investigated. Steady state and dynamic rheological behaviours of microalgae / IL solutions were analysed. The results demonstrate a high solvation and extraction capacity of hydrophilic ILs towards the biopolymers from the studied microalgae, although insoluble cell walls components were still present according to cellular structure and concentration in microalgae. The critical concentration C\* between the dilute and semi-dilute regimes was determined for the microalgae / IL solutions, and C\* appeared to be similar and even lower than for conventional polysaccharides / IL solutions such as cellulose / IL or starch / IL. Furthermore, high viscosities and chain relaxation times were also measured, attesting for the high molar masses and high intermolecular interactions between biopolymer chains extracted from the microalgae. Finally, first microalgae based regenerated objects were produced in the form of gels and foams. This set of results opens new insights about the use of microalgae for producing polysaccharide based materials.

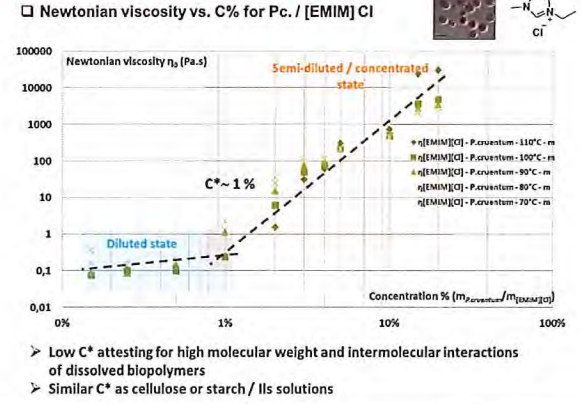
## Microalgae : complex hierarchical bio-assemblies



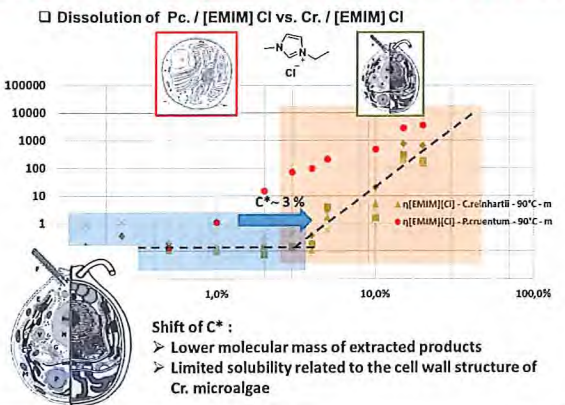
## Dissolution and rheology : experimental protocol



## Dissolution state of biopolymers



## Effect of microalgae microstructure on dissolution



## Regeneration of microalgae / ionic liquid solutions



## Conclusions and perspectives

- Good dissolution capacity of microalgae in hydrophilic ionic liquids such as [EMIM]Cl
- Biopolymers extracted from microalgae : high molecular weight and intermolecular interactions (low C\* and high relaxation time)
- Regeneration of microalgae gels and foams with good cohesion

## Future perspectives in the processing of microalgae based materials

- Improving valorization of biomolecules and biopolymers from microalgae by:
    - Pretreatments / disruption of cells (autoclaving...)
    - Selective extraction protocols (combination of ILs...)
  - Development of specific and tunable microalgae biomass :
    - Biochemical composition and Macromolecular and structural organization
- This research work was supported by LabEx CheMISyst (TZ/DN 12-008) and Carnot AVENE PME



## Authors

Evstratov A.<sup>1</sup>, Garban R.<sup>1</sup>, Taulemesse J.-M.<sup>1</sup>, Gaudon P.<sup>1</sup>, Koshtyal Y.<sup>2</sup>, Vasilieva K.<sup>2</sup>, Tsvetkova M.<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Institute Mines-Télécom – Ales Mining School (Ecole des Mines d'Alès)

<sup>2</sup> Saint-Petersburg State Institute of Technology (technical university)

## Partners



Instead of traditional monophasic free nanoparticle photocatalysts or their joining composite analogues where the photosensitive active components (PAC) and their supports are chemically independent, we propose to develop and to apply a special kind of interactive donor-acceptor composite materials (IDACM) where the PAC donor agents are covalently bonded to macroscopic mineral matrix manifesting pronounced acceptor capacities and being thus, in their original non-hydrated surface states, strong Lewis acids [1 – 4].

## CONCEPT AND ACTION MECHANISM OF COMPOSITE INTERACTIVE DONOR-ACCEPTOR PHOTOCATALYSTS

As compared to free nanoparticle photocatalysts, the use of IDACM allows to resolve a number of well-known application problems (significant handling difficulties, severe sanitary restrictions, etc.) and to manage efficiently the surface repartition of free charge carriers, FCC (electrons  $e^-$  and electronic holes  $h^+$ ). In particular, it becomes possible to elaborate IDACM demonstrating the behaviour of hole selective free charge carrier generators (Fig. 1). The last opportunity lets to avoid an inevitable FCC recombination and to transform the surfaces of interactive donor-acceptor photocatalysts into "ideal" oxidizing agents operating in humid middles (atmospheric air, water). We consider this way to be promising for partial or even whole substitution of usual free nanoparticle or joining composite photocatalysts by an alternative type of photocatalytic materials, namely by interactive donor-acceptor photocatalysts conceived on the macroscopic scale and functioning as hole selective free charge carrier generators.

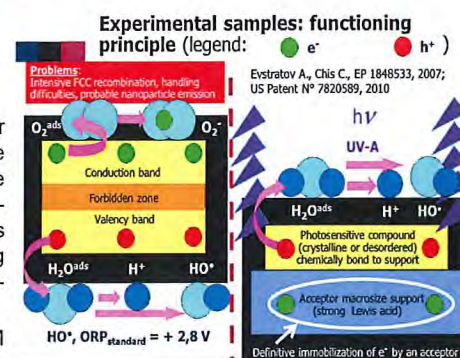


Fig. 1. Traditional monophasic photocatalysts (left) and interactive donor-acceptor composite photosensitive materials functioning as hole selective free charge carrier generators, Sh<sup>+</sup>-FCCG (right).

## EXPERIMENTAL PART AND MAIN RESULTS

- Eighteen interactive composite samples containing titanium dioxide PAC chemically deposited over an amorphous silica considered to be a powerful acceptor support were elaborated by means of Atomic Layer Deposition technique (ALD) [5]. All the samples were divided in three groups: I – PAC dominantly deposited as big aggregates (middle diameter  $\approx 1\ \mu\text{m}$ , Fig. 2a); II – PAC deposited as relatively small aggregates (middle diameter  $\approx 100 - 200\ \text{nm}$ , Fig. 2b); III – PAC dominantly deposited as a layer (middle layer thickness  $\approx 100 - 150\ \text{nm}$ , SEM estimation using a cut grain, Fig. 2c).
- It was supposed that the more acid is the sample's surface, the stronger are the donor-acceptor interactions between its photosensitive component and its acceptor macroscopic matrix. The results of the surface acidity tests (pH-metric measures and Hammett indicators method) are shown in Tab. 1.
- Independently of their morphological features, all elaborated samples were few crystallized but always contained, due to a strong ordering role of the silica support, the anatase crystalline nuclei. Their average diameters calculated from Sherrer equation were near to 16 nm (XRD and DRS data).
- The photocatalytic activities of all elaborated species in the reaction of toluene vapour total oxidation were measured using a coated-wall annular reactor irradiated by an UV-A lamp (power – 6W, measured irradiation intensity – 1500 lux, supplier – PHILIPS) [6]. The results are exposed in Fig. 3.



Fig. 2. The most representative SEM images of certain elaborated samples attributed to the groups I (a), II (b) and III (c).

Tab. 1. The surface acidities of certain elaborated samples representing the groups I and III.

| Morphology group of samples   | I                    | III                   |
|---|----------------------|-----------------------|
| Brønsted acidity after Tanabe $g\text{-ion } H^+ / L$ (average value)                     | $3.25 \cdot 10^{-7}$ | $7.05 \cdot 10^{-7}$  |
| Lewis acidity after Hammett $\text{mmol} / \text{g}$ at $\text{pKa} = 14$ (average value) | $6.25 \cdot 10^{-3}$ | $16.50 \cdot 10^{-3}$ |

## CONCLUSION

Interactive composite photocatalytic materials elaborated using macroscopic acceptor supports with chemically bonded to their surfaces well-layered photosensitive active components (PAC) can be used as promising substitutes for traditional monophasic free nanoparticle photocatalysts. Having high surface acidities, the PAC of these materials do not need to be well crystallized because the FCC separation efficiency is totally controlled by the acceptor supports functioning as powerful electronic pumps.

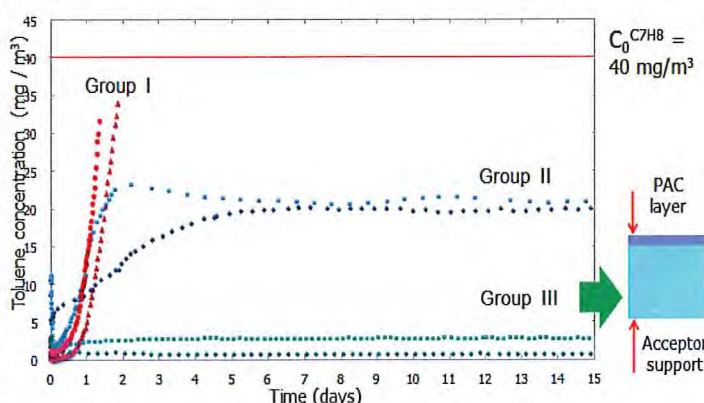
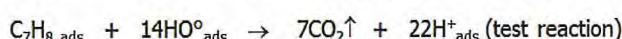


Fig. 3. A typical evolution in time of the out-let toluene concentrations during the photocatalytic activity tests of the elaborated samples belonging to different morphological groups.

## LITERATURE

- Evstratov A., Chis C., Taulemesse J.-M., Gaudon P., Peirano F., 9<sup>th</sup> World Nanotechnology Conference NSTI Nanotech – 2006 (May 7 – 11, 2006, Boston, USA), Proceedings, 1, 9–12 (2006);
- Evstratov A., Chis C., Malygin A., Taulemesse J.-M., Gaudon P., Vincent T., Russ. J. Gen. Chem., 78 (5), 1070–1080 (2008);
- Evstratov A., Chis C., EP 1848533, B 01 J 35/00, published 31.10.2007;
- Evstratov A., Chis C., U.S. Patent N° 7820589, B 01 J 23/00, published 26.10.2010;
- George S.M., Chem. Rev., 110 (1), 111–131 (2010).
- Evstratov A., Garban R., Eur. Phys. J. Special Topics, 224, 1851–1861 (2015).



# Approche opérationnelle de la valorisation des sous-produits industriels dans des applications et matériaux du Génie Civil



## Auteurs

Mahfoud BENZERZOUR  
Raid MANSI  
Nor-Edine ABRIAK

Mines Douai, 941, Rue Charles Bourseul, Douai.

## Partenaires



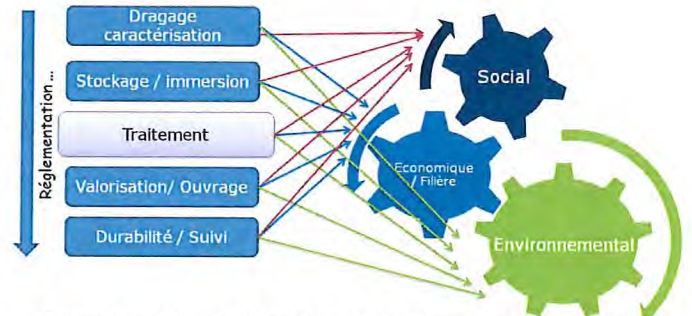
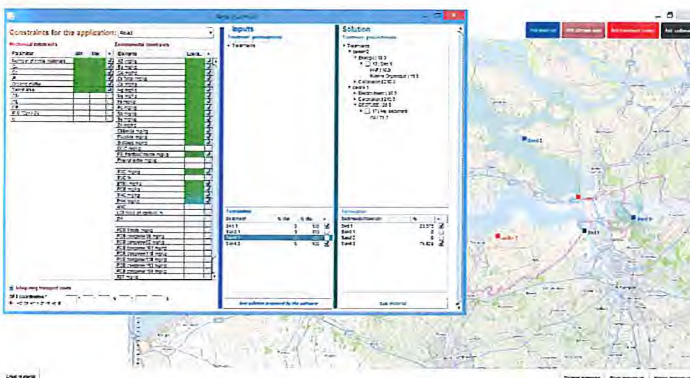
## Contexte

Dans un contexte accru de préservation de l'environnement, la gestion et la valorisation des sous-produits industriels, demeurent des enjeux incontournables, tant financiers qu'environnementaux, positionnés au cœur des politiques de développement durable. La gestion durable de ces sous-produits industriels et leur valorisation est une problématique souvent liée à des contraintes économiques, techniques, sociales et environnementales. Les décideurs et gestionnaires de ces sous produits se trouvent alors confrontés à des choix de gestion complexes souvent difficiles à résoudre.

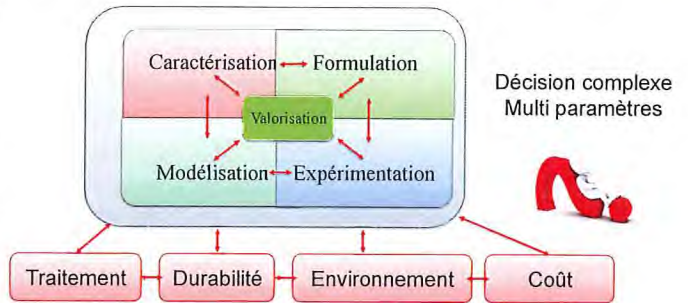
## Objectif

Dans ce travail, notre objectif est de modéliser ces différentes contraintes à travers un modèle mathématique basé sur l'expérimentation et l'état des connaissances lié à ces sous produits. Nous avons ainsi élaboré un logiciel d'optimisation de la gestion de sous-produits industriels.

## L'outil développé



Exemple : valorisation des sédiments dans des application Génie Civil



## Méthode

Fonction objectif:

$$\text{Min} \left( \sum_{i=1}^n C_i x_i + \sum_{j=1}^m C_j S_j + \sum_{t=1}^n \sum_{i=1}^{|T|} C_{it} T_{it} \right)$$

Contraintes Environnementales : métaux lourd

$$e_{si} \left( 1 - \sum_{t=1}^{|T|} \hat{e}_{sit} T_{it} \right) \leq e_s + (1 - x_i) M$$

Contraintes Environnementales : Mo

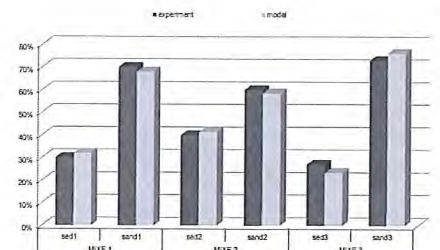
$$e_{Mi} \left( 1 - \sum_{t=1}^{|T|} \hat{e}_{Mit} T_{it} \right) \leq e_M \left( 1 + \sum_{j=1}^m S_j \right) + (1 - x_i) M$$

Contraintes mécaniques

$$\hat{p}_d^{0.4} \left( \sum_{i=1}^n x_i + \sum_{j=1}^m S_j \right) \leq \sum_{i=1}^n (P_{id} \times x_i) + \sum_{j=1}^m (P_{jd} \times S_j) \leq \hat{p}_d^{0.25} \left( \sum_{i=1}^n x_i + \sum_{j=1}^m S_j \right)$$

## Validation

La fiabilité de l'outil développé a été validé par une étude comparative entre résultats expérimentaux et de modélisation.



Comparaison entre les résultats expérimentaux et ceux du modèle



Exemple caractérisation mobile in situ

Collageur: Matériaux: Réalisés et Nouvelles Frontières TMT  
Mars 2016

## Auteurs

J. Draou-Renoux, H. Schmitt  
J. Dani, C. Douchain, K. Prashantha, M.F. Lacrampe,  
P. Krawczak

Mines Douai, Département  
Technologie des Polymères et  
Composites & Ingénierie  
Mécanique (TPCIM)  
941 rue C. Bourseul, 59508 Douai

## Financier



## Objectifs généraux

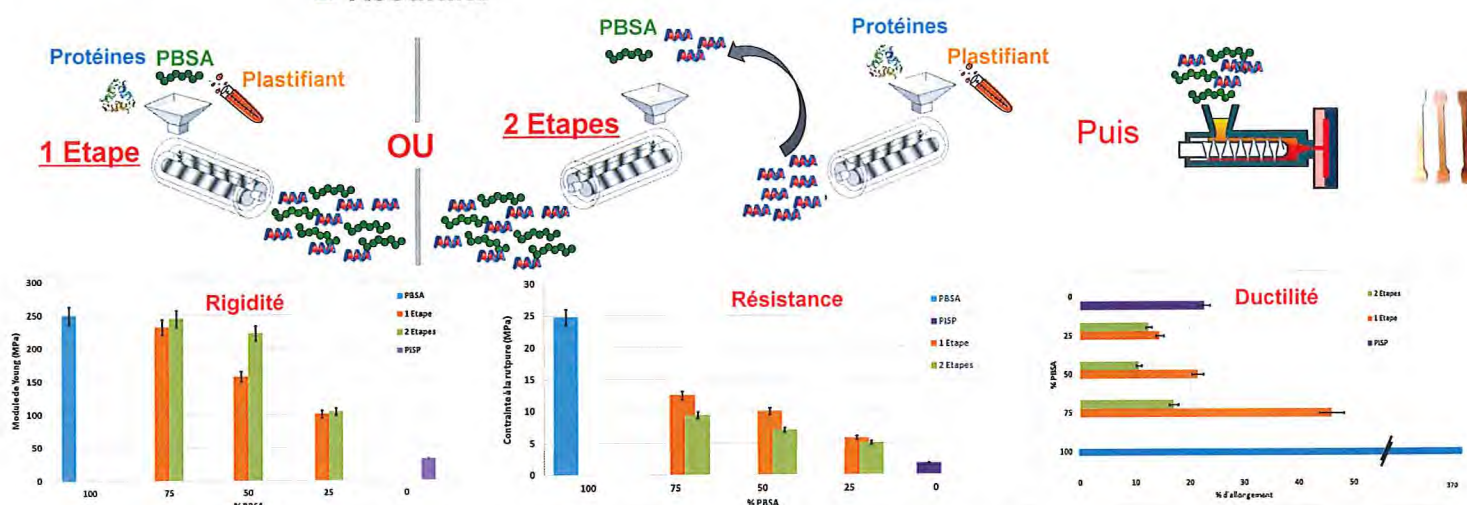
- Optimiser les paramètres du procédé d'extrusion bi-vis
- Évaluer les propriétés physico-chimiques des biopolymères élaborés
- Cibler des applications potentielles pour le médical ou l'emballage

## Mélanges PBSA / protéines de soja plastifiées (glycérol)

### Verrous et méthodes

- Améliorer la processabilité : plastification par du glycérol
- Augmenter les performances mécaniques: par mélange avec un autre polymère biosourcé (PBSA, Poly[(Butylene Succinate)-co-Adipate])
- Améliorer les propriétés mécaniques et barrière pour une application emballages: ajout de nanocharges (en cours)

### Résultats



- Elaboration en une étape plus efficace en termes de propriétés mécaniques, notamment d'allongement à la rupture (à relier à la dispersion des constituants)

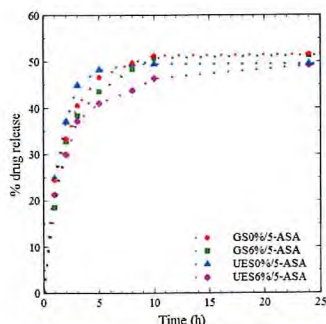
## Bionanocomposites à base d'amidon plastifié et de nanotubes d'halloysite (HNT) pour applications biomédicales

### Verrous et méthodes

- Améliorer la processabilité : plastification de l'amidon par du glycerol
- Contrôler la vitesse de relargage de principe actif: utilisation de nanotubes HNT
- Absence de dégradation de la matrice et du principe actif lors de la digestion: validation sur fluides modèles
- Fabriquer des structures poreuses à taille de pores contrôlée pour reconstruction cellulaire

### Résultats

- Pas ou peu de dégradation de la matrice et du principe actif dans les fluides modèles
- Relargage retardé par le principe actif introduit pour partie dans/en surface des HNT
- Structures poreuse avec des tailles de cellules adaptées à la reconstruction cellulaire obtenues aisément (< 300 µm)



## Auteurs

C. Duborper<sup>1,2</sup>  
 N. Ykhlef<sup>1,2</sup>  
 A.C. Akué-Asseko<sup>1,2</sup>  
 D. Della Vecchia<sup>1,2</sup>  
 M.F. Lacrampe<sup>1,2</sup>  
 E. Lafranche<sup>1,2</sup>  
 C. Samuel<sup>1,2</sup>  
 P. Krawczak<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup> Mines Douai, Département Technologie des Polymères et Composites & Ingénierie Mécanique (TPCIM), 941 rue Charles Bourseul, 59508 Douai

<sup>2</sup> IFMAS, 60 Avenue du Halley, 59650 Villeneuve-d'Ascq

## Partenaire

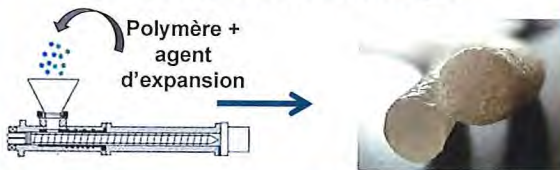


## Objectifs

- Mise en œuvre de polymère bio-sourcés par extrusion et injection
- Analyse des relations morphologie/process/propriétés
- Compréhension des mécanismes de formation et d'expansion des alvéoles

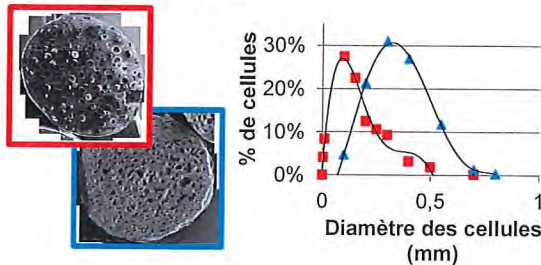


### Extrusion Moussage



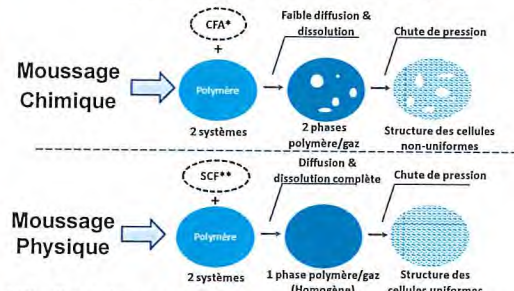
Baisse de densité (~50%) + expansion (~50%)

### Analyse Morphologique



Morphologie fonction du type de polymère et des conditions de moussage

### Injection Moussage

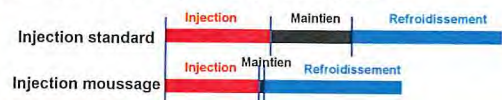


\*CFA = Chemical Foaming Agent  
 \*\*SCF = Supercritical Fluid (CO2 ou N2)



Réduction de masse (~10%) à iso-propriétés mécaniques  
 Diamètre des cellules (~10 µm)  
 Densité cellulaire (~ 10<sup>9</sup> cellules / cm<sup>3</sup>)

### Réduction du temps de cycle d'injection



## Simulation numérique: Détermination de la conductivité thermique effective

**Expérimental**

2D: Données microscope

Propriétés des matériaux par phase + Microstructure

**Numérique**

Construction d'un Volume Élémentaire Représentatif (VER)

Calcul thermique 3D par élément finis

Valeur de la conductivité thermique calculée pour le VER

Création d'une cellule périodique de référence (Voronoi) dans MATLAB

Importation du VER en 3D dans COMSOL

Maillage du VER dans COMSOL

Simulation 3D: Champ de température

Conditions aux limites périodiques imposées : (ΔT = 1K)

- Calcul des flux de chaleur (q)
- Calcul des gradients de température (∇T)
- Evaluation de tenseur de conductivité thermique

| Composantes | $\bar{k}_m$ (W/(m.K)) |
|-------------|-----------------------|
| X           | 0,127                 |
| Y           | 0,127                 |
| Z           | 0,127                 |

$$\bar{k}_m = \frac{\iiint_{\text{volume totale}} q_x dv}{\iiint_{\text{volume totale}} \nabla T_x dv}$$

## Financement

ANR-10-IEED-0004-01

## Conclusions et perspectives

- Identification des matériaux/microstructures (conditions de moussage) d'intérêt
- Couplage numérique prévision de la microstructure / prédiction des propriétés thermiques → Optimisation

### **3. PROCÉDES INNOVANTS DANS LES MATÉRIAUX MULTIPHASES ET MULTIMATÉRIAUX**



# IREPA LASER

INSTITUT CARNOT MICA

## Construction Laser Additive Directe CLAD<sup>®</sup>



Démonstrateur technico-économique de la technologie CLAD  
FUI Falafel - Courtesy of Dassault Aviation

**POUR LA RECONSTRUCTION, LA FABRICATION,  
LA FONCTIONNALISATION DE SURFACE**



### RÉPARATION

- Reconstruction de pièces fonctionnelles
- Remise aux cotes
- Sauvetage de rebuts (erreurs d'usinage, défauts de fonderie)
- Recyclage des pièces usées ou endommagées



### FABRICATION

- Réduction jusqu'à 30% du prix de revient pièce
- Réduction de 50% des délais de fabrication
- Rendement matière jusqu'à +90%
- Fabrication sur mesure



### AJOUT DE FONCTIONS

- Apport de nouvelles caractéristiques à une pièce existante
- Liberté de conception
- Correction d'erreurs de conception

## DES REFERENCES INDUSTRIELLES POUR LE PROCEDE CLAD<sup>®</sup>

AIRBUS GROUP, BAE SYSTEMS, CHROMALLOY, DASSAULT, ESA, MBDA, SAFRAN

[www.irepa-laser.com](http://www.irepa-laser.com)



## Auteurs

T.Parpaite  
B.Otazaghine  
A.Taguet  
R.Sonnier  
A.S. Caro  
J.M.Lopez-Cuesta

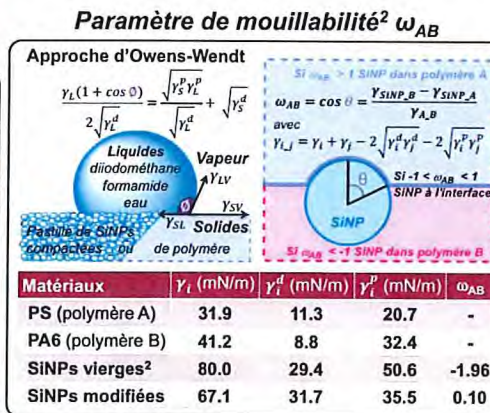
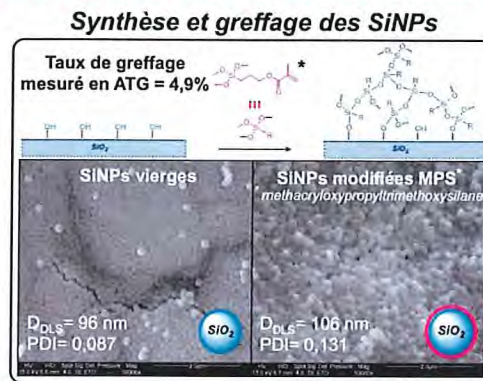
## CONTEXTE

La compatibilisation de mélanges de polymères immiscibles est une problématique récurrente aux enjeux industriels importants. Pour tenter d'améliorer la faible cohésion interfaciale de ces systèmes binaires, une large gamme d'agents de compatibilisation de type copolymère est couramment utilisée. Récemment, l'utilisation de nanoparticules comme agents de compatibilisation alternatifs a été mise en évidence dans la littérature<sup>1</sup>. Néanmoins, ces différentes études s'arrêtent souvent aux effets sur la microstructure tandis que les propriétés d'usage (mécaniques ou thermiques par exemple) sont rarement investiguées.

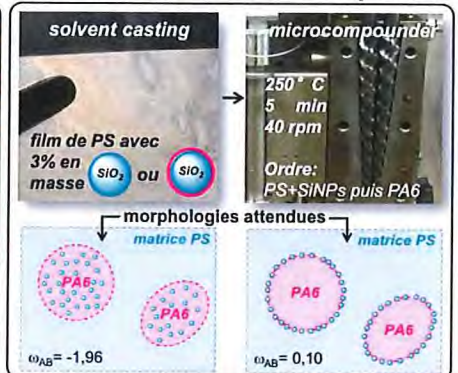
## RÉSUMÉ

Dans ce travail, des nanoparticules de silice (SiNPs) ont été synthétisées puis modifiées dans le but de contrôler finement leur dispersion sélective à l'interface d'un mélange de polystyrène (PS) et de polyamide-6 (PA6) 80/20. Une fois localisées à l'interface, les SiNPs modifiées forment une monocouche de nanoparticules solides permettant de limiter la coalescence des phases dispersées de PA6 mais aussi de modifier favorablement le mécanisme de dégradation thermique du nanocomposite.

## MATERIAUX ET METHODES

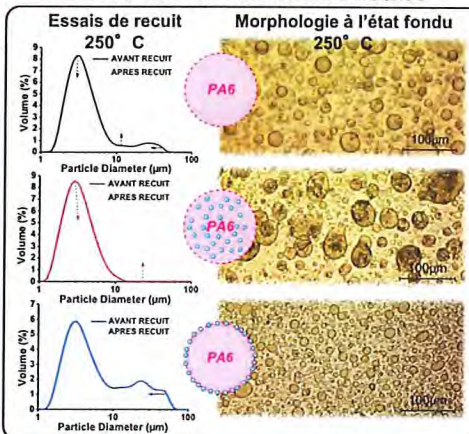
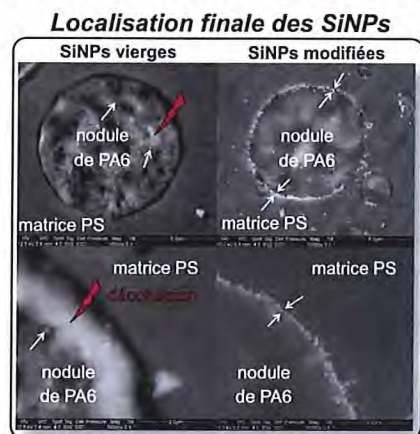


### Mise en oeuvre des nanocomposites

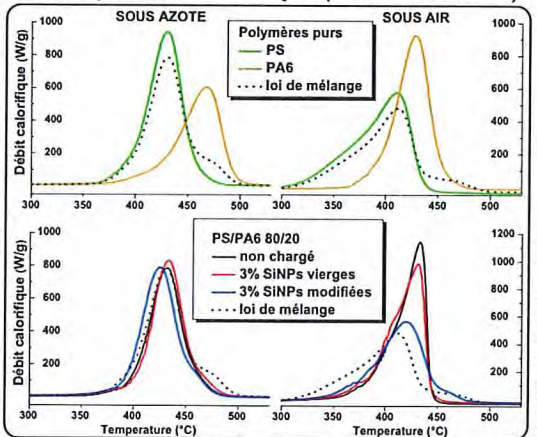


## RESULTATS ET DISCUSSION

### Stabilité de la microstructure



### Décomposition thermique (microcalorimètre)



## CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

La localisation finale des SiNPs dans un système PS/PA6 80/20 a été prédite via la théorie du paramètre de mouillabilité puis vérifiée expérimentalement (MEB). Nous avons ainsi montré que, conformément à nos prédictions, les SiNPs vierges migrent totalement de la matrice PS vers les nodules de PA6 tandis que les SiNPs modifiées se retrouvent confinées à l'interface. La présence de nanoparticules solides à l'interface inhibe la coalescence des phases dispersées de PA6 (effet Pickering<sup>3</sup>). En ce qui concerne la dégradation thermique du matériau, alors que le comportement des mélanges est identique et conforme à la loi de mélange linéaire correspondante sous azote, des différences majeures sont observées sous air. En effet, en présence d'oxygène, le chemin de dégradation du matériau est modifié en raison d'interactions entre les produits de dégradation respectifs du PS et du PA6. Seule la présence des SiNPs modifiées à l'interface semble pouvoir limiter ces interactions et permet de retrouver un comportement proche d'une loi de mélange linéaire.

(1) Zhang, W. et al. The use of functionalized nanoparticles as non-specific compatibilizers for polymer blends. *Polym. Adv. Technol.* 22, 65–71 (2011).  
 (2) Elias, L., Fenouillot, F., Majeste, J. C. & Cassagnau, P. Morphology and rheology of immiscible polymer blends filled with silica nanoparticles. *Polymer*, 48, 6029–6040 (2007).  
 (3) Pickering, S. U. CXCVI. Emulsions. *J. Chem. Soc. Trans.* 91, 2001 (1907).  
 (4) Hu, J., Zhou, S., Sun, Y., Fang, X. & Wu, L. Fabrication, properties and applications of Janus particles. *Chem. Soc. Rev.* 41, 4356–78 (2012).





# Impression 3D de matériaux cimentaires : de la formulation à la mise en œuvre

## Auteurs

Noura KHALIL  
Georges AOUD  
Khadija EL-CHEIKH  
Sébastien REMOND

## Contexte et enjeux

### Le Projet MATRICE

- Impression 3D appliquée à la construction: preuve de concept
- Financement Feder/Région Nord Pas de Calais
- 11 établissements d'enseignement supérieur et de recherche de la région NPdC dont Mines Douai et Télécom Lille
- DGCE Mines Douai responsable du WP « Matériaux cimentaires »

### Objectif

- Développer une encre à base cimentaire permettant une mise en œuvre par construction additive



## Verrous scientifiques et technologiques

### "Cahier des charges" pour le matériau cimentaire

- Mise en œuvre: Pompabilité/Extrudabilité/Buildabilité
- Propriétés mécaniques : liaison entre les couches, renforts mécaniques (fibres ...)
- Durabilité: influence des choix techniques sur les propriétés à long terme

### Conception d'une formulation adaptée

- Choix d'un liant spécifique permettant un contrôle précis de la cinétique de prise
- Choix d'une granulométrie adaptée pour éviter les blocages lors du pompage
- Adjuvantation spécifique (fluide à seuil)

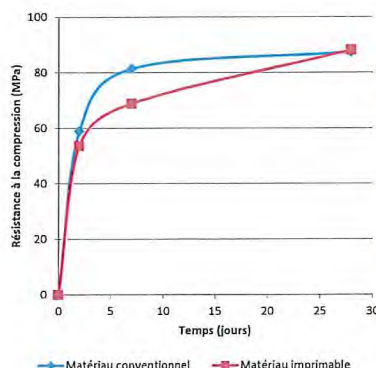
### Conception de méthodes de caractérisation spécifiques

## Premières réalisations

- Procédé d'extrusion en laboratoire (mise au point des formulations)
- Mise au point d'une encre satisfaisant au cahier des charges
- Conception/Construction d'un portique d'impression 3D avec pompe et aménagement (Mines Douai DIA)

## Perspectives

- Réalisation d'une structure habitable (conçue par les étudiants de l'ENSAPL)
- Incorporation de matériaux recyclés dans les formulations
- Mise au point d'une méthodologie de formulation pour les matériaux cimentaires imprimables



Colloque « Matériaux : réelles et nouvelles frontières » - IUT  
30 et 31 mars 2016

Ce projet est cofinancé par l'Union Européenne avec le Fonds européen de développement régional



RÉGION NORD-PAS DE CALAIS

## Auteurs

B. Cosson  
M. Dauphin  
C. Oueiny  
M. Deléglise-Lagardère  
C.H. Park

Mines Douai, Département Technologie des Polymères et Composites & Ingénierie Mécanique (TPCIM)  
941 rue Charles Bourseul,  
59508 Douai, France

## Partenaire



## Remerciements aux Financeurs

Projet FP7 MADMAX:



Projet FUI BALLOO:



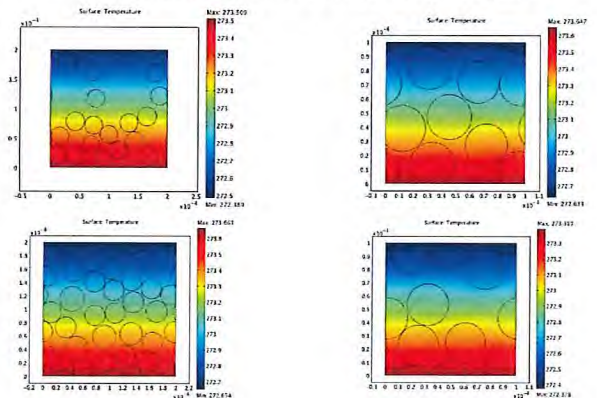
et aux Pôles de Compétitivité



## Soudage Laser des Composites Matrice composite et fibre de verre

- Développement de la technique de soudage laser par transparence, déjà utilisée pour les polymères thermoplastiques, pour les composites fibre de verre / thermoplastique (FVTP).
- Composite FVTP = milieu diffusant du fait des nombreuses interfaces fibre/matrice.
- Calcul de la diffusion par la méthode des lancers de rayons.
- Calcul du terme source de chaleur.
- Calcul du champ de température au niveau du cordon de soudure et détermination de la qualité de la soudure.
- Optimisation du procédé.

Homogénéisation des propriétés physiques d'un composite  
Calcul d'homogénéisation numérique avec cellules périodiques et conditions aux limites en température périodiques



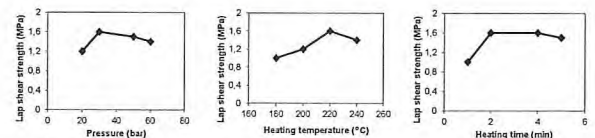
## Modélisation et Simulation Numérique

### Phénomènes optiques et thermiques

- Réalisation de microstructures aléatoires UD compactes, avec une fraction volumique de fibre de 74%.
- Utilisation du lancer de rayon avec un maillage de la microstructure à l'échelle de la fibre.
- Suivi de chaque rayon, calcul de la trajectoire, de la diffusion et de l'absorption de l'énergie radiative.



Steel-polyamide PA6



Pression 30 bars, température 220°C, durée 2min

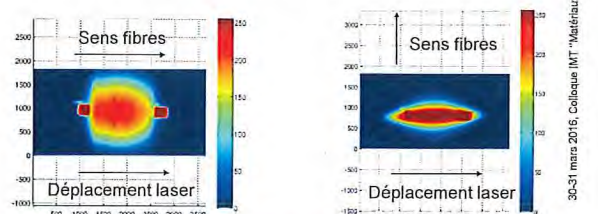
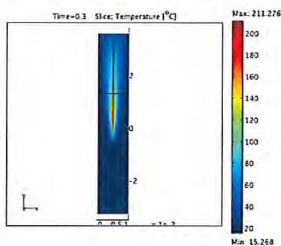
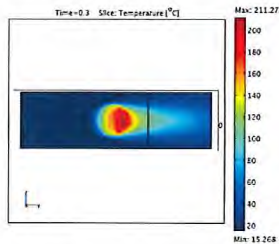
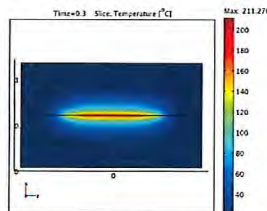


Image de l'énergie radiative reçue à l'interface de soudure

Simulation de transfert thermique du soudage Laser

- Puissance laser = 60 W
- Vitesse d'avance du Laser = 1.2 cm/s
- Epaisseur du composite = 2\*0.57 mm
- Composite thermoplastique - fibre de verre



## Assemblage Multi-Matériaux Accroche chimique et/ou mécanique

- Assemblage composite thermoplastique et métal (aluminium, acier ...).
- Traitement de surface afin d'accroître la compatibilité chimique.
- Source de chaleur nécessairement plus importante en raison de la forte conductivité thermique des métaux par rapport aux polymères.

## Parties prenantes



## Auteurs

M. Bimblich  
J. Bruchon  
P. Ganster  
D. Goeuriot  
P. Lambert-Chanin  
C. Meunier  
N. Peillon  
S. Saunier  
F. Valdivieso

## Partenaires



## Développements expérimentaux

### Suivi in situ

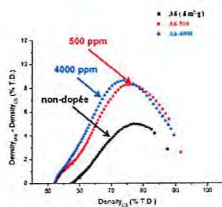
- Mise au point d'une instrumentation (sans contact) permettant le suivi in situ du procédé, une première mondiale : thèse de D. Zymelka et mémoire CNAM de C. Meunier.
- Suivi in situ de la température, détermination de champs de température et suivi dilatométriques, puissances incidentes et absorbées par le produit : permet une approche du couplage des matériaux avec les micro-ondes et l'étude des mécanismes de frittage.



Four micro-ondes multimodes instrumenté



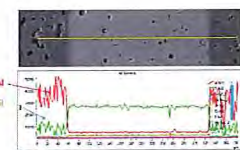
Grains nanométriques obtenus par frittage réactif sous champ micro-ondes ( $Al_2O_3-ZnO$ )



Gain de densification pour une alumine dopée frittée par micro-ondes



Composition  $B_4C-SiC$  à structure très fine obtenue par infiltration et carburation in situ du Si sous champ micro-ondes

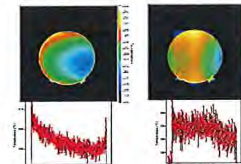


Assemblage verre-céramique obtenu par chauffage par micro-ondes

## Modélisation expérimentale

### Frittage de matériaux

- Suivi dilatométrique → détermination des mécanismes de frittage
- Exemple de l'alumine : durant la phase intermédiaire du frittage, les mécanismes peuvent évoluer de la diffusion aux joints de grains vers les réactions d'interface si les grains sont nanométriques. (thèse de F. Zuo)
- Frittage réactif ou non de matériaux composites : exemple alumine Zircon : effet de susceptible interne de la zircon → frittage accéléré (ANR Furnace); formation de composites  $B_4C-SiC$  par infiltration de silicium et carburation (Thèse M. Dutto)
- Frittage de matériaux thermoélectriques (ANR THERMOINNOV), frittage composite à matrice polymère (projet région), frittage d'aluminés (ANR Furnace et BAMBI)



Mise en évidence de l'effet susceptible interne de la zircon dans un composite AZT : inversion du gradient thermique

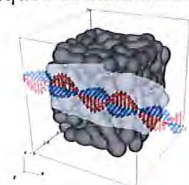
### Assemblage de matériaux

- Assemblage de matériaux par micro-ondes : rapidité et chauffage localisé par couplage du produit de scellement; enjeu : maîtrise des interfaces : Projet NEEDS Déchets et Andra : scellement de conteneurs pour déchets nucléaires HA (projet Cigéo). thèse Andra G. Kalfayan.
- Co-frittage de multimatériaux en couche minces à base d'Alumine – Zircon. Thèse B. desplanques.

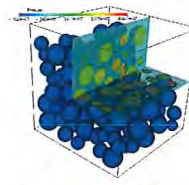
## Modélisation numérique

### Interaction onde-matière

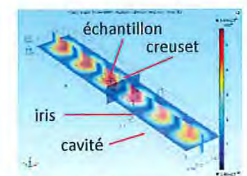
- Couplage multi-physique électromagnétisme – diffusion thermique. Thèse H. Hammoud
- Modélisation des mécanismes mis en jeu lors du frittage des matériaux céramiques et multi-matériaux



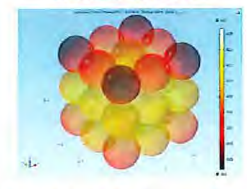
Simulation de l'interaction onde-matière dans un VER et conséquences sur la densification et la microstructure



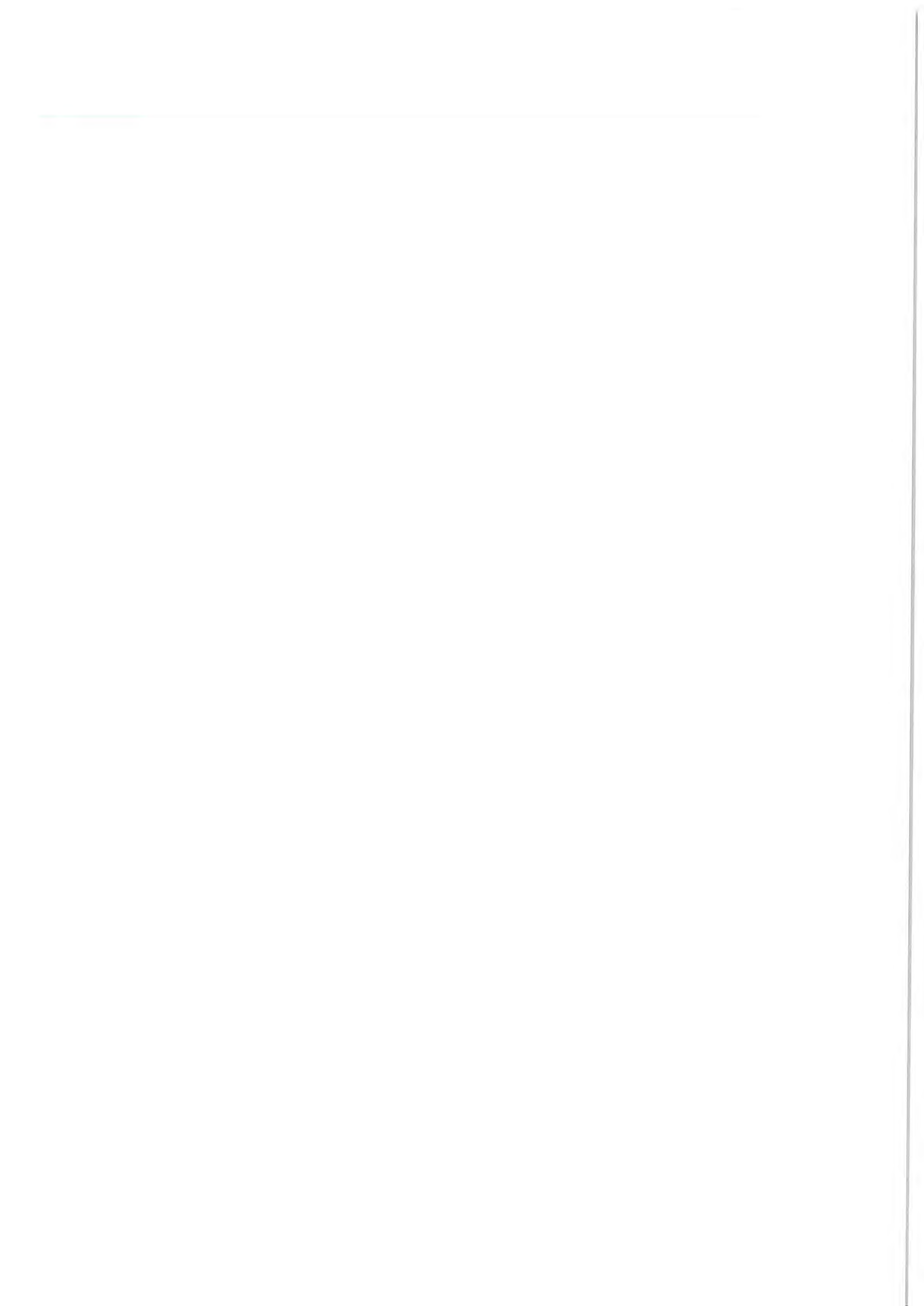
Code de simulation du frittage naturel à l'échelle d'un VER. Thèse D. Pino-Muñoz



Champ de électromagnétique dans une cavité monomode 2.45GHz



Champ de température dans un empiement modèle de sphère de 100 μm de diamètre



## **4. MATERIAUX ARCHITECTURES ET MAITRISE DES MICROSTRUCTURES**



## Auteurs

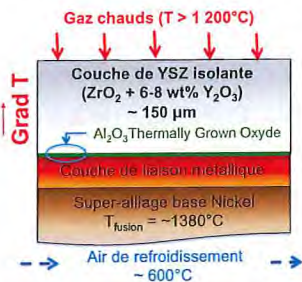
Étienne Copin  
Yannick Le Maoult  
Philippe Lours  
Thierry Sentenac

## Partenaires



## CONTEXTE ET PROBLÉMATIQUES

Les cycles thermiques au sein des parties chaudes des turbines d'avion ( $T_{amb} - T > 1100^{\circ}C$ ) entraînent l'endommagement progressif des revêtements (Barrières Thermiques) protégeant les composants les plus exposés



### Mécanismes d'endommagement thermo-activés

Initiation/propagation de fissures à l'interface sous-couche/YSZ

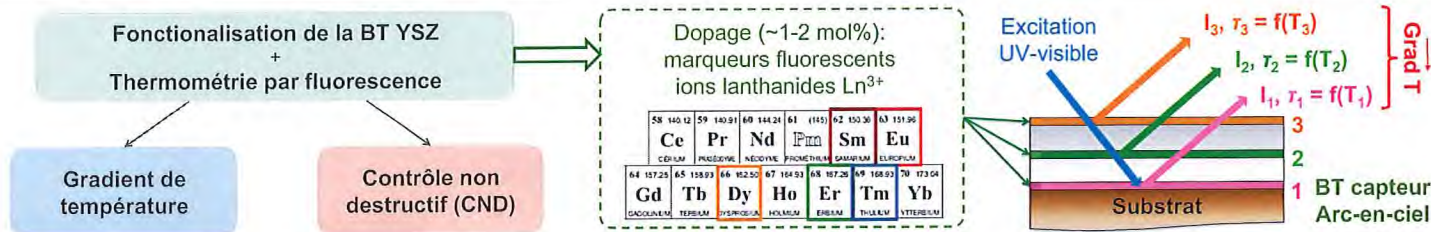
Écaillage de la barrière thermique et endommagement des pièces



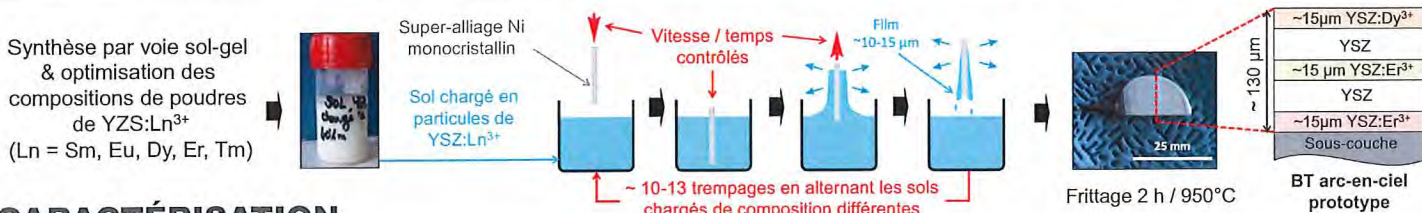
- Détection précoce difficile
- Gradient de température difficile à déterminer

Absence de modèle prédictif de durée de vie fiable

## SOLUTION PROPOSÉE: BARRIÈRES THERMIQUES CAPTEURS

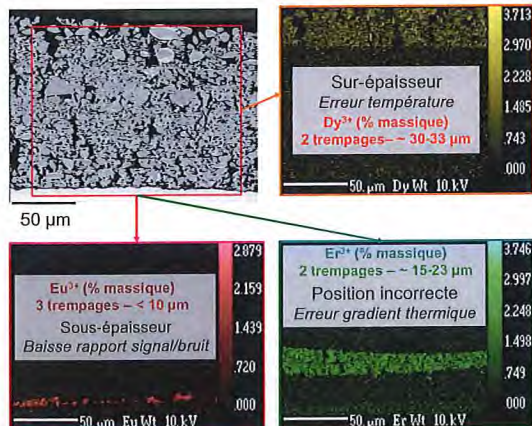


## DÉPÔT DE BT CAPTEURS PAR TREMPAGE-RETRAIT (VOIE SOL-GEL)

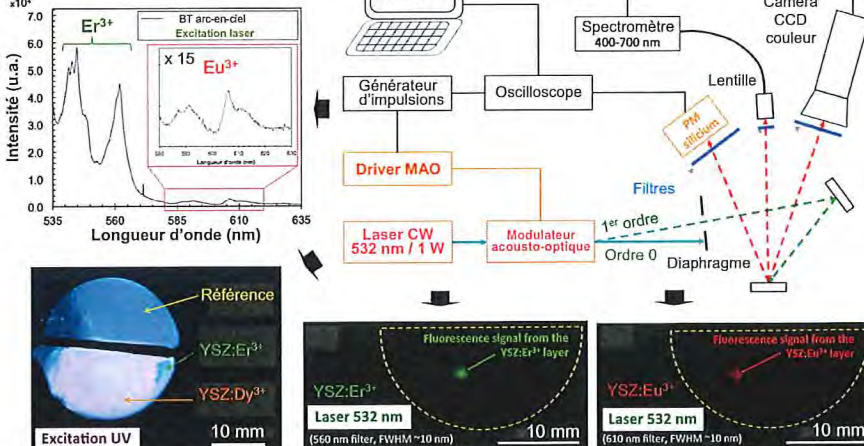


## CARACTÉRISATION

### Microstructure (MEB et microsonde)



### Fluorescence



- ✓ Couches fonctionnalisées bien définies
- Procédé de dépôt à optimiser (épaisseurs)

- ✓ Validation du potentiel du prototype de BT arc-en-ciel pour le sondage optique par fluorescence dans toute l'épaisseur du revêtement



# C2MA-Pôle MSGC

## Simulation numérique du comportement élastique du béton léger avec prise en compte de la méso-structure

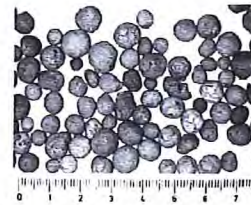
Institut Mines Telecom

### Auteurs

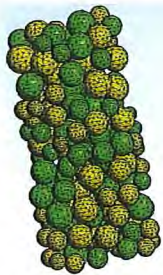
Rita Sassine  
Etienne Malachanne  
Eric Garcia-Diaz

### Contexte

Les bétons légers ont la particularité d'être constitués de granulats légers (inclusions granulaires) moins rigides que le mortier d'enrobage (matrice). L'étude numérique proposée permet de caractériser les paramètres élastiques homogènes du béton léger, ainsi que de proposer un mode de rupture et une prédiction de la résistance à la compression.



Granulats légers d'argile expansée [2]



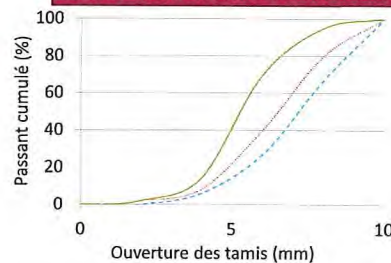
### Méthode utilisée

La génération du squelette granulaire de l'éprouvette de béton est réalisée en suivant un modèle d'empilement permettant de contrôler la fraction volumique et la distance entre les grains. Les fractions volumiques considérées varient entre 12,5% et 45%. Le matériau bi-phasique, composé de mortier et de gravillons ( $d > 4$  mm), est maillé par éléments finis. Les paramètres matériaux utilisés pour modéliser les bétons sont issus de travaux expérimentaux [1].

Maillage d'un squelette de béton léger de fraction volumique égale à 45%

### Paramètres Matériaux

#### Distribution en taille des inclusions

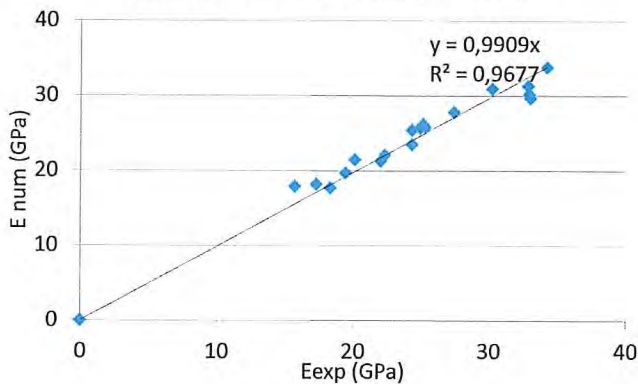


| Inclusions : gravillons légers | $\rho_g$ (kg/m <sup>3</sup> ) | $E_g$ (GPa) |
|--------------------------------|-------------------------------|-------------|
| 430A                           | 737                           | 4,3         |
| 520S                           | 901                           | 6,5         |
| 750S                           | 1577                          | 19,9        |

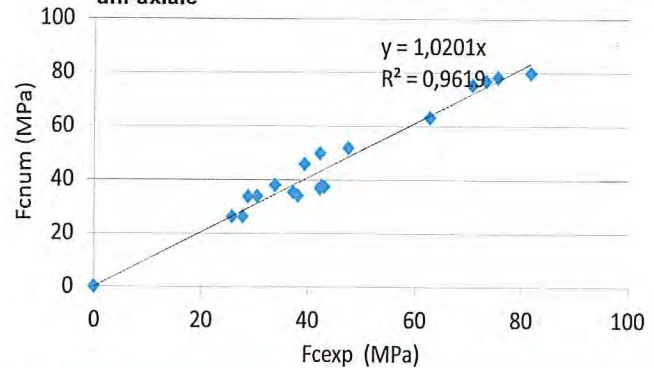
| Matrice: mortier | Module d'Young $E_m$ (GPa) | Déformation à la rupture en compression |
|------------------|----------------------------|---|
| M8               | 28,6                       | $1,6 \cdot 10^{-3}$                     |
| M10              | 35,4                       | $2,4 \cdot 10^{-3}$                     |

### Résultats

#### Prévision du module d'Young équivalent



#### Prévision de la contrainte de rupture en compression uni-axiale



La rupture est supposée être pilotée par la rupture en compression du mortier dans les bandes de compression maximales perpendiculaires à la direction de sollicitation

[1] Y. Ke, Caractérisation du comportement mécanique des bétons de granulats légers: expérience et modélisation, Université de Cergy-Pontoise, 2008.  
[2] M. Shink, Compatibilité élastique, comportement mécanique et optimisation des bétons de granulats légers, Université de Laval, Québec, 2003.





# C2MA- Pôle MSGC

## Étude de la zone d'interphase granulates calcaires- pâte de ciment

### Auteurs

Tien Dung Nguyen  
Gwenn Le Saout  
Philippe Devillers  
Éric Garcia-Diaz

### Contexte général

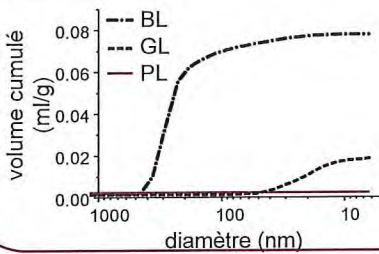
Selon la directive de l'U.E. 2008/98/EC, 70 % des déchets issus de la construction et de la démolition devront être recyclés  
→ utilisation des bétons de démolition en remplacement des granulates naturels  
→ influence de ces matériaux non standards sur le comportement du béton

### Objectifs

Utilisation de granulates poreux « modèles » (minéralogie similaire) afin d'étudier:  
→ l'influence de la porosité et du degré de saturation en eau des granulates sur l'interphase granulate- pâte de ciment  
→ la relation entre la porosité de la zone d'interphase et la résistance en compression des mortiers

### granulates calcaires

| calcaires   | PL      | GL      | BL    |
|---|---------|---------|-------|
| porosité ouverte (%)                              | 1.3     | 4.8     | 17.2  |
| résistance à la compression (N.mm <sup>-2</sup> ) | 190-250 | 160-240 | 50-65 |



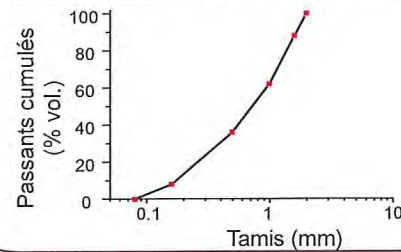
reconstitution des sables



### Formulations des mortiers

### sables calcaires

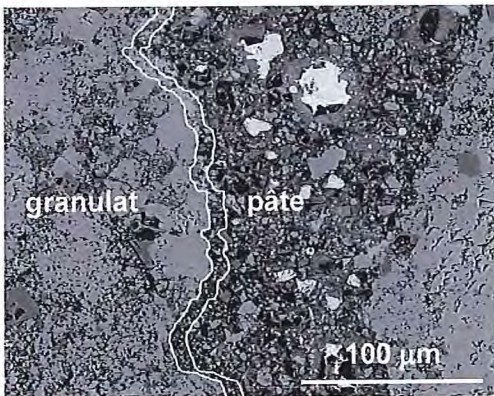
| sables calcaires                  | PL  | GL  | BL   |
|-----------------------------------|-----|-----|------|
| porosité ouverte (%)              | 2.3 | 7.1 | 20.0 |
| teneur en eau dans l'état sec (%) | 4.8 | 5.5 | 13.5 |
| absorption en eau à 24 h (%)      | 0.9 | 2.8 | 9.2  |



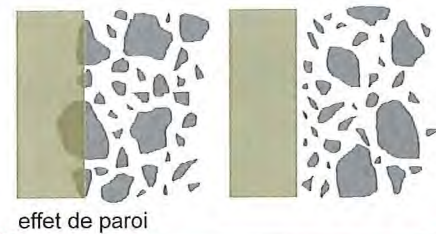
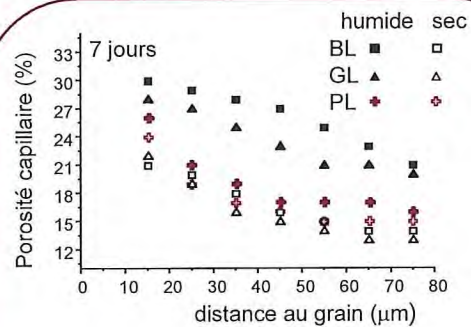
rapport massique eau effective sur ciment : 0.5  
rapport massique sable calcaire sec sur ciment : 3

Utilisation de sable sec (l'absorption est prise en compte dans l'eau d'ajout)  
Utilisation de sable humide (l'eau dans les granulates est soustraite dans l'eau d'ajout)

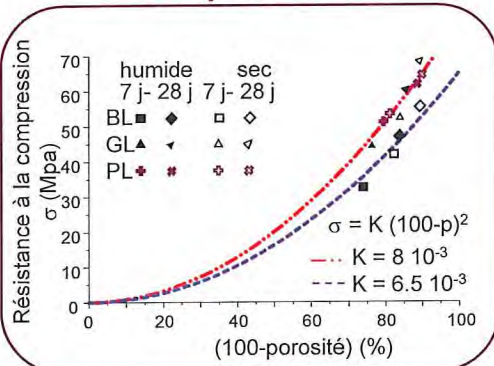
### Caractérisation de l'interphase



segmentation



### Relation avec la résistance à la compression



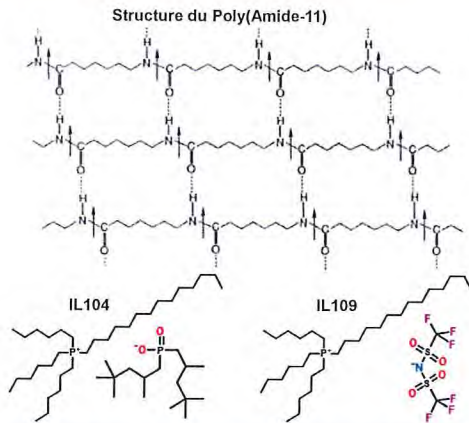
### Conclusion

Pour un temps d'hydratation donné, la porosité est plus importante dans l'interphase dans le cas de mortiers fabriqués à partir de granulates humides par rapports à ceux à base de granulates secs. La résistance à la compression est alors plus faible dans le cas de mortiers fabriqués à partir de granulates humides. Contrairement aux granulates peu poreux, il n'est pas possible dans le cas des granulates poreux d'obtenir la teneur en eau effective à partir des valeurs d'absorption calculées dans le cas de surface saturée sèche.  
→ difficulté de définir la teneur en eau effective dans les bétons à base de granulates poreux et donc de contrôler la porosité, la résistance à la compression.

## Auteurs

C. Samuel  
A. De Neef  
K. Prashantha  
M.F. Lacrampe  
J. Soulestin  
P. Krawczak

Mines Douai, Département Technologie des Polymères et Composites & Ingénierie Mécanique (TPCIM)  
941 rue Charles Bourseul,  
59508 Douai, France



## Polymères biosourcées piézoélectriques Plastification du polyamide-11 par des liquides ioniques et propriétés diélectriques

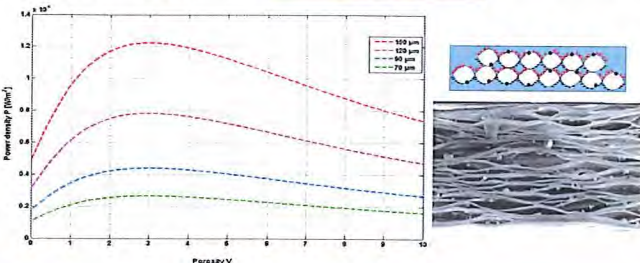
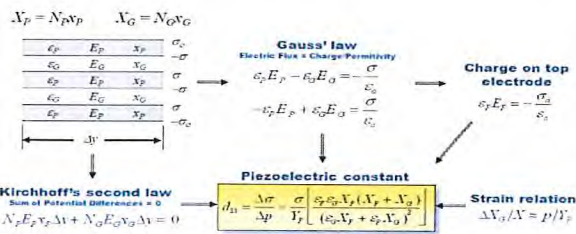
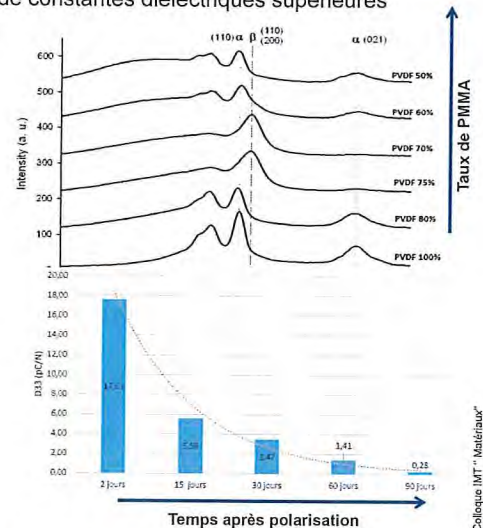
- **Objectifs:** Augmenter le nombre de dipôles électriques orientables sous champ électrique et la constante diélectrique du PA11
- **Méthode:** Compoundage avec des liquides ioniques de type phosphonium (Formulations étudiées: PA11-Arkema BNMO / Liquides ioniques IL104 & IL109)
- **Résultats:**
  - Baisse significative des températures de transition vitreuse (-10°C) et de fusion (-2°C) du PA11
  - Pouvoir plastifiant supérieur du liquide ionique à base de TFSI (IL109)
  - Augmentation du modules de conservation après ajout de 2 à 5% de Lis, liée à l'augmentation de la cristallinité du PA11
  - Augmentation de la constante diélectrique relative du PA11 après ajout d'ILs mais dégradation des performances piézoélectriques
  - Ajout de nanocharges envisagé pour réduire la conductivité des Lis et tirer partie de constantes diélectriques supérieures

| Formulation  | T <sub>α</sub> (°C) <sup>a</sup> | E' (MPa) <sup>b</sup> | T <sub>f</sub> (°C) <sup>c</sup> | ΔH <sub>f</sub> (J/g) <sup>c</sup> | T <sub>c</sub> (°C) <sup>c</sup> | ε <sub>r</sub> | d <sub>33</sub> (pC/N) |
|--------------|----------------------------------|-----------------------|----------------------------------|------------------------------------|----------------------------------|----------------|------------------------|
| PA11         | 47,0                             | 600                   | 190,7                            | 57                                 | 162,9                            | 3,1            | 0,4                    |
| PA11-2%IL104 | 46,6                             | 590                   | 189,8                            | 57                                 | 161,9                            | 3,3            | 0,2                    |
| PA11-5%IL104 | 42,7                             | 620                   | 188,3                            | 59                                 | 164,8                            | 4,2            | n.d.                   |
| PA11-2%IL109 | 42,6                             | 670                   | 189,2                            | 61                                 | 160,8                            | 3,2            | 0,2                    |
| PA11-5%IL109 | 38,5                             | 660                   | 188,1                            | 59                                 | 160,5                            | 4,5            | n.d.                   |

<sup>a</sup> Déterminé par DMA 1°C/min au pic de E''; <sup>b</sup> Déterminé par DMA à 30°C; <sup>c</sup> Déterminé par DSC en mode chauffe-refroidissement-chauffe à 10°C/min.

## Additivation des polymères fluorés de type PVDF Cristallisation du PVDF en phase β par ajout de PMMA ou PVP

- **Objectifs:** Favoriser la cristallisation de la phase β électroactive du PVDF
- **Méthode:** Elaboration de mélanges miscibles (Formulations étudiées : PVDF-Arkema Kynar 720 / PMMA ou PVP) – Collaboration avec l'UMONS (Mons, Belgique)
- **Résultats:**
  - Cristallisation de la phase électroactive/piézoélectrique β du PVDF obtenue pour 25-30wt% de PMMA ou 15wt% de PVP (étude par Flash DSC en cours pour déterminer le rôle des interactions spécifiques et de la miscibilité «partielle»)
  - Coefficient piézoélectrique d<sub>33</sub> maximal (~ 20pC/N) obtenu pour 25wt% de PMMA
  - Décroissance rapide de d<sub>33</sub> avec le temps (hypothèse de charges piégées aux interfaces à confirmer)
  - Nouveaux copolymères miscibles en cours de synthèse.



## Mousses polymères piézoélectriques Modélisation électromécanique de la récupération énergétique

- **Objectifs:** Mettre en évidence le potentiel des mousses dans les applications de type « Récupérateur Energétique »
- **Méthode:** Calculs théoriques de la puissance récupérée – Collaboration avec le LMCPA (Maubeuge)
- **Résultats:**
  - Puissance récupérée par cycle de déformation modélisée, sur la base des propriétés mécaniques et diélectriques et de la morphologie de la mousse (taux de porosité)
  - Taux de porosité optimal identifié, avec des densités de puissance récupérée potentiellement élevées
  - Validation expérimentale du modèle en cours sur des mousses extrudées (polyuréthanes et EVA)
  - Evaluation expérimentale de l'effet de la taille et de la forme en cours

## Problématique

### Protection et CEM (Compatibilité ElectroMagnétique)

- Limiter l'émission EM de composants, câbles et systèmes
- Protéger le monde vivant et / ou les équipements électroniques / électriques contre la pénétration des champs magnétiques et électromagnétiques
- Utilisation de « barrières » en un matériau qui possède à la fois des bonnes propriétés magnétiques et électriques
- Bonnes propriétés mécaniques pour boîtiers ou barrière physique
- Faible masse pour les applications transport.

### Tôlerie légère

- Faible masse pour les applications transport
- Propriétés mécaniques
- Blindage EM bidirectionnel

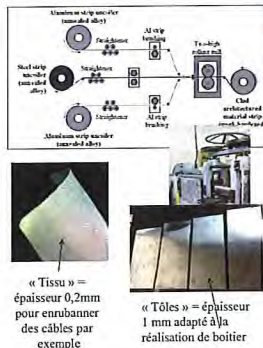


## Parties prenantes



## Auteurs

Yves Bienvenu,  
Centre des Matériaux  
Laurent Prévond  
SATIE / Cnam



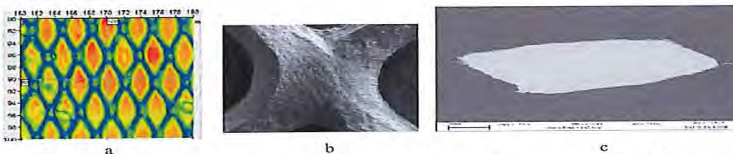
## Le produit

### Colaminage à froid

- Une grille de fer ou nickel entre 2 tôles d'aluminium
- Épaisseur de 100 microns à 2 mm (autre possible)
- Caractéristiques mécaniques adaptables par post traitement thermique, propriétés au moins supérieures aux aluminiums utilisés.
- Densité < 3
- Blinde EM mieux que le cuivre à même épaisseur,

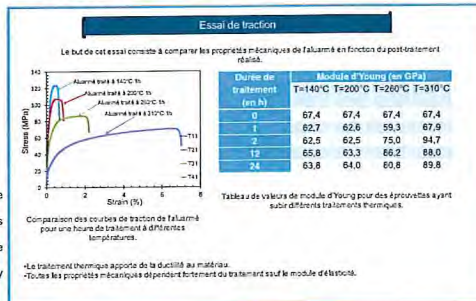
## Les études et essais

### Microstructure



- Mise en évidence de la grille d'acier et de sa liaison avec les tôles d'aluminium :
  - a) contrôle en microscopie acoustique d'une tôle composite 1mm,
  - b) état de la grille -métal déployé colaminé - après séparation de l'aluminium par pelage
  - c) grille de fer in situ : quelques îlots d'oxyde de fer sur l'interface.

### Caractérisations



**Remerciements**  
L'ANR et le LASIPS pour leurs financements émergence, A. KIABI et M. TEBIB pour leurs excellents travaux de recherche.  
Laurent DUPONT de l'IFSTAR pour les excellentes microscopies acoustiques.  
Nicolas COLLARD, ingénieur matériaux et inventeur de différents produits colaminés dont l'Aluarmé.  
Les membres de l'équipe ICMMO (Univ. Paris sud), Thierry BAUDIN, Anne Laure HELBERT et Hiba FEKIRI R. CAPLAIN et P. FRANCOIS, membres de l'équipe

**ALUARMÉ**  
Aluminium / Fer\*\*  
Multicouche en feuille

Applications typiques:  
- Blindage électromagnétique (CEM) (feuille de 0,1 à 2 mm ou en « barrière »)  
- Blindage et silence avec propriétés CEM en feu (0,2 à 4 mm)

L'ALUARMÉ = multicouche composite, sandwich Aluminium / Fer pour une masse et une faible densité (1-3) + propriétés mécaniques propres du matériau de base + propriétés électromagnétiques.

| Propriétés mécaniques                              |                       |
|--|-----------------------|
| Module d'élasticité à 20°C selon direction de base | 60 à 80 GPa (Alu/Alu) |
| Module d'élasticité à 20°C selon direction de base | 120 à 130 GPa         |
| Module d'élasticité à 20°C selon direction de base | 120 à 130 GPa         |
| Module d'élasticité à 20°C selon direction de base | 120 à 130 GPa         |
| Module d'élasticité à 20°C selon direction de base | 120 à 130 GPa         |

| Propriétés physiques et magnétiques        |                 |
|--|-----------------|
| Coefficient de dilatation thermique à 20°C | 20 µm/m/°C      |
| Coefficient de dilatation thermique à 20°C | 12 à 13 µm/m/°C |
| Coefficient de dilatation thermique à 20°C | 12 à 13 µm/m/°C |
| Coefficient de dilatation thermique à 20°C | 12 à 13 µm/m/°C |
| Coefficient de dilatation thermique à 20°C | 12 à 13 µm/m/°C |

| Propriétés chimiques |         |
|----------------------|---------|
| Composition chimique | Alu/Alu |
| Composition chimique | Alu/Alu |
| Composition chimique | Alu/Alu |
| Composition chimique | Alu/Alu |
| Composition chimique | Alu/Alu |

| Propriétés d'absorption et de réflexion |                             |
|---|-----------------------------|
| Application de plaque                   | Efficacité de blindage (dB) |
| Application de plaque                   | Efficacité de blindage (dB) |
| Application de plaque                   | Efficacité de blindage (dB) |
| Application de plaque                   | Efficacité de blindage (dB) |
| Application de plaque                   | Efficacité de blindage (dB) |

Document non contractuel

## Perspectives

- caractériser l'Aluarmé dans des applications in situ (boîtier et câble)
- Modélisation par homogénéisation de l'Aluarmé faible épaisseur en collaboration avec le GEEPS (Xavier Minger)
- Etudier les microstructures avec et sans ARB : multiColaminage chez ICMMO (Anne Laure Helbert et Thierry Baudin)



## Parties prenantes



## Auteurs

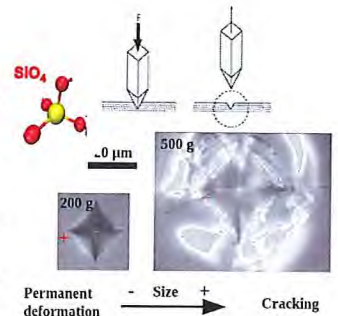
G. Kermouche, G. Molnar,  
P. Ganster  
(EMSE)  
J. Teisseire  
(Saint-Gobain)  
A. Tanguy, C. Martinet  
(Université de Lyon)  
J. Michler, G. Guillonneau  
(EMPA-Thoune)  
E. Barthel  
(ESPCI)

## Partenaires

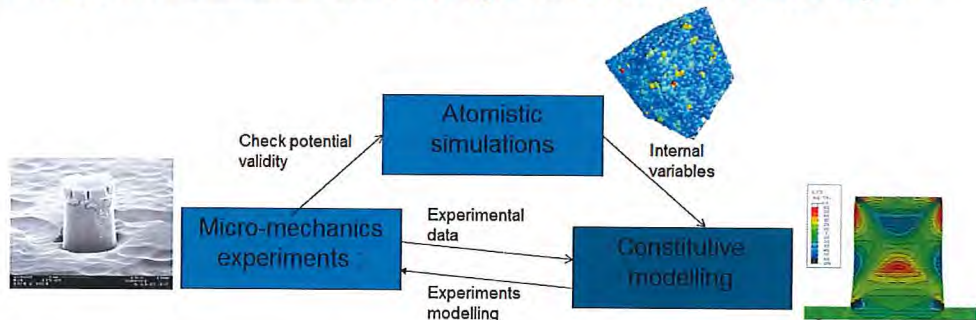


## Contexte

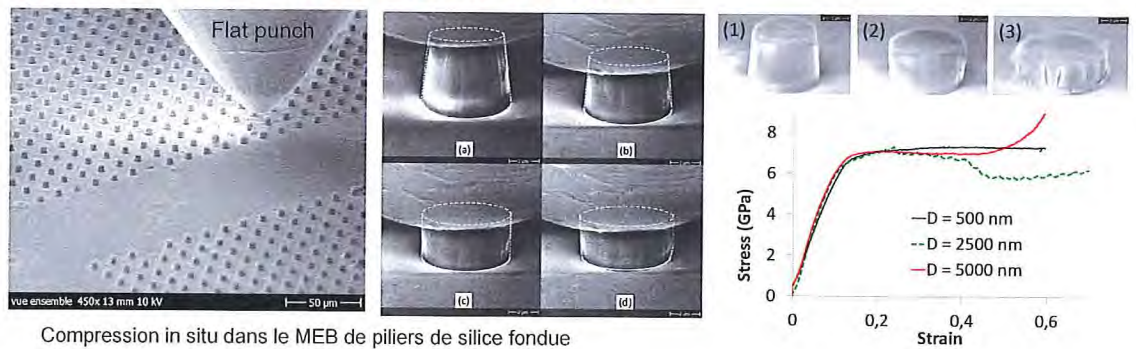
- Les verres silicatés sont l'archétypes des matériaux amorphes fragiles
- A l'échelle du micron, ils peuvent s'écouler plastiquement et ainsi présenter une ductilité similaire à celle des métaux les plus mous
- Contrairement aux métaux, les verres silicatés peuvent se densifier de façon permanente (jusqu'à 20%).
- Il semble exister un lien entre la plasticité microscopique et la fragilité macroscopique
- Les résultats présentés dans ce poster résument les travaux menés dans le cadre de l'ANR MultiSil et du Labex Manutech-SISE sur la modélisation multi-échelle du comportement plastique des verres silicatés



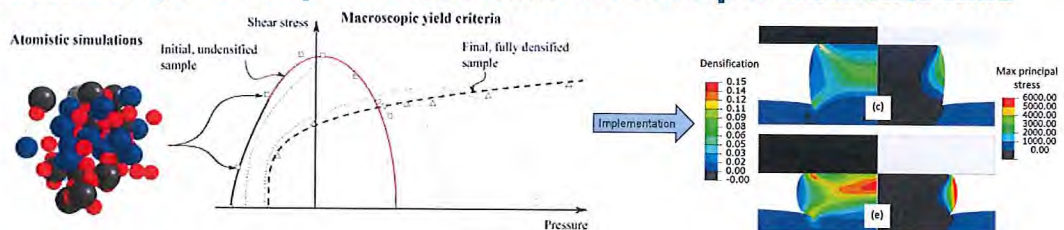
## Une approche multi-échelle expérimentale et numérique



## Résultats expérimentaux : Des micro-piliers de verre qui se déforment comme de la pâte à modeler



## Modélisation : une loi de comportement identifiée par simulation atomistique et implémentée dans un code par éléments-finis



## Perspectives

- Ecoulement plastique et
  - fragilité macroscopique
  - biréfringence
  - signature spectroscopique
  - texturation laser
- Vers des verres ultradurs
- Matériaux de structure pour nanosystèmes ?
- Polissage des verres

1. G. Kermouche, E. Barthel, D. Vandembroucq and P. Dubujet, "Mechanical modelling of indentation-induced densification in amorphous silica", *Acta Materialia*, 56, (13), 2008, pp. 3222-3228  
 2. A. Perriot, E. Barthel, G. Kermouche, C. Querrel, and D. Vandembroucq, "On the plastic deformation of soda-lime glass: a cr3+ luminescence study of densification", *Phil. Mag A* 91, 2011, pp 1245-1255  
 3. R. Lacroix, G. Kermouche, J. Teisseire, E. Barthel, "Plastic deformation and residual stresses in silica pillars under uniaxial loading", *Acta Materialia*, 60 (15), 2012, pp 5555 - 5566  
 4. B. Mantisi, A. Tanguy, G. Kermouche, E. Barthel, "Detailed study of the Atomistic response of a Model Silica Glass under Shear and Pressure", *European Physical Journal B*, 85 (9), 2012, art No 34  
 5. B. Mantisi, G. Kermouche, E. Barthel, A. Tanguy, "Impact of pressure on plastic yield in amorphous solids with open structure", *Physical Review E*, Accepted in February 2016  
 6. G. Kermouche, G. Guillonneau, J. Michler, J. Teisseire, E. Barthel, "Perfectly plastic flow of silica glass", *Acta Materialia*, Major revision, February 2015  
 7. G. Molnar, P. Ganster, A. Tanguy, E. Barthel, G. Kermouche, "Densification dependent yield criteria for sodium silicate glasses - an atomistic simulation approach", *Acta Materialia*, Minor revision, March 2015

## Parties prenantes



## Auteurs

Permanents du département  
Mécanique physique et Interfaces  
du centre SMS

Sciences des Matériaux et des  
Structures

Krzysztof WOLSKI

Frédéric CHRISTIEN

Jacques STOLARZ

Cédric BOSCH

Vincent BARNIER

David DELAFOSSE

Claire ROUME

Yoann GARNIER

Max BOUDES

Gilles BLANC

Doctorants(thèses en cours)

Diego de LEYSER

Jean-Gabriel SEZGIN

Clément GAYTON

Elia TOHME

## Partenaires



Exemple d'un endommagement  
dans un matériau de structure,  
dû à la présence de l'hydrogène  
(acier 18MND5, acier de cuve)

## Contexte

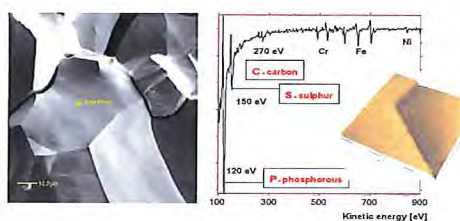
La durabilité des matériaux et des structures en service est un défi majeur de notre société. Dans ce contexte, notre contribution est centrée sur l'analyse et la modélisation de l'endommagement et de la fissuration des alliages métalliques sous environnement corrosif. Elle se décline en deux thématiques : Endommagement intrinsèque et Endommagement sous environnement corrosif.

## Endommagement intrinsèque

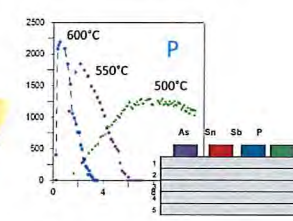
- Ce type d'endommagement résulte du vieillissement thermique et sous irradiation des alliages métalliques.
- Les principaux phénomènes d'endommagement sont précipitation et ségrégations fragilisantes.
- Notre démarche est basée sur la reproduction de l'endommagement constaté en service à l'aide de tests de laboratoire, l'analyses des causes d'endommagement au moyen d'outils expérimentaux de pointe (MEB-FEG, spectrométrie Auger/XPS, microscopie AFM, analyses EBSD) et la modélisation physique.



Laboratoire « Analyses de surface » équipé  
d'une spectrométrie Auger/XPS dédié aux  
études de l'endommagement (vieillessement  
des aciers de cuve des réacteur REP)



Exemple d'une rupture intergranulaire avec mise en évidence  
de la ségrégation du soufre et du phosphore conduisant au  
glissement intergranulaire et rupture en service (matériaux :  
nickel, acier inox, superalliages base nickel)



Exemple de la cinétique de ségrégation  
en surface du phosphore (étude du  
vieillessement des aciers 16-20 MND5  
utilisés pour les composants des  
réacteurs nucléaires : cuve, générateur  
de vapeur, pressuriseur)

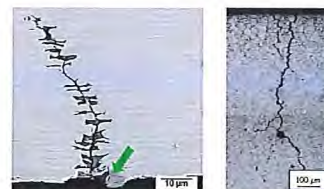
## Endommagement sous environnement corrosif

- Ce type d'endommagement résulte d'une action simultanée d'un chargement mécanique et de l'environnement (eau de mer, milieux pétroliers, milieu primaire des réacteurs à eau pressurisée).
- Dans ces conditions, l'endommagement des matériaux est principalement dû aux phénomènes de la corrosion sous contrainte (CSC), de la fragilisation par l'hydrogène (FPH) et de la fatigue-corrosion (FC)
- Notre démarche est située aux interfaces de la métallurgie physique, de l'électrochimie, de la mécanique et de la physico-chimie des surfaces et permet de proposer des modèles prédictifs de durée de vie en service (modèles continus de type diffusion avec piégeage et simulations numériques, modèle de Krom ci-dessous).

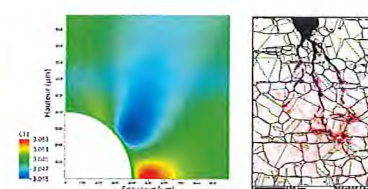


Laboratoire « Mécanique - corrosion »  
permettant de reproduire l'endommagement  
et la fissuration constatés en service (dus  
aux phénomènes de corrosion sous  
contrainte et de fatigue-corrosion)

$$\left(1 + \frac{C_T}{C_L} \left(1 - \frac{C_T}{N_T}\right)\right) \frac{\partial C_L}{\partial t} = \nabla \cdot (D_L \nabla C_L) - \nabla \cdot \left(\frac{D_L \bar{V}_H}{RT} C_L \nabla \sigma_h\right) - \theta_T \frac{\partial N_T}{\partial \epsilon_p} \dot{\epsilon}_p$$



Deux exemples de fissuration due à  
l'environnement agressif : transgranulaire  
avec dissolution d'une phase (acier duplex,  
milieu H2S, à gauche) et intergranulaire  
(alliage 600, milieu PWR, à droite)



Cadre théorique posé par l'équation de diffusion  
piégeage, simulation de la surconcentration  
d'hydrogène dans le champs des contraintes  
élastiques et mesure EBSD du champ de  
déformation plastique autour d'une fissure

Ces thématiques s'appuient sur des partenariats industriels dans les secteurs oil&gas (APERAM, Institut de la Corrosion, GENERAL ELECTRIC) et nucléaire (AREVA, EDF).

## Introduction

Les alliages à forte entropie (HEA, high entropy alloys) apparaissent dans la littérature scientifique dès 2004. Ces matériaux sont formés par au moins 5 éléments chimiques présents en quantités entre 5 et 35 % at., avec une préférence donnée aux compositions équiatomiques.

Ces compositions, proches du centre d'un diagramme de phases quinaire, présentent une entropie de configuration maximale dont la valeur peut être suffisante pour stabiliser une solution solide, y compris à de températures basses.

La famille CoCrFeMnNi (structure c.f.c) se situe parmi les premières nuances des HEA. Elle est probablement la plus prometteuse.

Depuis 2004, de très nombreuses compositions chimiques ont été étudiées. Des structures différentes (c.f.c, c.c., h.c) et des compositions impliquant des éléments allant de plus courants (Al, Fe, Cu, ...) à des plus rares (Hf, Zr, Nb, ...), ont été analysées à la recherche de propriétés nouvelles. Dans les différentes classes de ces matériaux, des caractéristiques prometteuses ont été identifiées : par exemple, des propriétés magnétiques élevées associées à la décomposition spinodale d'une solution solide. Cependant, la recherche de bonnes propriétés mécaniques reste encore la principale motivation des chercheurs.

## Motivations et procédure expérimentale

- Objectif de l'étude : optimisation de la composition chimique d'une nuance CoCrFeMnNi non-équiatomique.
- Démarche : analyse des diagrammes de stabilité de phases (calcul ThermoCalc).
- Critère de recherche : large étendue de l'existence de domaine monophasé ; absence de phases fragiles (telles que  $\sigma$  Fe-Cr).
- Fabrication d'alliages de compositions sélectionnées par fusion en nacelle froide (Centre SMS).
- Transformation des lingots : par martelage à chaud ou par laminage à froid.

Cette démarche a permis la formulation, la caractérisation et la protection par brevet d'une nuance originale A3S (austenitic superstainless steel).



Fusion en nacelle froide. Contact : varillon@emse.fr

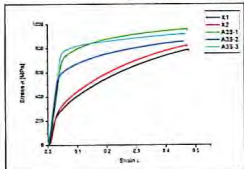


Une barre forgée et un lingot coulé en CoCrFeMnNi. Centre SMS, 2013

Dans ce qui suit, son comportement sera comparé à celui des alliages X1/X2 (CoCrFeMnNi équiatomique), issus de la bibliographie.

## La nuance A3S

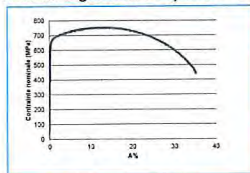
$Re > 700$  MPa ( $T$  ambiante)



Compression à 25° C : A3S vs X1/X2

possède une structure austénitique, y compris à froid (-150° C). Cette structure est amagnétique. Ses caractéristiques mécaniques sont prometteuses :

... un allongement à rupture > 30%



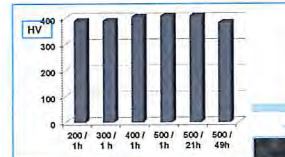
A3S-1, Essai de traction, 25° C

... une très bonne résilience à froid (LN2)



Résilience de l'A3S à froid : forte énergie de rupture à -150° C

... une très bonne stabilité de propriétés en température



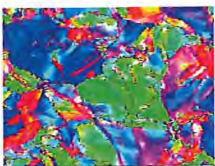
Dureté (HV) de l'A3S en fonction des conditions de recuit. Matériau laminé à froid (90 % de réduction de section)

Microstructure (MET sur une lame FIB) après recuit 500° /49h

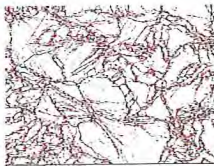


## Microstructure de l'alliage A3S. Effet de la température

\* Etat « brut de forge » : formation de sous-grains de taille nanométrique (cellules de taille 100-150 nm)



Microstructure de l'alliages A3S brut de forge :



EBSD



MET

\* La restauration et/ou la recristallisation semblent difficiles ...

\* Recuit 600° C/48h : traces de restauration



A3S ; images MET

\* Recuit 600° C/1 mois : coexistence des structures «restaurées» et « recristallisées »



## Conclusions

**A3S, nouvelle génération d'Inox austénitiques?**  
 $Re$  (25° C) : > 700 MPa ; bonne ductilité ; bonne résilience à froid. Structure austénitique stable.

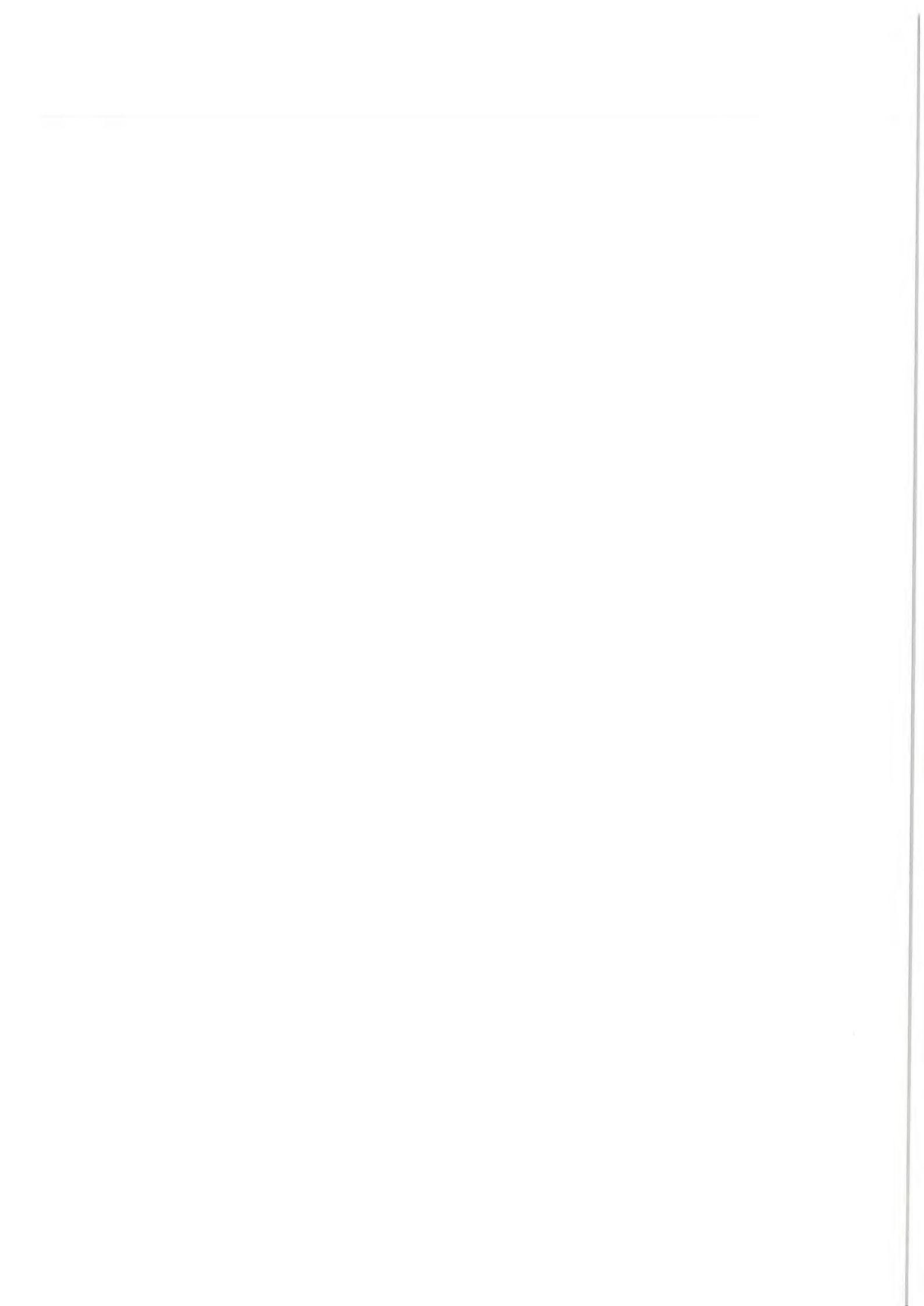
### Origines des propriétés observées ?

- Grande facilité de formation de nanostructures, même en traitement thermomécanique à chaud ;
- Stabilité thermique de la nanostructure ;
- Difficulté de recristallisation par maillage (qui est observé dans l'alliage X1)

### Mécanismes élémentaires mis en jeu

- Déformation par le mouvement de dislocations ;
- Et ... cherchez la faute (d'empilement !!!)

## **5. MINIATURISATION, MICRO ET NANO-SYSTEMES**







# Control the mechanical performance of innovative materials in on-board microelectronic components designed for spatial applications



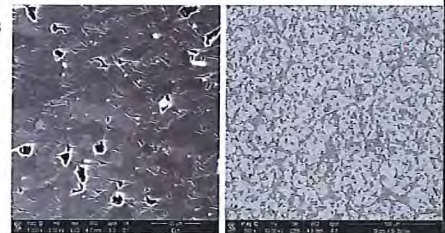
## OBJECTIVES & MATERIALS

### Objectives

- Material characterization (dimensioning physical parameters representative thermomechanical tests)
- Determining a suitable sizing method
- Experimental validation of the theoretical approach
- Definition of new design rules for spatial components

### Materials

- Alumina HTCC d'EGIDE
- Spray deposited Si-Al CE9F by Sandvik Osprey



Microstructure of Alumina HTCC (left) and AISi CE9F (right)

### Authors

D. Mauduit<sup>1,2</sup>  
T. Cutard<sup>1</sup>  
G. Dusserre<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Université de Toulouse, Mines Albi, ISAE, INSA, UPS, Institut Clément Ader Campus Jarlard, 81013 Albi cedex 09

<sup>2</sup> CNES, 18 Avenue Edouard Belin, 31400 Toulouse Partnership



## APPROACH, METHODS & RESULTS

### Experimental approach

- Determination the Young's modulus, coefficient of thermal expansion for the materials and analysis of the impact of temperature on these mechanical properties through different measurements (acoustic resonance, DMA, dilatation).
- The Weibull model is used for both material to account for their brittle behavior. Identification of Weibull parameters of materials and highlighting the volume effects, allowing rupture predictions for both materials.

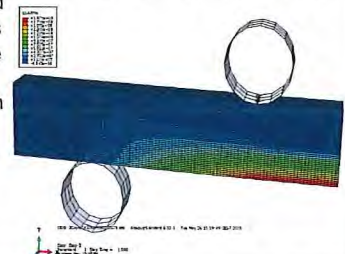
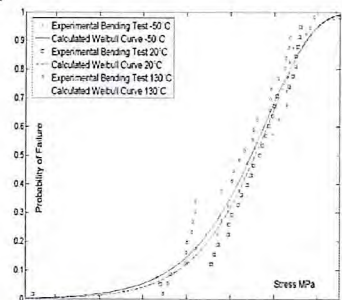
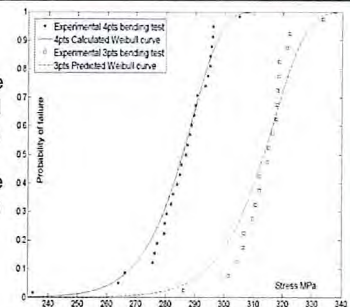
$$P = 1 - \exp \left[ -V \left( \frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^m \right]$$

- Analysis of the temperature effect on the strength of the spray deposited Si-Al alloy and on the Weibull parameters.

| Temperature                     | -50°C | 20°C | 130°C |
|---------------------------------|-------|------|-------|
| Average Failure Stress (MPa)    | 283   | 283  | 282   |
| Weibull Parameters of AISi CE9F |       |      |       |
| Weibull Modulus m               | 27,9  | 29,8 | 29,4  |
| Scale Parameter (MPa)           | 304   | 303  | 300   |

### Simulation Study

- Create the Weibull model inside Abaqus using user-subroutine and considering the temperature effect on the Weibull parameters. The model is based on the theory of the equivalent volume and considers the volume effect in the simulation.
- Tests & Simulation on an electronic entry/exit components made with Alumina containing conductive tracks .



## CONCLUSIONS

- Determine the mechanical properties of both materials and the temperature impacts
- Identify the Weibull parameters and highlighting the volume effects
- Realize simulations using the volume effects to estimate the probability of failure. Only applied on simple problems

## PERSPECTIVES

- Study the impact of thermal cycle on the mechanical properties of AISi CE9F
- Realize simulations on real geometries of chips packaging
- Create the guideline to design components made by AISi CE9F and alumina HTCC

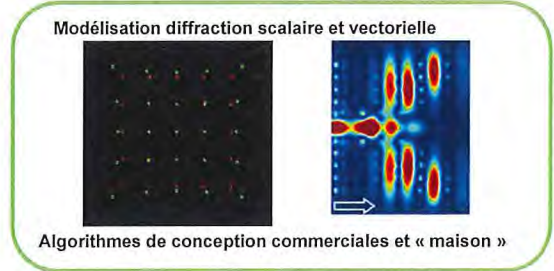
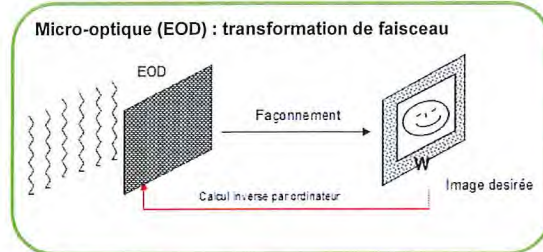


Plate-forme ARAGO

## Auteurs

Kevin Heggarty  
Jean-Louis de Bougrenet  
Bruno Fracasso  
Vincent Nourrit  
Maina Sinou  
Khalil Chicka  
Julien Le Meur  
Yoran Eli-Pigeon

## 1. Micro-optique diffractive : modélisation et conception



## Partenaires

### Industriels:

Sury's  
Safran Morpho  
LightTrans GmbH  
Holotetris  
Valeo

### Académiques:

ENS Lyon  
Telecom Strasbourg  
UCL (Londres)  
ONERA

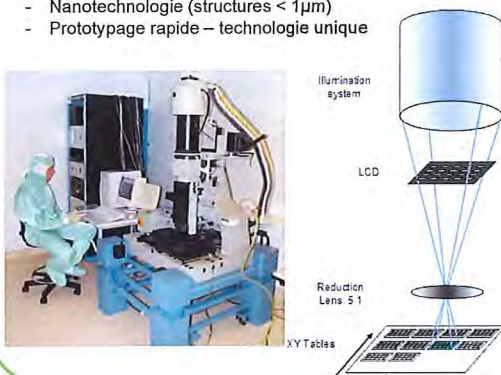
### Projets

ANR DocScope  
ANR LiveFace  
OSEO Nanolam

## 2. Fabrication et caractérisation

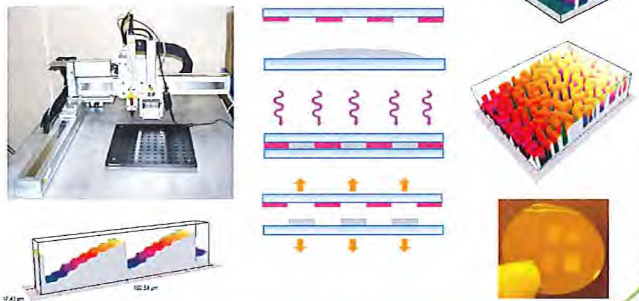
### Fabrication massivement parallélisée

- LCD imagé en photorésine (projets EU)
- Nanotechnologie (structures < 1µm)
- Prototypage rapide – technologie unique



### Réplication par nano-imprint

- Fabrication petites séries – industrialisation
- Surfaces 30x30cm
- Fidélité réplcation < 1nm
- Nouveaux matériaux optiques performants



## 3. Applications

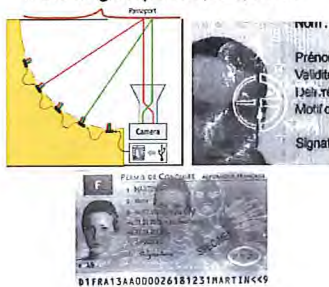
### Hologrammes de sécurité:

- transfert technologie Sury's
- structures et effets commercialisés
- brevets déposés et en cours



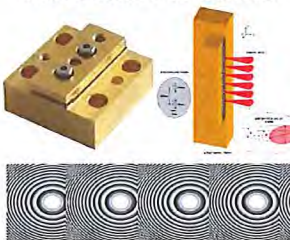
### Scanneur documents sécurité:

- multi-angle/spectre, UV, IR ...



### Usinage laser

- mise en forme de faisceau



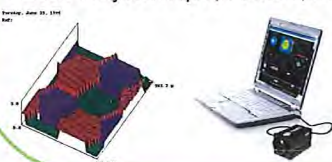
### Nano-fabrication parallèle:

- Polymérisation deux photos
- EOD matrice de points
- « nano-impression » 3D



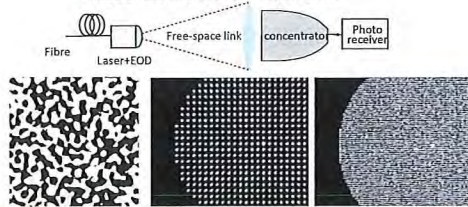
### Analyse de front d'onde

- Ecole Polytechnique, Phasics, EDF ...



### LiFi

- mise en forme de faisceau



### Reconnaissance Biométrique

- illumination structurée par EOD

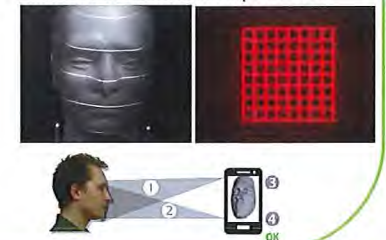




Plate-forme ARAGO

## Auteurs

Laurent Dupont  
Jean-Louis de Bougrenet  
Daniel Stoenescu  
Bernard Della  
Samir Abbas  
Stephen Legall  
Suman Kaylan Manna

### Partenaires Académiques:

LAAS  
INSA Rennes  
LPN  
Université de Lens  
CEA LETI - CEA LIST

### Partenaires Industriels:

NEXTER Systems  
VALEO  
ORTHOPTICA  
E3S  
XPAND  
LCTEC  
EVOSENS

### Projet ANR

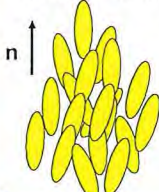
FASTUNE  
HYPOCAMP  
NASTAROD

## 1) Le matériau cristal liquide: structure et propriétés

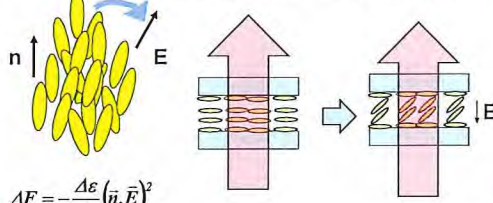
**Phase CL Nématique**

Anisotropie diélectrique et optique:

$$\Rightarrow \epsilon = \begin{pmatrix} \epsilon_{\perp} & 0 & 0 \\ 0 & \epsilon_{\perp} & 0 \\ 0 & 0 & \epsilon_{\parallel} \end{pmatrix}$$



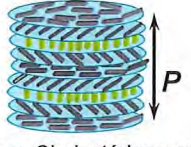
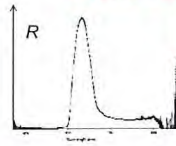





$$\Delta\epsilon = \epsilon_{\perp} - \epsilon_{\parallel}$$


Réorientation du nématique sous champ électrique



$$\Delta F = -\frac{\Delta\epsilon}{2} (\vec{n} \cdot \vec{E})^2$$

## 2) Grande variété de structurations de la phase nématique - Diversité des effets électrooptiques:

|  |   |   |  |
|--|---|---|--|
|  <p><b>Phase nématique:</b><br/>Modulation de biréfringence:<br/>modulation de phase<br/>Modulation de polarisation<br/><b>Temps de réponse: 1-10 ms</b></p>  |  <p><b>Phase Cholestérique:</b> Phase nématique + structure hélicoïdale = Stop-band optique: Réflectivité dans bande spectrale étroite<br/><b>Temps de réponse: 1-10 ms</b></p>   |  <p><b>Cristal liquide dispersé dans du polymère</b><br/>Contrôle électrique de la diffusion optique<br/><b>Temps de réponse: 0,1-10 ms</b></p>  |  <p><b>Cristal liquide stabilisé par du polymère</b><br/>Même modulation que le nématique mais dynamique plus rapide<br/><b>Temps de réponse: 1 ms</b></p>  |
|--|---|---|--|

## 3) Applications:

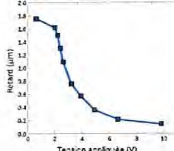
**Optoélectronique:** LASER accordable en longueur d'onde, cristal liquide intra-cavité Fabry-Perot

Modulation d'indice intra-cavité:



Épaisseur de cellule: 6 µm

$\Delta n = 0.26$  dans le visible



Hybridation de la puce LASER:

µ-cellule hybridée sur puce (vue MEB)



**Peau active pour camouflage:**

Ecran CL réfléchit



**Réalité augmentée:**

Ecran commutable transparent / diffusant



**Filtre Ryser** pour le traitement de l'amblyopie

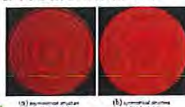


**Cinéma 3D**

Lunette active obturante

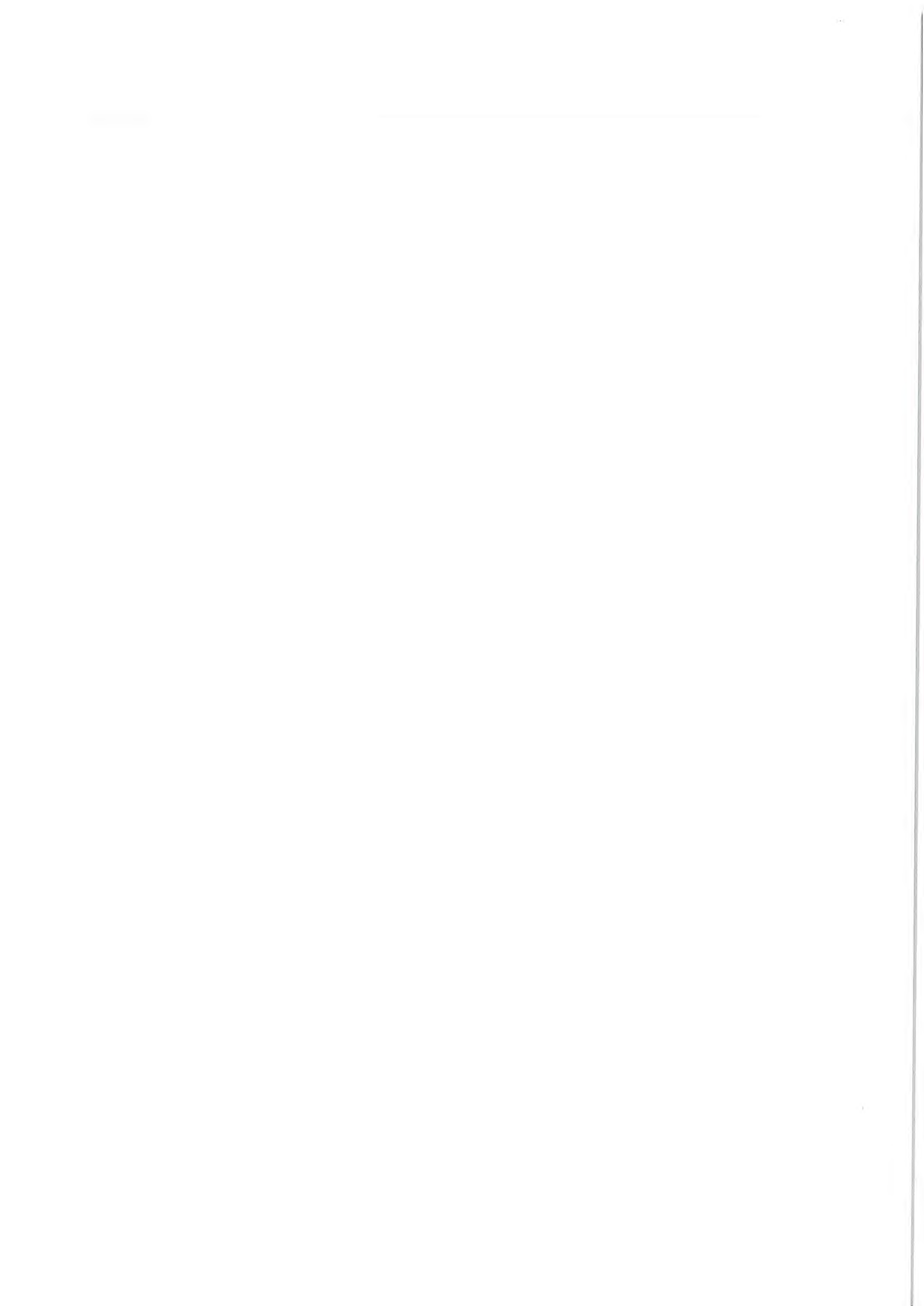


**Micro-lentille:** Réfractive à cristal liquide et à focale variable

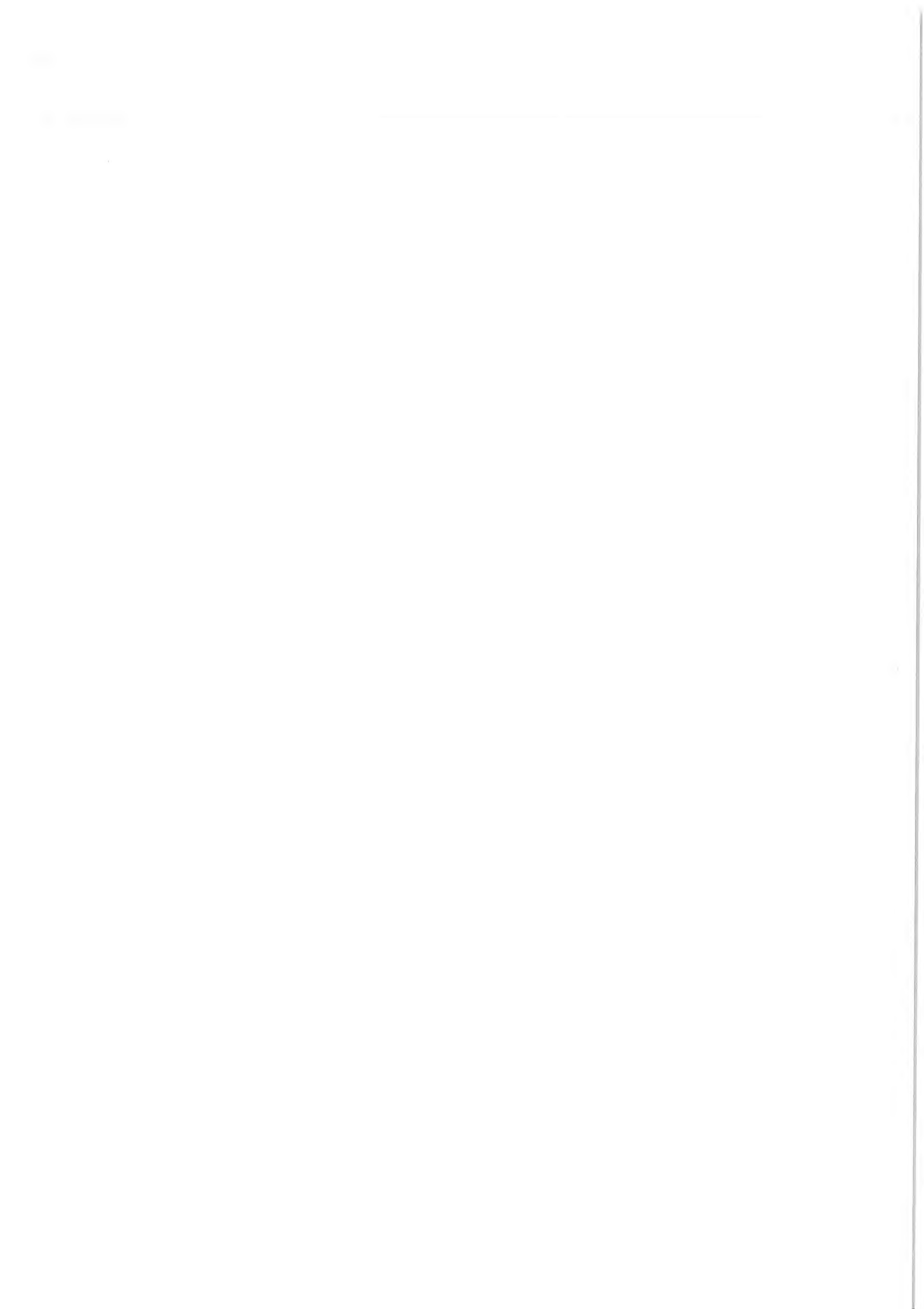


**Systèmes anti-éblouissement**





## **6. MATERIAUX ET ASPECTS PSYCHOSensoriels**



## Parties prenantes



## Auteurs

Souad Mbarek (A, P)  
Bernard Monasse (P)  
Alain Burr (P)  
Didier Perrin (A)  
Jean-Christophe Quantin (A)  
Olivier Etteradossi (A)  
Hélène Garay (A)  
Valérie Desauziers (A)  
Joana Beigbeder (A)  
Petr Dokladal (P)  
Antoine Goblet (P)  
Johan Debayle (SE)  
Renée Charrière (SE)  
Jenny Faucheu (SE)  
Jean Charles Pinoli (SE)

## Partenaires



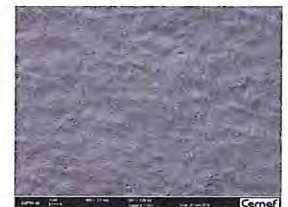
Centre de Morphologie  
Mathématique

Centre C2MA  
POLE MPA  
Pôle RIME

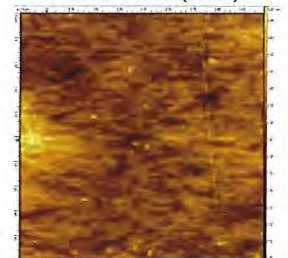
Centre SMS  
Centre SPIN

## Maîtriser les conditions de recyclage pour obtenir des pièces aux propriétés d'aspect

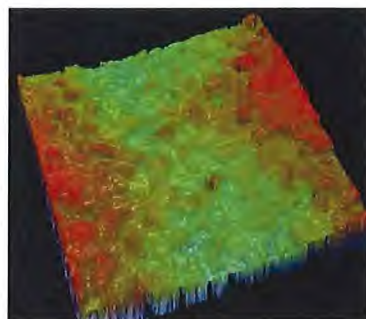
- Les matériaux recyclés sont généralement cachés car ils ne présentent pas les propriétés d'aspect requises par l'industrie pour être acceptables pour le consommateur.
- Injections successives de polypropylène (matériau très largement répandu) en faisant varier les conditions d'injection et en pollutant certaines pièces par un autre polymère (ABS/PC) avec des surfaces brillantes (lisses) et mates (grainées) - déterminées par plans d'expériences utilisant la méthodologie d'algorithme d'échange.
- Mesurer les propriétés d'aspect et confronter les mesures à la perception d'observateurs qui vont permettre de définir un seuil d'acceptation,
- Rechercher la cause de la variabilité des propriétés dans les évolutions de rugosité et de microstructure.
- Prédire les propriétés optiques par simulation de la réflectivité des surfaces rugueuses,



surface lisse (MEB)



surface lisse (AFM)

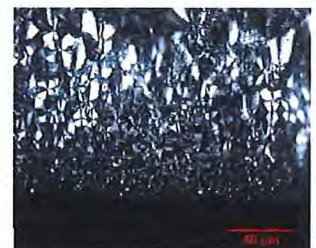


## Etude multipartenaires

- Etude dans un domaine large ne pouvant être menée par un seul partenaire,
- Mines d'Alès : coloration, injection et recyclage par injection suivant un plan d'expériences; mesure des propriétés d'aspect et test par un panel d'observateurs; analyse de l'évolution de l'odeur et des propriétés tactiles.
- Mines Paristech : mesure locale de la réflectivité et recherche de la contribution de la couche superficielle; mesure de la rugosité de surface; modélisation de la réflectivité dépendant de la rugosité de la surface.
- Mines de Saint-Etienne : mesure de la réflectivité des surfaces grainées. Caractérisation colorimétrique.

## Principaux nouveaux résultats

- Le recyclage, jusqu'à 4 fois, permet d'obtenir des pièces d'aspect acceptables, diminue l'émission d'odeurs et ne change pas les propriétés de toucher.
- Les évolutions, en fonction des paramètres d'injection et de recyclage, sont les mêmes sur les surfaces lisses et grainées,
- Les conditions d'injection modifient la rugosité et jouent un rôle équivalent à des recyclages multiples.
- La présence de pollutant ABS/PC augmente la brillance et donne des pièces acceptables.
- Les particules grossières d'ABS/PC se divisent finement au cours des injections pour donner des filaments de diamètre nanométrique.
- La réflectivité dépend de la rugosité mais aussi de la zone de peau en injection d'une épaisseur inférieure à 100 microns.
- La rétrodiffusion de la lumière s'explique à l'échelle la plus fine à l'intérieur des organisations semi-cristallines (sphérolites).
- La réflectivité des surfaces rugueuses est prédite, mais nécessite la prise en compte de plus faibles échelles de rugosité et de la diffusion de la couche superficielle.



## Auteurs

Célia Badji  
Hélène Garay  
Joana Beigbeder  
Anne Bergeret  
Jean-Charles Bénézet  
Valérie Desauziers

## Propriétés du biocomposite Polypropylène /fibres de chanvre et maintien de ces propriétés en usage

- Une utilisation potentielle de ce biocomposite se trouve dans l'habitacle automobile, soit un environnement clos, pouvant être soumis à des températures élevées.
- Caractérisations des propriétés du biocomposite :
  - ❖ Émissions de COV (Composés Organiques Volatils)
  - ❖ Couleur, brillance, aspect de surface
  - ❖ Propriétés mécaniques
- Impact du vieillissement naturel sur ces propriétés.



Supports sous vitrage inclinés à 45°, exposition Sud.

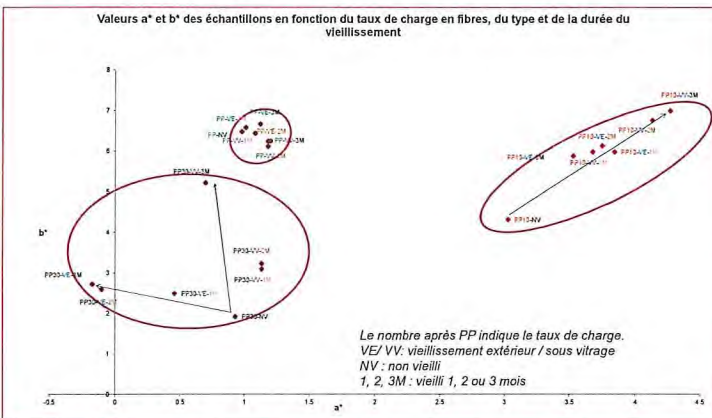
## Essais en cours

- 2 teneurs en fibres de chanvre (10 et 30 % en masse)
- 2 types d'éprouvettes (Haltères ISO 1A) pour les essais mécaniques et éprouvettes de 10 \*10 cm pour les caractérisations visuelles et mesures d'émissions de COV
- Vieillessement sous vitrage (VV) et en extérieur (VE) pendant 12 mois. Prélèvement à des temps intermédiaires de 1 mois, 2 mois, 3 mois, 6 mois, 9 mois et 1 an.

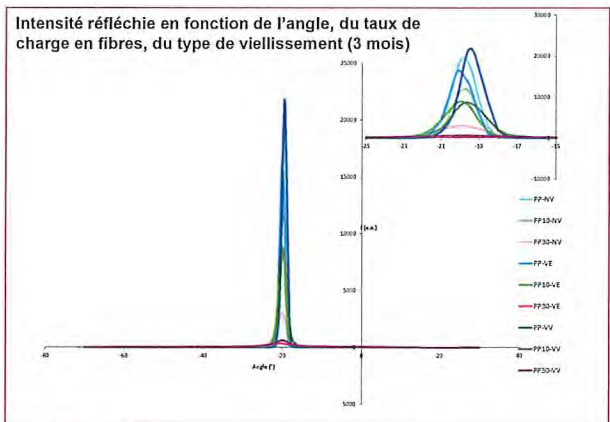
## Méthodologie

- Aspect visuel : Spectro(gonio)photométrie.
- Aspect de surface : rugosimétrie confocale
- Emissions de COV : détermination de la concentration à l'interface matériau/air par échantillonnage passif grâce à une méthode développée au laboratoire (DOSEC-SPME)
- Propriétés mécaniques : essais en flexion

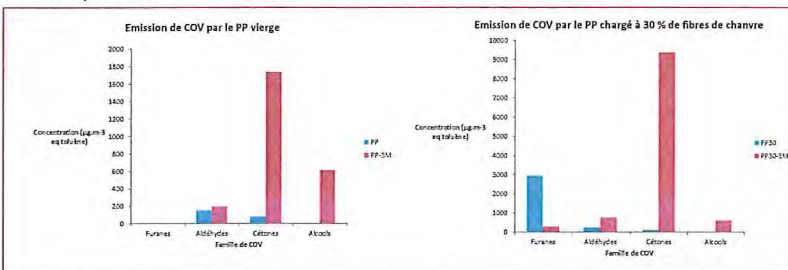
## Premiers résultats



Dans le système colorimétrique CIE Lab, a\* représente l'axe vert-rouge et b\* l'axe bleu-jaune. La chromaticité des échantillons est dictée par le taux de fibres, plus que par le vieillissement. Les valeurs des échantillons PP30 sont plus dispersées, montrant une plus grande hétérogénéité due à la présence des fibres. Les variations de a\* et b\* dues au vieillissement sont assez faibles, d'autant plus que les barres d'erreur –non représentées ici pour conserver une lisibilité– sont assez importantes.



Cette figure montre que l'intensité spéculaire diminue à la fois avec le taux de charge et le vieillissement du composite. Le décalage angulaire du spéculaire indique probablement un défaut de planéité des éprouvettes.



La concentration à l'interface matériau/air en certaines molécules (regroupées ici par familles chimiques) est suivie dans le temps. Le vieillissement induit un phénomène d'oxydation qui provoque l'émission de composés différents du matériau neuf comme les cétones ou les alcools. Les furanes sont des composés émis par les fibres car ils ne sont pas présents pour le PP vierge. Les alcanes émis par le PP sont également suivis et sont en cours d'exploitation.

*Remarque : Les essais mécaniques sont en cours et les résultats ne sont pas encore disponibles pour ces échantillons.*

## Conclusions

- Le vieillissement des biocomposites a plusieurs conséquences : baisse des performances mécaniques, modification de l'aspect visuel, modification de l'état de surface, modification des émissions de COV.
- Ces modifications sont liées à la dégradation de certaines substances des fibres (lignine en particulier) mais également de certaines molécules du PP par le phénomène d'oxydation. Les sous-produits obtenus peuvent être émis dans l'air selon leur propriétés physico-chimiques

## Perspective

- Quels sont les liens entre les différents symptômes du vieillissement (causal, temporel,...)?





# Emissions olfactives induites par les plastiques et composites: Caractérisation et remédiation par optimisation des formulations et des procédés de mise en œuvre des matériaux



## Auteurs

D. Rusu<sup>1</sup>, C. Henneuse<sup>2</sup>,  
V. Ducruet<sup>3</sup>, MF. Lacrampe<sup>1</sup>,  
P. Krawczak<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Mines Douai, Department of Polymers and Composites Technology & Mechanical Engineering (TPCIM), 941 rue Charles Bourseul, F-59508 Douai

<sup>2</sup> CERTECH (CEntre de Ressources TEchnologique en CHimie) ZI C, rue Jules Bordet, B-7180 Senefte,

<sup>3</sup> INRA, UMR 1145 Food Process Engineering, 1 Avenue des Olympiades, F-91300 Massy

## Partenaires

Projet SENSOPLAST (2008-12)



Projet COMPOSENS (2016-20)



## Financiers



## OBJECTIF GENERAL DES PROJETS SENSOPLAST & COMPOSENS

### Etudier l'aspect émissif et sensoriel des matériaux plastiques & composites

- Identifier les défauts sensoriels de différents matériaux polymères tout au long de leur vie



- Proposer des améliorations pour limiter l'apparition et/ou l'émission de molécules générant des défauts sensoriels



## CONTRIBUTION DE MINES DOUAI

### 1. Application Emballages Plastiques Alimentaires

- Mise en forme – Caractérisation multi-échelle après chaque étape de mise en forme – Estimation de l'état de dégradation => Estimation du risque de générer des néoformés à potentiel toxique/odorant
- Emballage rigide de type barquette – à base de plastique biosourcé, le polylactide (PLA)

### 2. Applications en Milieux Confinés (ex. habitacle auto)

- Mise en forme des biocomposites PLA +10 wt% fibres de cellulose – Caractérisation multi-échelle et des interfaces matrice/fibres – Estimation de l'état de dégradation des polymères
- Développement de formulations à faible odeur globale, à l'aide d'agents de remédiation absorbants

## EXEMPLE DE RESULTATS : Cas d'une barquette en PLA

- Emission de composés organiques volatils par le polymère, même dans le cas d'une faible dégradation du PLA (mise en forme)
- Profil des COVs émis par le matériau fonction de son historique de mise en forme

