



Département de Génie Mécanique

MEMOIRE DE FIN D'ETUDE

En vue de l'obtention du diplôme de :

MASTER

En Génie Mécanique

Option : Fabrication Mécanique et Productique

Présenté par :

HADJOUCI Abdennour

Thème

Etude rhéologique de quelques polymères thermoplastiques

Devant le jury composé de :

NOM et Prénom	Grade	Qualité
SLAMANI Mohamed	Professeur	Président
BEDDA Abdelmalik	MAA	Encadreur
AMROUNE Saleh	MCA	Examineur

Année Universitaire : 2021 / 2022

N° d'ordre : GM/...../2022

Dédicaces

Je m'incline devant Dieu le Tout Puissant qui m'a ouvert la porte du savoir et m'a aidé à l'affranchir

À mes très chers parents qui sont la source de ma réussite

A mes très chers frères et chère sœur

A mes très chers amis.

*A mon encadreur « **M. BEDDA ABDELMALIK** »*

Une spéciale dédicace à mes collègues

A tous mes amis du département de Génie Mécanique

Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier Dieu le tout puissant qui m'a donné la santé, le courage et la patience pour mener à bien ce modeste travail

Merci, Dr. BEDDA ABDELMALIK qui a dirigé ce travail, pour sa disponibilité, ainsi que pour son soutien tout durant de réalisation de ce manuscrit.

Nous remercions ainsi le chef département de génie mécanique et tout le staff enseignants et administratifs qui ont contribué de près ou de loin pour assurer notre formation

Nous adressons aussi nos remerciements à toutes les personnes qui, de près comme de loin, ont contribué à ce travail que ce soit par leur participation ou leur encouragement

Je tiens à remercier sincèrement les membres du jury qui me font le grand honneur d'évaluer ce travail

HADJOUCI ABDENNOUR

Résumé

Les polymères montrent un comportement rhéologique qui doit être pris en compte lors de l'utilisation ou la production de ces types de matières, comme la **viscosité** du produit fondu, la fluidité, les propriétés **viscoélastiques**, le comportement thermique, la **température de vitrification**, le vieillissement, etc. Plusieurs tests et méthodes d'analyse sont utilisés pour optimiser les propriétés du polymère jusqu'à ce qu'il réponde à toutes les exigences.

Les tests rhéologiques sont utiles pour

- Contrôle de qualité des polymères, par exemple en déterminant la viscosité, les paramètres viscoélastiques et la masse molaire
- Amélioration du comportement du traitement des polymères, par exemple le moulage par injection, l'extrusion, le filage de fibre, etc.
- Optimisation du produit fini (par exemple les matériaux plastiques dans la production automobile)

ملخص

تُظهر البوليمرات سلوكًا ريولوجيًا يجب مراعاته عند استخدامها أو إنتاج هذه الأنواع من المواد ، مثل اللزوجة الذاتية ، والسيولة ، وخصائص اللزوجة المرنة ، والسلوك الحراري ، ودرجة حرارة التزجيج ، والشيخوخة ، إلخ. يتم استخدام العديد من الاختبارات وطرق التحليل لتحسين خصائص البوليمر حتى يلبي جميع المتطلبات. الاختبارات الريولوجية مفيدة ل

- مراقبة جودة البوليمرات ، على سبيل المثال عن طريق تحديد اللزوجة ومعايير اللزوجة المرنة والكتلة المولية
- تحسين سلوك معالجة البوليمر ، مثل القلوبة بالحقن ، والبثق ، وغزل الألياف ، إلخ.
- تحسين المنتج النهائي (مثل المواد البلاستيكية في إنتاج السيارات

Summary

Polymers exhibit rheological behavior that must be considered when using or producing these types of materials, such as melt viscosity, fluidity, viscoelastic properties, thermal behavior, vitrification temperature, aging, etc. Several tests and analysis methods are used to optimize the properties of the polymer until it meets all requirements.

Rheological tests are useful for

- Quality control of polymers, for example by determining viscosity, viscoelastic parameters and molar mass
- Improved behavior of polymer processing, eg injection molding, extrusion, fiber spinning, etc.
- Optimization of the finished product (eg plastic materials in automotive production)

Table des matières

Introduction générale	1
Chapitre I. Généralité sur la rhéologie	2
I.1. Histoire de la rhéologie	2
1.2. Définition de la rhéologie	2
1.3. Paramètres rhéologiques	3
I.3.1 La viscosité	3
I.3.2 Seuil d'écoulement	5
I.3.3. Élasticité	6
I.3.4. Plasticité	6
I.4. Comportement rhéologique des matériaux	7
I.4.1 Fluides newtoniens et non newtoniens	7
1.5. Effet de la température sur le comportement rhéologique	9
I.6 Les thermoplastiques	10
I.7. Propriétés mécaniques des polymères thermoplastiques	10
I.8. Modelisation d'un écoulement thermoplastique	11
Chapitre II. Modèles en rhéologie des polymères	14
Introduction	15
II.1. Généralités sur les modèles en rhéologie des polymères	15
II.2. Propriétés rhéologiques des polymères	16
II.3. Les différents modèles de viscosité	17
II.3.1. Modèle Newtonien	17
II.3.2. Loi puissance:	19
II.3.3. Modèle de Carreau	20
II.3.4. Modèle de Ellis	21
II.3.5. Modèle de Cross	22
II.4. Modèle Pseudo-plastique thermo-dépendant:	23
II.4.1. Equation de Williams-Landel-Ferry (WLF)	24
II.4.2. Loi d'Andrade	24
II.4.3. Loi de puissance	24

Chapitre III. Essais mécaniques des plastiques Essais rhéologiques et thermiques	25
Introduction	25
III.1. Détermination des propriétés rhéologiques à l'état solide	25
III.2. Méthodes d'oscillations libres	27
III.2.1. Pendule de torsion	27
III.2.2. Pendule de flexion	29
III.3.2. Excitation impulsionnelle	33
III.4. Méthodes de vibrations forcées	33
III.5. Méthodes de propagation d'ondes	35
III.6. Détermination des caractéristiques thermomécaniques de volume	36
III.6.1. Coefficient de dilatation thermique et retrait	36
III.6.2. Températures conventionnelles	38
III.6.2.5. Température de fragilité à froid	40
III.7. Détermination des caractéristiques mécaniques de surface	40
III.7.1. Essais de dureté	40
III.8. Méthodes statiques	41
III.8.1. Pénétreurs sphériques	41
III.8.2. Pénétreurs coniques	41
III.9. Autres méthodes	42
III.9.1. Méthodes dynamiques	42
III.10. Essais tribologiques	43
III.10.2. Taux d'usure	45
III.10.3. Limite pression-vitesse pv	47
III.10.4. Résistance à la rayure	48
III.10.5. Résistance à la cavitation	48
III.10.6. Essais de rugosité	48
III.10.7. Essai de choc superficiel	50
Chapitre IV. Application de la viscosimétrie pour calcul de la masse macromoléculaire	55
Introduction	55
IV.1. Détermination	55
IV.2. Typologie	55

IV.4. Relation entre viscosité et concentration	56
IV.4.1. Équation de Huggins	57
IV.4.2. Équation de Kraemer	57
IV.4.3. Approximation de Solomon-Ciuta	57
IV.5. Etude du cas du polypropylène PP	58
IV.5.1. Exemple de pesée	58
IV.5.2. Exploitation des résultats	58
IV.5.2. Détermination	60
Conclusion générale	61
Bibliographie globale	62

Introduction générale

Un matériau polymère présente ses propres caractéristiques rhéologiques uniques. Ainsi, différentes théories sont nécessaires pour interpréter les résultats expérimentaux du comportement rhéologique de différents matériaux polymères. Cependant, à l'heure actuelle, nous ne disposons pas d'une théorie complète qui puisse décrire le comportement rhéologique de certains matériaux polymères et nous devons donc recourir à des corrélations empiriques pour interpréter le comportement rhéologique observé expérimentalement de ces matériaux. Il est donc juste d'affirmer qu'une compréhension complète du comportement rhéologique de tous les matériaux polymères reste en effet un véritable défi.

La rhéologie des polymères est la science qui traite de la déformation et de l'écoulement des matériaux polymères. Puisqu'il existe une variété de matériaux polymères, nous pouvons classer la rhéologie des polymères en différentes catégories en fonction de la nature des matériaux polymères.

La viscosité est l'un des paramètres rhéologiques importants dans la science des polymères. À l'état liquide ou en solution concentrée les polymères sont caractérisés par une viscosité très élevée.

D'après la théorie des écoulements laminaires, les liquides sont considérés comme un empilement de couches de liquides. Chaque couche est animée d'un mouvement relatif par rapport à la couche voisine. Des forces de frottement F tangentielles apparaissent et sont appelées forces de cisaillement.

Pour comprendre ce domaine complexe qui est un domaine large qui regroupe beaucoup de secteurs de recherches, on a divisé le travail en quatre parties :

Dans la première on a décrit une vue globale sur la rhéologie ainsi que les paramètres sur laquelle repose ainsi la viscosité qui est un paramètre primordial dans le domaine des solutions polymères.

Dans la deuxième partie on a décrit les modèles rhéologiques importants en définissant les paramètres de chacun.

Le troisième chapitre est une démarche descriptive des méthodes rhéologiques à l'état solide ainsi que certains paramètres thermiques et tribologiques qui sont tous des domaines de la rhéologie.

Dans la quatrième partie on a donné un exemple typique de détermination de la masse macromoléculaire en utilisant une étude viscosimétrique du cas du polypropylène PP.

Chapitre I. Généralité sur la rhéologie

I.1. Histoire de la rhéologie

Le terme rhéologie a été inventé par Eugene « C. Bingham », professeur au Lafayette College, en 1920, à partir d'une suggestion d'un collègue, « Markus Reiner ». Le terme a été inspiré par le aphorisme de Simplicius (souvent attribuée à Héraclite), « Panta Rhei » (πάντα ῥεῖ , « tout coule », et a été d'abord utilisé pour décrire l'écoulement des liquides et la déformation des solides. Elle s'applique aux substances qui ont une microstructure complexe, telles que boues, suspensions, les polymères et autres formes de verre (par exemple, les silicates), ainsi que de nombreux aliments et additifs, les fluides corporels (par exemple, le sang) et autres matériaux biologiques, et d'autres matériaux qui appartiennent à la classe des matières molles telles que les aliments. [1]. [2]

1.2. Définition de la rhéologie

Rhéologie (/riˈɒlədʒi/ ; du grec ῥέω RHEO, « flux » et λογία, logia, « étude de la rhéologie est l'étude de l'écoulement de la matière, essentiellement dans un état liquide ou gazeux, mais aussi en tant que "solides mous" ou solides dans des conditions dans lesquelles ils répondent par un écoulement plastique plutôt que de se déformer élastiquement en réponse à une force appliquée. [3]

La rhéologie des polymères est la science qui traite de la déformation et de l'écoulement des matériaux polymères. Puisqu'il existe une variété de matériaux polymères, nous pouvons classer la rhéologie des polymères en différentes catégories en fonction de la nature des matériaux polymères par exemple :

- 1- la rhéologie des polymères homogènes.
- 2- la rhéologie des mélanges de polymères miscibles.
- 3- la rhéologie des mélanges de polymères non miscibles.
- 4- la rhéologie des polymères chargés de particules.
- 5- la rhéologie des fibres de verre renforcées polymères.
- 6- la rhéologie des nanocomposites organoargileux.
- 7- la rhéologie des mousses polymériques.
- 8- la rhéologie des thermodurcissables.
- 9- la rhéologie des copolymères blocs.
- 10- la rhéologie des polymères cristallins liquides.

Chacun de ces matériaux polymères présente ses propres caractéristiques rhéologiques uniques. Ainsi, différentes théories sont nécessaires interpréter les résultats expérimentaux du comportement rhéologique de différents matériaux polymères.

Cependant, à l'heure actuelle, nous ne disposons pas d'une théorie complète qui puisse décrire le comportement rhéologique de certains matériaux polymères et nous devons donc recourir à des corrélations empiriques pour interpréter le comportement rhéologique observé expérimentalement de ces matériaux. Il est donc juste d'affirmer qu'une compréhension complète du comportement rhéologique de tous les matériaux polymères reste en effet un véritable défi. [4]

1.3. Paramètres rhéologiques

La viscosité est une des propriétés permettant de caractériser un fluide, mais il en existe d'autres, telles que la plasticité ou l'élasticité. Toutes ces disciplines sont rassemblées sous la même science appelée rhéologie, qui est l'étude de la déformation et de l'écoulement de la matière.

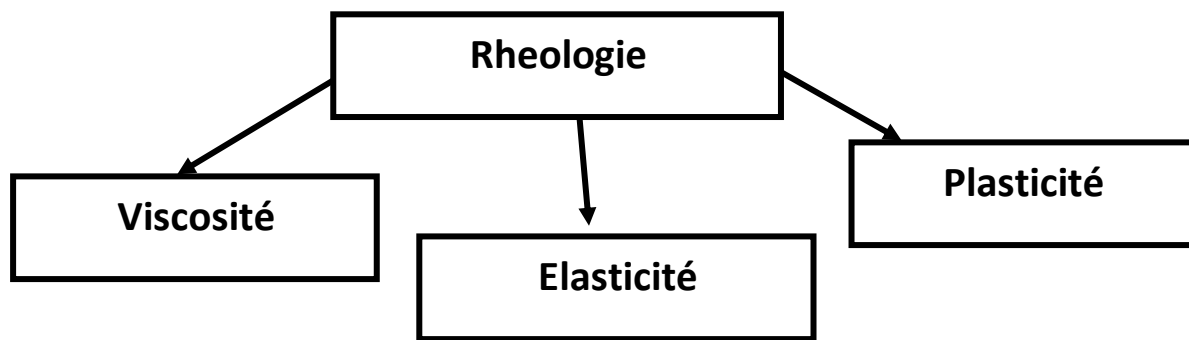


Figure 1. Paramètres « étudiés en rhéologie

1.3.1 La viscosité

La viscosité est définie comme la résistance à l'écoulement d'un liquide. Beaucoup de matériaux utilisés par les dentistes passent de l'état liquide à l'état solide dans la bouche du patient. Leurs propriétés à l'état liquide sont importantes à connaître afin d'ajuster leur comportement à leur application. Sous l'influence de forces faibles, comme celle de la gravité, certains matériaux vont pouvoir s'écouler : ce sont les liquides. La gravité a permis de rompre les forces liant les molécules. Ces mêmes forces se rétablissent ensuite lorsque le système sera à nouveau en équilibre.

Parfois l'écoulement est très facile car les forces sont extrêmement faibles (l'eau, le mercure, l'alcool...). Si ces forces sont plus importantes et plus nombreuses, alors l'écoulement devient plus lent et la viscosité du liquide est plus élevée. D'après la théorie des écoulements laminaires, les liquides sont considérés comme un empilement de couches de liquides. Chaque couche est animée d'un mouvement relatif par rapport à la couche voisine. Des forces de frottement F tangentielles apparaissent et sont appelées forces de cisaillement.

Par définition, la viscosité dynamique ou apparente est le rapport entre la contrainte de cisaillement sur le taux de cisaillement. Le système le plus courant fait appel à la rotation d'un cylindre (principe de Searle) dans le liquide dont on souhaite évaluer la viscosité. Il est possible de réguler soit le taux de cisaillement, soit d'imposer la contrainte de cisaillement. [5]

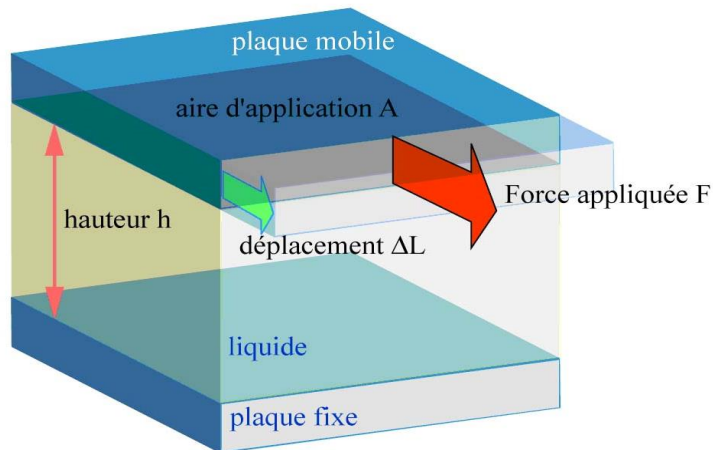


Figure 2 : Schéma du principe de la mesure de la viscosité

Dans la figure 2, une plaque se déplace tangentiellement à la surface d'un liquide de hauteur h selon une force appliquée F . Son déplacement, conséquence de l'application de F , est de ΔL . La surface d'application de la force correspond à l'aire de la plaque A . La contrainte de cisaillement τ est donnée par la formule :

$$\tau = F/A$$

F étant la force appliquée tangentiellement à la surface du matériau (en Newton)

A : étant la surface d'application (en m^2)

τ : est alors exprimé en Pa

Nous pouvons calculer la déformation :

$$\gamma = \Delta L / h$$

ΔL : est le déplacement (en m)

h : est la hauteur du liquide (en m)

γ : est la déformation (sans unité)

Le taux de cisaillement est la déformation rapportée au temps :

$$\dot{\gamma} = \Delta \gamma / \Delta t$$

La viscosité dynamique est donc établie par la formule :

$$\mu = \tau / \dot{\gamma} = \text{contrainte de cisaillement} / \text{taux de cisaillement}$$

L'unité internationale est le Pascal-seconde, **Pa.s**.

Quelques exemples de viscosités sont donnés dans le **tableau 1**.

Substance	Viscosité limite à 20°C en milliPascal seconde (mPas)
Eau	1
Lait	5-10
Huile d'olive	100
Huile de machine	1000
Miel	10000

I.3.2 Seuil d'écoulement

Rhéologie des fluides à seuil Afin de caractériser au mieux les propriétés des fluides à seuil, il est utile de distinguer les fluides à seuil simples – dont le comportement ne dépend pas, ou peu, de l'histoire d'écoulement – des fluides à seuil thixotropes. Pour déterminer qualitativement à quelle catégorie un matériau appartient a priori, il suffit de comparer son aspect après un malaxage vigoureux et après un long temps de repos : s'il garde la même consistance dans ces deux situations, il s'agit vraisemblablement d'un fluide à seuil simple ; s'il est plus pâteux après un long temps de repos et redevient liquide après remalaxage, il s'agit d'un matériau thixotrope. Dans une expérience rhéologique, la manifestation macro-scopique de la thixotropie la plus classiquement observée est ce qu'on appelle « boucle de thixo-tropie », c'est-à-dire la réponse hystérétique d'un matériau thixotrope lorsqu'on le soumet à une histoire de cisaillement cyclique, qui montre que le matériau a un comportement qui dépend de son histoire de cisaillement. A l'inverse, dans une telle expérience, la réponse d'un fluide à seuil reste la même au cours de la rampe croissante et de la rampe décroissante, un fluide à seuil simple se caractérise en particulier par des contraintes seuil statique et dynamique identiques.[6]

I.3.3. Élasticité

Propriété physique d'un corps de reprendre sa forme initiale après suppression de la sollicitation. Le corps est parfaitement élastique s'il retrouve complètement sa forme originale après suppression de la charge. Il est partiellement élastique si la déformation produite par les forces externes ne disparaît pas complètement lorsque celles-ci sont annulées. L'expérience montre que, si l'on ne dépasse pas une limite de déformation et donc une contrainte donnée (appelée limite élastique), les matériaux tels que l'acier et les alliages métalliques en général peuvent être considérés comme parfaitement élastiques, En ce qui concerne les matériaux composites à matrice polymère, on peut les considérer, dans une première approximation, comme parfaitement élastiques, mais dans la réalité, certains phénomènes de relaxation et de fluage apparaissent (surtout dans le cas de drapage suivant plusieurs directions, ce qui est le plus souvent le cas).

I.3.4. Plasticité

La plasticité d'une matière, d'un individu ou d'un tissu physiologique dénote respectivement sa malléabilité, son adaptabilité à des situations nouvelles, sa capacité d'auto- reconstitution en cas de lésion [7].

Par analogie, nous définissons la plasticité d'une interface comme étant sa capacité à s'adapter aux contraintes matérielles et environnementales dans le respect de son utilisabilité.

Dans cette optique, le téléphone portable devrait, en lieu public, automatiquement commuter vers un mode vibreur.

La plasticité apparaît ainsi comme une forme particulière d'adaptation :

- Elle vise une adaptation à la plate-forme cible et à l'environnement .
- Elle s'autorise, comme moyens d'action, des modifications de l'arbre des tâches et des techniques de rendu .
- Elle ne présuppose, en revanche, ni l'occurrence, ni l'acteur en charge de l'adaptation.

Dans cet espace problème, la multimodalité apparaît comme une source potentielle de solution. Nous nous y consacrons dans la section suivante. [8]

I.4. Comportement rhéologique des matériaux

I.4.1. Fluides newtoniens et non newtoniens

Un corps Newtonien est un liquide qui présente une viscosité constante (quelque soit vitesse de cisaillement ou la contrainte appliquée). L'eau est un corps newtonien.

Un corps non Newtonien est un liquide dont la viscosité mesurée est apparente car elle dépend de la vitesse de cisaillement ou de la contrainte appliquée.

Une autre expression des caractéristiques rhéologiques d'un liquide est obtenue par la formule :

$$\text{Contrainte de cisaillement} = K(\text{taux de cisaillement})^n$$

où K et n sont des constantes (à température et pression fixes)

Si n est égal à 1, alors la contrainte de cisaillement est directement proportionnelle au taux de cisaillement. Dans ce cas, la viscosité est constante. Le liquide possède alors un comportement Newtonien.

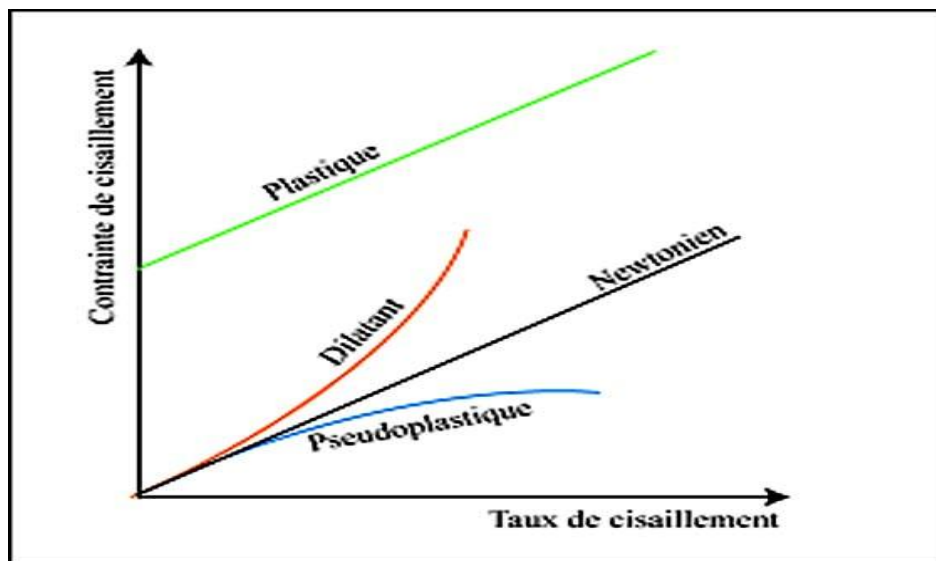


Figure 3. Courbes de comportement de différents liquides

Les fluides rhéofluidifiants ou pseudoplastiques ont une viscosité qui diminue si la contrainte ou si la vitesse de cisaillement augmente. Les suspensions de particules asymétriques ont souvent ce comportement : plus on cisaille vite, plus ces particules

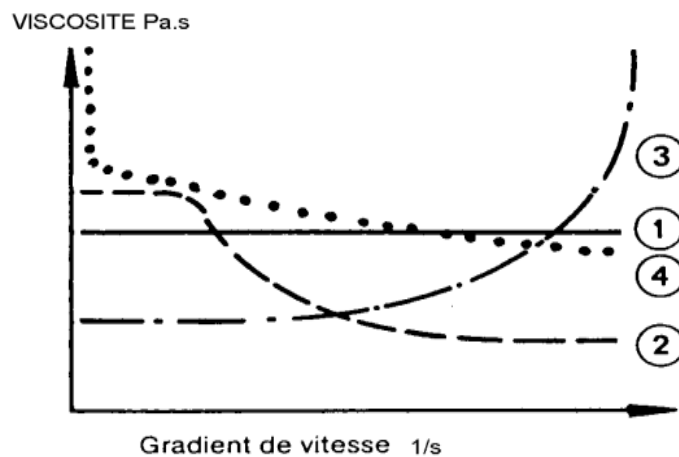


Figure 4. Courbes caractéristiques de viscosité

s'orientent dans le sens de l'écoulement et leurs interactions de frottement diminuent. C'est le cas du sang, des polymères liquides à longue chaîne (**figure 3**).

A l'inverse, **les liquides rhéoépaississants** ou dilatants présentent une viscosité qui augmente si la vitesse ou la contrainte de cisaillement augmente. Certains amidons dans l'eau présentent ce comportement.

Les liquides plastiques ne s'écoulent qu'à partir d'une certaine contrainte appelée seuil d'écoulement. Ils sont caractérisés par une contrainte de cisaillement seuil τ_c en dessous de laquelle l'écoulement n'est pas possible. Autrement dit, lorsqu'ils sont soumis à une contrainte très faible, leur viscosité est tellement forte qu'ils ne peuvent pas s'écouler spontanément à une échelle de temps acceptable pour l'observateur.

Une pâte dentifrice présente ce type de comportement car il ne s'écoule pas spontanément. C'est la contrainte de brossage qui lui permet de s'écouler.

Un fluide est thixotrope si sa viscosité, à vitesse de cisaillement constante, diminue au cours du temps à condition que ce phénomène soit réversible. Si le phénomène n'est pas réversible, c'est une modification de structure qui est la cause de la baisse de la viscosité en fonction du temps. Parmi les matériaux à application dentaire, nous pouvons citer les ciments eugénate de zinc et les élastomères polyéthers.

- *Fluides Newtoniens (courbe 1).*
- *Fluides rhéofluidifiants (courbe 2).*
- *Fluides rhéoépaississants (courbe 3).*
- *Fluides plastiques (courbe 4).*

1.5. Effet de la température sur le comportement rhéologique

La viscosité d'un polymère fondu dépend de la température. D'une façon générale, la viscosité à cisaillement constant diminue lorsque la température augmente. On constate une différence selon que l'on se trouve dans le domaine newtonien (faible vitesse de cisaillement) ou dans la partie pseudo-plastique. L'effet de la température sur la viscosité est d'autant plus faible que la vitesse de cisaillement est grande, ce qui se traduit par une convergence des courbes à vitesse de cisaillement élevée. Deux équations sont les plus utilisées pour exprimer le comportement de la viscosité en fonction de la température. La première équation est définie comme l'équivalent d'une équation d'Arrhenius

$$\eta = Ae^{\frac{E^*}{RT}}$$

Où A est une constante, R est la constant de gaz parfait, T est la température absolue et E^* est l'énergie d'activation. Fournissant un ajustement raisonnable pour une grande variété de données, ce modèle a été largement utilisé à des températures élevées pour exprimer le comportement viscosité- température des polymères fondus.

La deuxième équation est l'équation de WLF qui peut s'exprimer comme suit :

$$\log \frac{\eta}{\eta_r} = \frac{C_1(T - T_r)}{C_2 + T - T_r}$$

C_1 et C_2 sont des constantes et l'indice r se réfère aux propriétés de référence. L'équation de WLF est généralement applicable dans la gamme supérieure à T_g à environ $T_g + 100^\circ\text{C}$. A des températures plus élevées le modèle d'Arrhenius prédit un E^* petit et similaire pour tous les polymères.

1.6 Les thermoplastiques

Le polyéthylène est le plus courant des thermoplastiques. Ceux-ci sont souvent décrits comme des polymères linéaires. Ce qui signifie qu'il n'y a pas de liaison covalente. Entre les chaînes (sinon quelques ramifications occasionnelles). C'est la raison pour laquelle les thermoplastiques se ramollissent au chauffage : les liaisons secondaires qui relient les molécules les unes aux autres fondent, et le matériau s'écoule comme un liquide visqueux, ce qui permet sa mise en forme. Les molécules des polymères linéaires ont des masses très variables, et elles se rangent dans une grande variété de configurations. Certains, comme le polystyrène, sont amorphes ; d'autres, dont le poly_ éthylène. Cristallisent partiellement. La dispersion des masses moléculaires et de l'organisation de la matière fait que les thermoplastiques n'ont pas de point de fusion bien défini. Au contraire, leur viscosité décroît sur un certain intervalle de température, comme celle des verres non organiques. Les thermoplastiques sont fabriqués en mettant bout à bout (c'est-à-dire en polymérisant) des unités plus petites (monomères) pour former des longues chaînes. [10]

Les polymères utilisés sont essentiellement des thermoplastiques techniques qui présentent à l'état vierge de bonnes caractéristiques mécaniques. Un renforcement à l'aide des fibres courtes leur confère une tenue thermique et mécanique améliorée et une bonne stabilité dimensionnelle, sont des matrices réversibles.

En fonction de la polymérisation on obtient différents produits qui sont :

- les PVC (Chlorure de Polyvinyle),
- les polyéthylènes,
- les polystyrènes
- les polypropylènes

I.7. Propriétés mécaniques des polymères thermoplastiques

Les résistances mécaniques sont variables suivant la composition chimique. Dans l'ensemble les polymères sont souvent plus résistants et plus légères que les pièces métalliques assurant les mêmes fonctions.

La résistance à la traction et à la compression ainsi que la dureté dépendent essentiellement de la nature et de la cohésion entre les chaînes de polymères. La résistance au choc est liée non seulement à la cohésion intermoléculaire, mais aussi à la dissipation de l'énergie dans le matériau : un plastique mou est moins cassant qu'un plastique dur.

Quelques résistances des plastiques usuels sont résumées dans le (tableau 2) suivant [11]

Tableau 2 : Quelques propriétés des polymères thermoplastiques

Polymères		Densité (g/cm-3)	Température de fusion (°C)	Résistance compression (MPa)	Limite délasticité (MPa)	Module de Young (GPa)	Allongement à la rupture (%)
Thermoplastiques	Polyéthylène haute densité (PEHD)	0.94 à 0.95	200	15 à 23	25	1	50
	Polyéthylène basse densité (PEBD)	0.90 à 0.93	120 à 170	7 à 10	15	0.2	500

Polychlorure de vinyle (PVC)	1.4	125	20 à 50	40	2 à 3	20 à 70
Polyéthylène téréphtalate (PET)	1.34	200 à 255	12 à 15	20	2.7 à 4.1	40
Poly styrène (PS)	1.04	160	10 à 30	15	2.3 à 4.1	3
Poly propylène (PP)	0.90	165	12 à 35	15	1.3	20

I.8. Modélisation d'un écoulement thermoplastique

Les polymères thermoplastiques possèdent deux régions où la viscosité est indépendante du gradient de vitesse (figure 4).

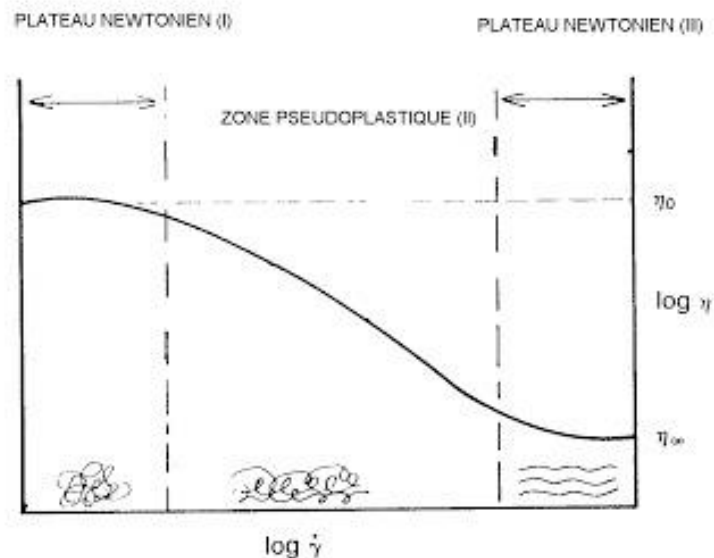


Figure 5. Courbe d'écoulement d'un thermoplastique fondu

La région intermédiaire correspond à une **région rhéofluidifiante** (ou pseudoplastique) (zone II) pour laquelle la viscosité diminue avec l'augmentation du gradient de vitesse. En effet, pour les bas gradients de vitesse, la contrainte de cisaillement générée est trop faible pour modifier la structure du polymère, la viscosité η_0 est donc constante. Par contre, la contrainte nécessaire pour atteindre les gradients de vitesse moyens désenchevêtre les structures macromoléculaires qui s'orientent dans le sens de l'écoulement et provoquent le phénomène de **rhéofluidification**. Enfin, pour les hauts

gradients de vitesse, l'ensemble des structures moléculaires est orienté dans le sens de l'écoulement et n'est plus affecté par une augmentation de la vitesse de cisaillement. La viscosité demeure donc constante.

Lorsque le domaine de cisaillement exploré n'est pas très large, le comportement *pseudoplastique* des thermoplastiques fondus est représenté par une loi de puissance :

$$\tau = K \left(\dot{\gamma} \right)^n$$

K : consistance Pa.sn,

n : indice de pseudoplasticité sans dimension

Cette loi est suivie lorsque l'indice de pseudoplasticité n est constant sur une plage de gradient de vitesse

Chapitre II. Modèles en rhéologie des polymères

Chapitre II. Modèles en rhéologie des polymères

Introduction

Les effets non newtoniens dans les écoulements de dispersions concentrées, dans des conduites viscoélastiques de grandes dimensions, devant celles des particules, sont étudiés. Différentes lois de comportement pseudo-plastique sont utilisées, et le caractère pulsé de l'écoulement est pris en compte. Des variations notables des profils de vitesse (aplatissement), et des débits moyens (diminution) sont mises en évidence, qui dépendent des caractéristiques géométriques et rhéologiques du fluide et de la paroi du conduit. L'application aux écoulements sanguins est présentée.

II.1. Généralités sur les modèles en rhéologie des polymères

Les procédés de préparation de produits (solutions, pâtes,.....etc) ou de la mise en forme des pièces (en métallurgie, en **plasturgie**,etc) nécessitent inmanquablement l'étude de l'écoulement de la matière, il est donc nécessaire de connaître le comportement de la matière pour déterminer les forces mises en jeu. D'une manière générale, la rhéologie suppose que

- Le matériau est continu (pas de vide dans le matériau).
- Chaque point du corps se déplace de façon continue
- Deux points du corps infiniment voisins avant la déformation le sont encore après la déformation.
- Les propriétés physiques du corps varient d'une façon continue d'un point à un autre. On peut classer la rhéologie en trois types
- La rhéologie expérimentale : elle détermine expérimentalement la relation de comportement entre les contraintes et la vitesse de déformation.
- La rhéologie structurale : elle explique le comportement du matériau à partir de sa structure.
- La rhéologie théorique : elle fournit des modèles mathématiques en nombre limité des comportements indépendamment de la structure microscopique.

Les corps gazeux, liquides ou solides se divisent en deux classes

Les fluides newtoniens : ce sont tous les gaz et un grand nombre de liquides, leur équation rhéologique est simple ces corps ne possèdent qu'une caractéristique rhéologique : la viscosité

Les corps à équation rhéologique compliquée : ce sont des liquides non newtoniens et les solides.

Dans le cas des polymères, la rhéologie n'étudie donc que les déplacements qui sont grands par rapport à la taille des macromolécules. Les mouvements intramoléculaires et l'enchevêtrement des chaînes sont des mouvements que la rhéologie par nature ne peut pas décrire. En revanche, ces mouvements locaux sont à la base de l'explication du comportement rhéologique des polymères fondus.

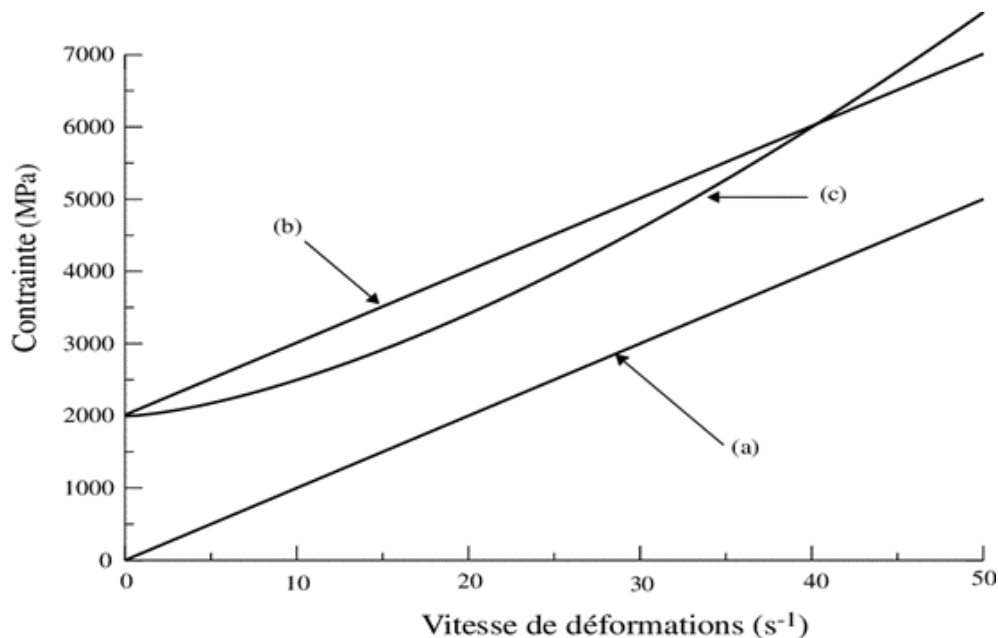
La viscosité est un paramètre très important dans l'étude de l'écoulement du polymère,

cette dernière qui est d'environ 10⁶ à 10⁸ fois celle de l'eau, est fonction de certains paramètres qui sont :

- Le poids moléculaire du polymère.
- La température.
- La pression.
- Le taux de cisaillement

La viscosité est une mesure de la friction interne d'un liquide. Pour la déterminer, on applique une force mesurable sur le liquide et l'on mesure en même temps la vitesse de déformation, ou vice versa.

Étudions le comportement d'un polymère fluide simple (un fluide newtonien dont la viscosité ne dépend pas de la vitesse de cisaillement) soumis à une contrainte.[1]



(a) Modèle Newtonien, (b) loi de Bingham et (c) modèle en puissance rhéoépaississant avec seuil

II.2. Propriétés rhéologiques des polymères

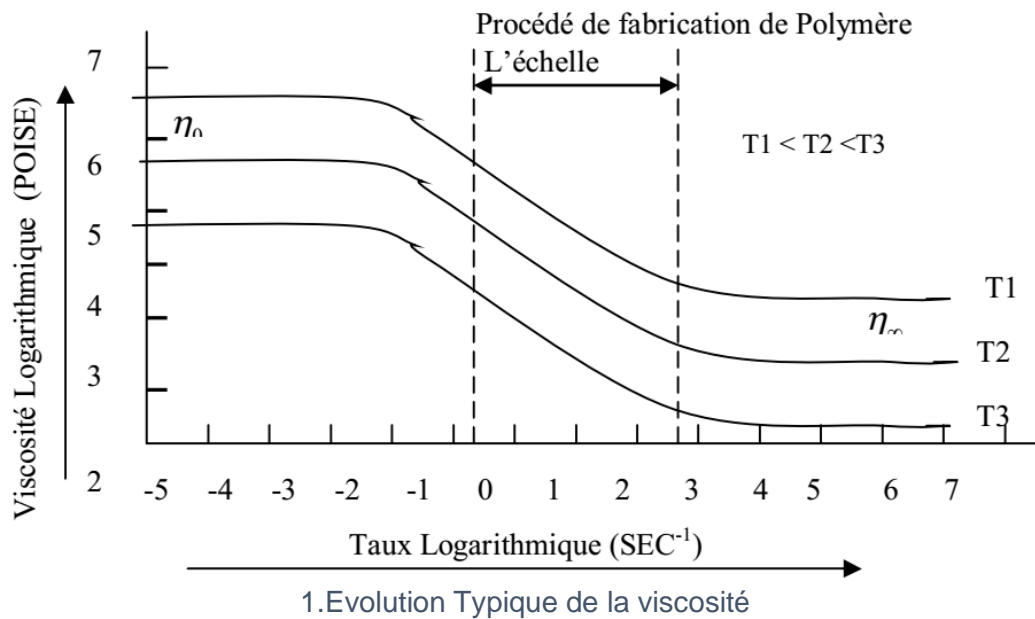
L'écoulement du polymère dans un moule ; est généralement en fonction de la section de passage de ce dernier et le refroidissement au contact du parois de moule froid. La basse température du moule par rapport au polymère, augmente la viscosité de ce dernier, la matière aura du mal à se couler, on dit alors que le polymère est visqueux. La vitesse d'écoulement d'un polymère fondu entre deux bords varie (entre le cœur et la paroi), cette variation est due au caractère visqueux des polymères. La modélisation de l'écoulement du polymère nécessite de trouver des fonctions qui donnent la viscosité en fonction du taux de cisaillement et la température, ces deux derniers sont les paramètres les plus influents.

La figure (1) donne des courbes typiques de la variation de la viscosité en fonction du taux de cisaillement et de la température.

II.3. Les différents modèles de viscosité

II.3.1. Modèle Newtonien

La viscosité a été définie par Newton comme le coefficient de proportionnalité entre la contrainte de cisaillement et la vitesse de cisaillement.



Exemple : eau, la plupart des solvants, huiles minérales, gaz rares...etc. Le cas d'un fluide newtonien contenu entre deux plateaux (le plateau inférieur est fixe. La force F nécessaire pour animer le plateau supérieur d'une vitesse u est proportionnelle à cette vitesse. $F=Ku$

$$\vec{u} \left| \begin{array}{l} u = \dot{\gamma} \cdot y \\ v = 0 \\ w = 0 \end{array} \right.$$

Les composantes du vecteur vitesse sont les suivantes :

Cette force rapportée à la surface sur laquelle elle s'exerce est la contrainte de cisaillement

$$\tau = \frac{F}{S}$$

$$\dot{\gamma} = \frac{u}{h}$$

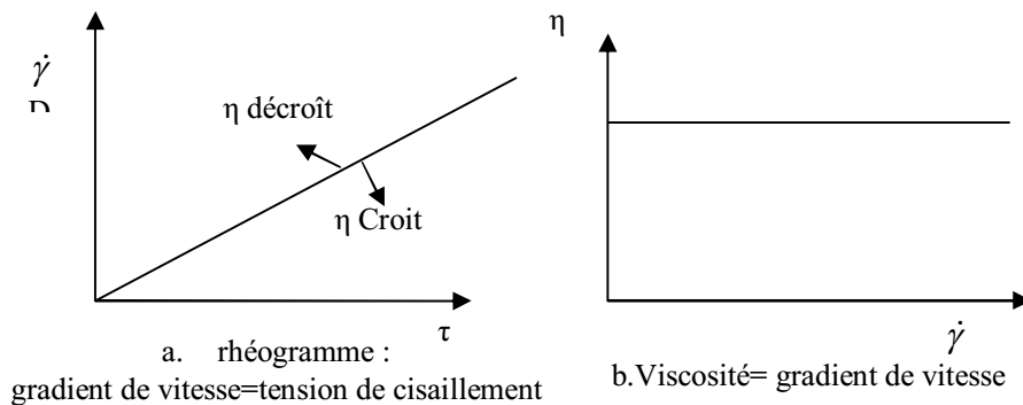
Proportionnelle à la vitesse de cisaillement

$$\tau = \eta \cdot \dot{\gamma}$$

Le coefficient de proportionnalité entre τ et $\dot{\gamma}$ s'appelle la viscosité dynamique η .

$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} \quad (\text{Loi de Newton})$$

Si, pour une substance newtonienne quelconque, on trace le graphe représentant la contrainte de cisaillement en fonction du gradient de vitesse, on obtient une droite qui passe par l'origine. Ce graphique est un rhéogramme (*figure 2.a*). La viscosité représentée en fonction du gradient de vitesse donne une droite parallèle à l'axe des abscisses (*figure 2.b*).



2. Viscosité d'un liquide newtonien

Les polymères, et en particulier les élastomères, ont un comportement rhéologique fortement pseudo-plastique qui concentre le cisaillement aux parois de l'outillage, là où justement la dissipation visqueuse est importante. En vue de maîtriser les procédés de mise en œuvre de ces matériaux, et dans le cadre de travaux précédemment menés, une cellule de mesure de température intrusive a été conçue [3]. Celle-ci a permis de mesurer des profils de température en entrée et sortie d'écoulement d'élastomères et de thermoplastiques dans des canaux de géométries diverses. Les mesures ainsi obtenues et validées numériquement sont sensibles aux paramètres de mise en œuvre et aux conditions d'écoulement, notamment à la rhéologie du matériau. En associant cette mesure à une procédure numérique d'estimation de paramètres, il est possible d'envisager une mesure en ligne de la viscosité d'un matériau, grandeur caractéristique du comportement rhéologique de l'écoulement. La connaissance de la variabilité

rhéologique du fluide lors de sa mise en œuvre pourrait alors aider à définir des critères de stabilité de production. La modélisation réduite des phénomènes physiques est envisagée pour permettre la réponse rapide d'un capteur en ligne. [2]. [3]

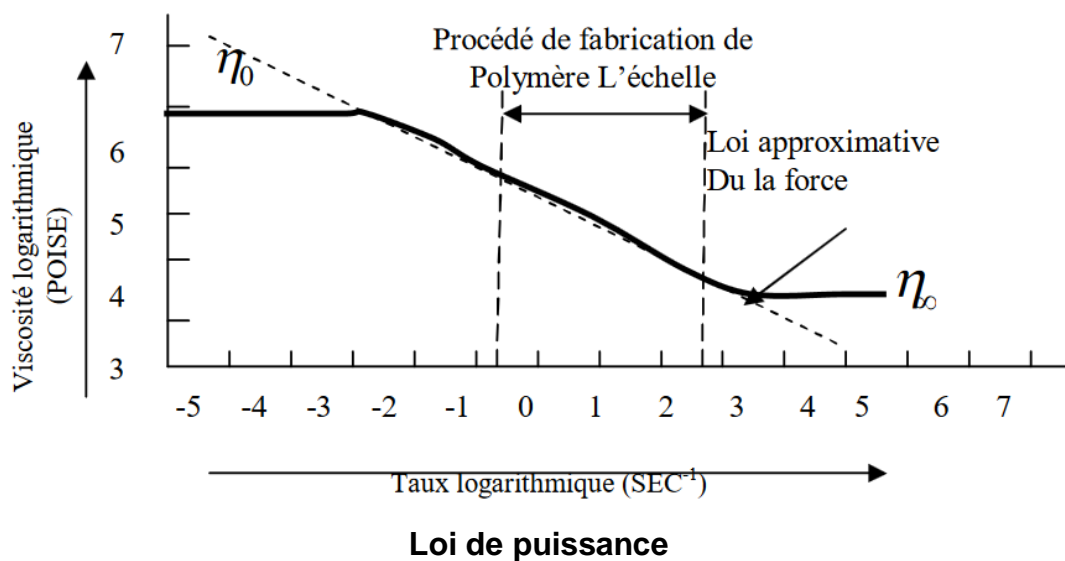
II.3.2. Loi puissance:

$$\tau = K\dot{\gamma}^n$$

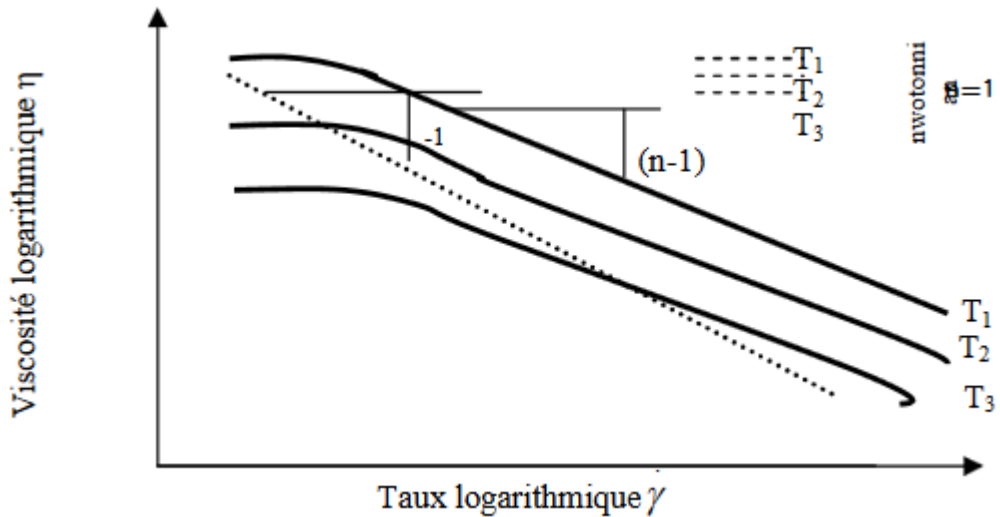
Une des lois empiriques fréquemment utilisée en rhéologie pour les fluides visqueux incompressibles est alors la loi d'Oswald-De Waëlle - appelée aussi "loi puissance" ou loi "pseudo-plastique"- qui s'écrit :

où K et n représentent, respectivement, l'indice de consistance et l'indice de pseudo-plasticité.

Les liquides ayant un comportement pseudo-plastique sont caractérisés par une valeur n inférieure à 1. La plupart des polymères présentent une valeur de n comprise entre 0,3 et 0,7 en fonction de la masse moléculaire du polymère [4]. L'équation permet une modélisation simple du comportement pseudo-plastique. Cependant, elle ne prédit pas le plateau newtonien quand $\dot{\gamma}$ est très petit.



La relation entre η et $\dot{\gamma}$ est en général représenté en échelles logarithmiques, la loi de puissance se traduisant alors par une droite de pente n-1 .

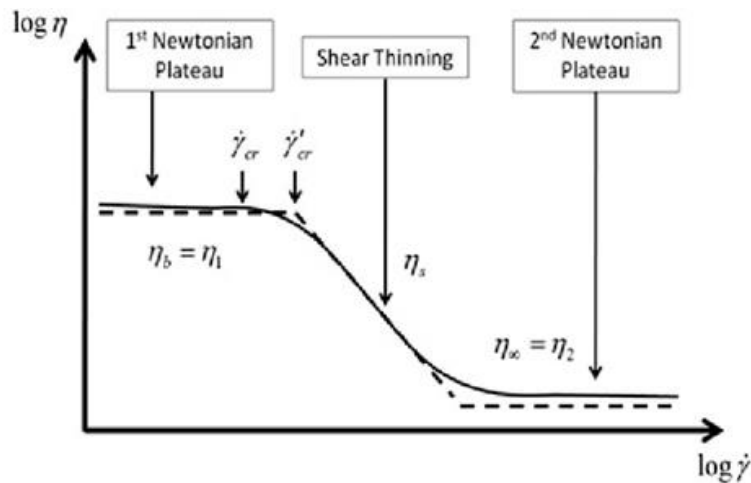


Loi de Puissance pour différentes température

II.3.3. Modèle de Carreau. [5]

$$\eta = \eta_0 \left[1 + (\lambda \dot{\gamma})^2 \right]^{\frac{n-1}{2}}$$

Le modèle de la loi de puissance s'applique sur une plage limitée de la courbe de viscosité. En réalité à des faibles taux de cisaillement les polymères ont un comportement newtonien, c.-à-d. que la viscosité est indépendante du taux de cisaillement. Carreau a développé un modèle qui représente complètement la courbe de viscosité et qui prend en charge ce plateau, son modèle s'écrit :



Comportement rhéofluidifiant général de Carreau-Yasuda

η_0 : viscosité à cisaillement nul.

λ : constante de temps.

n: indice de la loi de puissance

II.3.4. Modèle de Ellis

Le modèle d'Ellis exprime la viscosité en fonction du taux de cisaillement. Son équation de comportement est plus difficile à utiliser que celle de la loi de puissance, mais elle y est supérieure, car elle prédit un plateau Newtonien à faible cisaillement.

$$\frac{\eta_0}{\eta(\tau)} = 1 + \left[\frac{\tau}{\tau_{1/2}} \right]^{(\alpha-1)}$$

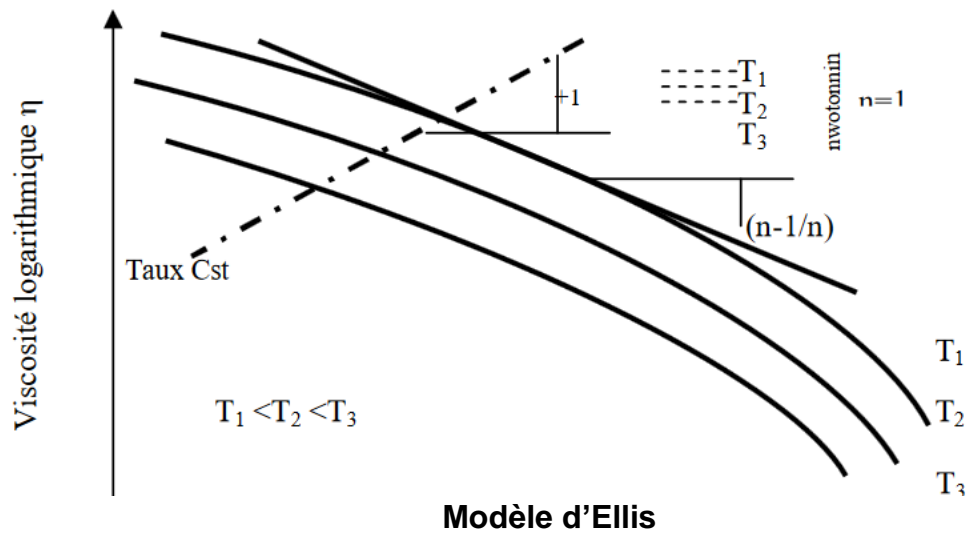
η_0 : viscosité à cisaillement nul.

$\tau_{1/2}$: taux de cisaillement à $\eta_0/2$.

$\alpha-1$: pente de $\log[\eta_0/2-1]$ versus $\log(\tau/\tau_{1/2})$.

Ce qui conduit au modèle suivant :

$$\tau = \eta(\tau) \cdot \dot{\gamma}$$

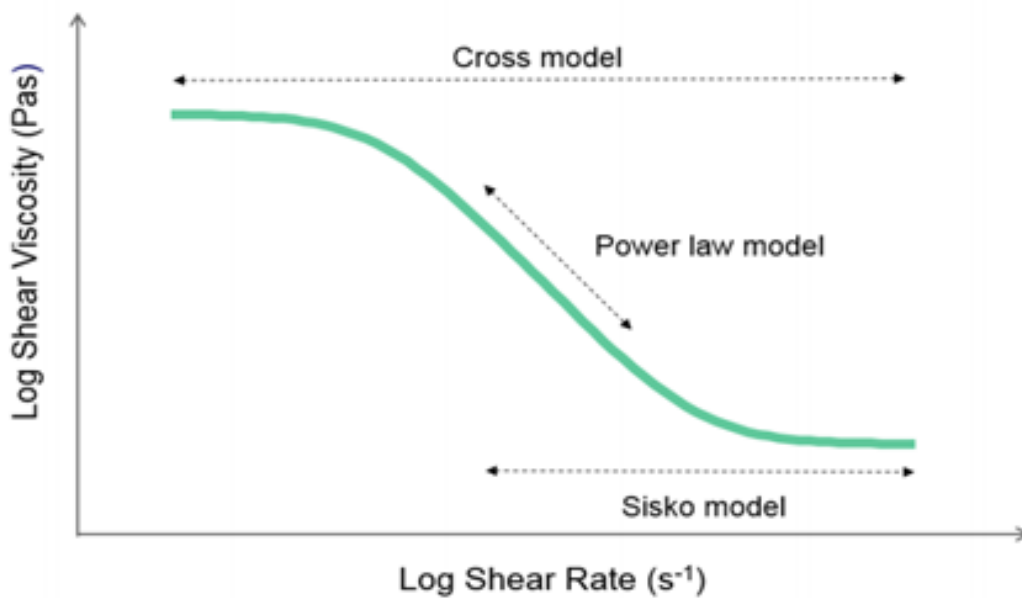


II.3.5. Modèle de Cross

Le modèle de Cross et les modèles dérivés sont une expression de η en fonction du taux de cisaillement $\dot{\gamma}$. [6]

$$\frac{\eta}{\eta_0} = \frac{1}{1 + \left(\eta_0 \cdot \dot{\gamma} / \tau^* \right)^{(1-n)}}$$

τ^* : taux de cisaillement marquant le début de la zone de pseudo-plasticité. On trouve sur la figure suivante, trois courbes expérimentales de viscosité ainsi que trois courbes calculées à partir du modèle de cross pour une résine de PS.



Modèle de Cross

II.4. Modèle Pseudo-plastique thermo-dépendant:

Ce fluide se caractérise par une viscosité qui diminue progressivement avec l'augmentation de la vitesse de cisaillement.

Des listes détaillées des modèles de viscosité sont disponibles dans plusieurs ouvrages, une sélection représentative d'expressions largement utilisées est rappelée ici. [7], [8]

Afin d'étudier l'effet de la température sur la viscosité, il est intéressant de présenter le graphique de la viscosité en fonction de la contrainte de cisaillement pour différentes valeurs de la température.

On peut utiliser le facteur de glissement a_T est une fonction de la température, il représente l'écart entre une courbe de viscosité à la température T et la courbe de viscosité à la température de référence

Le facteur de glissement a_T est une fonction de la température et il peut être calculé à partir d'une Loi d'Arrhenius pour les polymères semi-cristallins ou de l'équation WLF (Williams-Landel-Ferry) pour les polymères amorphes à une température entre T_g et $T_g+1000c$.

$$a_T = \frac{\eta_0(T)}{\eta_0(T_{ref})}$$

$$a_T = \exp\left[\frac{E}{R}\left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_{ref}}\right)\right]$$

T : facteur de glissement.

E (J/mol) : énergie d'activation.

R= 8.31(J. mol⁻¹. K⁻¹) : constante molaire des gaz parfaits.

T : température.

T_{ref} : température de référence.

$$\eta(T) = \eta_0 \times \exp(A/T)$$

4.3.1. Loi d'Arrhenius :

On trouve aussi la formulation équivalente suivante :

$$\eta(T) = \eta_0(T_{ref}) \times \exp\left(\frac{E}{R} \times \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_{ref}}\right)\right)$$

A représente le rapport de l'énergie d'activation et de R la constante des gaz parfaits. Les températures sont exprimées en N. [Agassant et al., 1996]. A_{ref} correspond la valeur de A pour une température T_{ref} de référence.

A titre d'information, nous reprenons quelques lignes du tableau récapitulatif d'Agassant, qui donne des ordres de grandeur des énergies d'activation pour des polymères fondus.

II.4.1. Equation de Williams-Landel-Ferry (WLF)

$$\eta = \frac{\eta_0}{1 + \left(\frac{\eta_0 \cdot \dot{\gamma}}{\tau^*}\right)^{1-n}}$$

Mais la viscosité à taux de cisaillement nul η_0 s'exprime différemment :

$$\eta_0 = D_1 \cdot \exp\left(-\frac{A_1 \cdot (T - T^*)}{A_2 + (T - T^*)}\right)$$

Avec :

$$\begin{cases} T^* = D_2 + D_3 \cdot p \\ A_2 = A_3 + D_3 \cdot p \end{cases}$$

Les paramètres A_1 , A_3 , D_1 , D_2 et D_3 sont des constantes caractéristiques du matériau. Dans l'idéal, T^* est la température de transition vitreuse T_v (ou T_g).

Dans un certain nombre de cas, on a $D_3 = 0$, donc le comportement ne dépend pas de la pression (dans la gamme de pressions à laquelle on s'intéresse). [9]

II.4.2. Loi d'Andrade

C'est un modèle qui décrit l'écoulement pseudo-plastique avec des viscosités asymptotiques lorsque $\dot{\gamma}$ tend vers 0.[10]

$$\frac{\eta - \eta_\infty}{\eta - \eta_\infty} = [1 + |\lambda \dot{\gamma}|^a]^{\frac{n-1}{a}}$$

II.4.3. Loi de puissance [11]

Pour exprimer cette propriété on considère que le consistance k du polymère dépend de la température suivant la fonction suivante:

$$k = A \exp(CT)$$

La viscosité est donnée par :

$$\eta(\dot{\gamma}, T) = A \exp(CT) |\dot{\gamma}|^B$$

A,B et C sont des constantes du matériau.

T : la température de la matière.

Une autre forme en tangente hyperbolique :

$$\eta = \eta_0(T) \exp \left[\alpha(T) \operatorname{th} \left[\beta(T) \operatorname{Ln} \left(\frac{\dot{\gamma}}{\dot{\gamma}_0} \right) \right] \right]$$

$$\operatorname{Ln} \eta = \operatorname{Ln} \eta_0 + \alpha(T) \operatorname{th} \left[\beta(T) \operatorname{Ln} \left(\frac{\dot{\gamma}}{\dot{\gamma}_0} \right) \right]$$

Chapitre III. Essais mécaniques des plastiques Essais rhéologiques et thermiques

Introduction

Ce chapitre sur les essais mécaniques des plastiques porte sur modalités :

- Des études de spectroscopie mécanique qui conduisent à la détermination propriétés rhéologiques des polymères à l'état solide en fonction des contraintes transitoires ou harmoniques. Il convient de noter que les caractéristiques physiques viscoélastiques ainsi mesurés (module, capacités d'amortissement) sont mesurés en domaine linéaire (flexible), et non à la rupture.
- Essais volumiques thermomécaniques pour déterminer propriétés physiques (coefficients de dilatation) ou technologiques (Températures conventionnelles) qui estiment l'effet de la température sur comportement mécanique.
- Essais mécaniques des surfaces qui caractérisent l'état la surface de la pièce soit dans le domaine des petites déformations (dureté), soit dans fissuration (usure de surface et fragilité), à la fois en termes de rugosité.

III.1. Détermination des propriétés rhéologiques à l'état solide

Les tests spectraux mécaniques mènent à des mesures Dans des conditions de contraintes mécaniques et thermiques bien définies, certaines propriétés constituent une solution à l'équation d'état du matériau. Cette équation est une équation différentielle par rapport au temps, caractérisée par Viscoélasticité des polymères. En pratique, on ne cherche pas expliquez-le sous une forme générale ; nous sommes satisfaits de quelque chose Des solutions spécifiques sont déterminées expérimentalement selon différentes lois de contraintes. Compte tenu de la structure de cette équation, la caractéristique mesurée est toujours fonction du temps de mise en charge.

Les propriétés physiques viscoélastiques (ou fonctions caractéristiques) sont obtenues pour des contraintes de faible amplitude (linéaires) dont la variation avec le temps t ou la fréquence

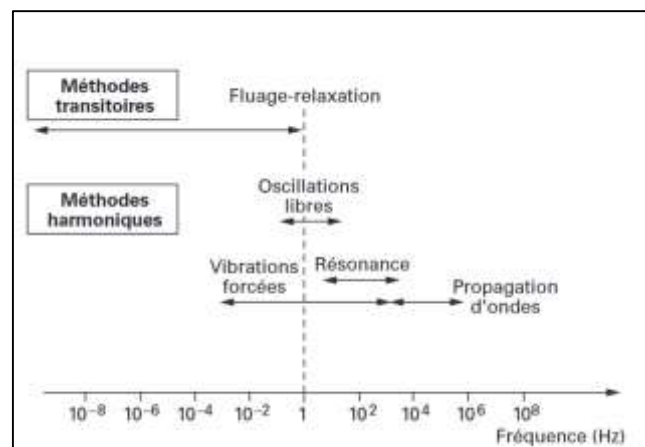


Figure1 : Plages de fréquence des différentes méthodes de spectroscopie mécanique

f constitue un véritable spectre thermomécanique ou rhéologique, image de la structure du matériau.

Le tableau 1 passe en revue les définitions des différentes fonctions. Toutes ces fonctions sont évidemment interdépendantes car elles sont solutions d'une même équation. Nous montrons aussi théoriquement qu'ils peuvent être calculés à partir d'un seul d'entre eux. Pour les contraintes de forte amplitude, elles dépendent de la valeur de la contrainte ou de la déformation appliquée.

Au niveau expérimental, différentes techniques sont utilisées : contrainte statique ou dynamique, oscillation libre, résonance, vibration forcée ou propagation d'onde. Dans le but d'obtenir des spectres mécaniques des matériaux sur une échelle de temps la plus large possible, il est nécessaire de corréler chaque méthode avec son domaine de fonctionnement.

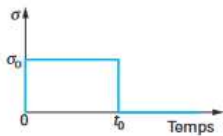
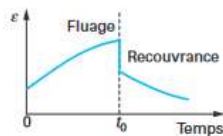

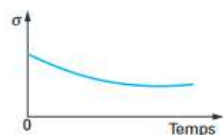
	Grandeur appliquée	Grandeur mesurée	Fonctions caractéristiques
Régime transitoire	 <p>Contrainte : $\sigma = \sigma_0 \cdot \mathcal{E}(t)$ avec $\mathcal{E}(t)$ fonction échelon</p>	 <p>Déformation : $\epsilon(t)$</p>	Complaisance en fluage (ou en recouvrance) : $J(t) = \frac{\epsilon(t)}{\sigma_0}$ (cf. article [AM 3511])
	 <p>Déformation : $\epsilon = \epsilon_0 \cdot \mathcal{E}(t)$ avec $\mathcal{E}(t)$ fonction échelon</p>	 <p>Contrainte : $\sigma(t)$</p>	Module en relaxation : $E(t) = \frac{\sigma(t)}{\epsilon_0}$ (cf. article [AM 3511])
Régime harmonique	<p>Contrainte : $\sigma = \sigma_0 \sin(\omega t)$ $\sigma = \sigma_0 \exp(i \omega t)$</p>	<p>Déformation : $\epsilon = \epsilon_0 \sin(\omega t - \delta)$ $\epsilon = \epsilon_0 \exp(i(\omega t - \delta))$</p>	Complaisance complexe : $J^*(i\omega) = \frac{\epsilon_0}{\sigma_0} \exp(-i \delta)$ $= J' + i J''$ avec $\tan \delta = \frac{J''}{J'}$
	<p>Déformation : $\epsilon = \epsilon_0 \sin(\omega t)$ $\epsilon = \epsilon_0 \exp(i \omega t)$</p>	<p>Contrainte : $\sigma = \sigma_0 \sin(\omega t + \delta)$ $\sigma = \sigma_0 \exp(i(\omega t + \delta))$</p>	Module complexe : $E^*(i\omega) = \frac{\sigma_0}{\epsilon_0} \exp(i \delta)$ $= E' + i E''$ avec $\tan \delta = \frac{E''}{E'}$

Tableau 1 – Définition des fonctions caractéristiques

La figure 1 présente la répartition globale de toutes les technologies disponibles. [1] [2]

III.2. Méthodes d'oscillations libres

Le principe général est de partir de sa position d'équilibre et de libérer un système mécanique de second ordre comprenant un échantillon du matériau à étudier, qui intervient par ses paramètres d'amortissement et de raideur. A partir de la variation de fréquence et d'amplitude du mouvement oscillatoire libre résultant (dans le cas d'un amortissement faible), les composantes de module complexe aux fréquences et températures considérées peuvent être dérivées. Ce principe peut s'appliquer à tous les modes de sollicitation (traction, flexion, torsion, etc.). Cependant, nous nous limiterons ici à deux méthodes courantes et normalisées : la torsion et la flexion.

La fréquence est une fonction de la masse et de la rigidité, et donc de la composition du système, et ce sont des méthodes discontinues principalement utilisées pour étudier l'effet de la température à des fréquences de contrainte presque constantes autour de 1 Hz.

Fonction de	G et μ	E et μ	K et μ	G et E	G et K	E et K	G et L
Coefficient de Poisson μ $1 - 2\mu =$				$3 - \frac{E}{G}$	$\frac{G - K}{1 + G - 3K}$	$\frac{E}{3K}$	$\frac{1}{L - G - 1}$
Module de cisaillement G		$\frac{E}{2(1 + \mu)}$	$\frac{3K(1 - 2\mu)}{2(1 + \mu)}$			$\frac{E - K}{3K}$	
Module en traction E	$2G(1 + \mu)$		$3K(1 - 2\mu)$		$\frac{3G}{1 + G - 3K}$		$\frac{3G(1 - 4G)}{L - 3L - 1 - G - L}$
Module de compression K	$\frac{2G(1 + \mu)}{3(1 - 2\mu)}$	$\frac{E}{3(1 - 2\mu)}$		$\frac{G}{3 - 3G - E - 1}$			$L - \frac{4G}{3}$
Module en déformation uniaxiale ou d'onde longitudinale L	$\frac{2G(1 + \mu)}{1 - 2\mu}$	$\frac{E(1 + \mu)}{1 + \mu - 2\mu}$	$\frac{3K(1 - 2\mu)}{1 + \mu}$	$\frac{G(1 + 4G)}{E - 1 - 3G - E - 1}$	$K + \frac{4G}{3}$	$\frac{K(1 + E)}{3K}$	$1 - E - 9K$

Tableau 2 – Relations entre modules pour des matériaux homogènes isotropes.

1.1.1. Pendule de torsion :

Il mesure le module de Coulomb complexe G (cisaillement) et ses deux composantes, le module réel et l'amortissement, à des fréquences comprises entre 0,1 et 10 Hz [25]. Cette méthode est applicable lorsque la longueur d'onde du signal est supérieure à la taille de l'échantillon.

La limite de fréquence supérieure est atteinte lorsque la taille de l'échantillon est comparable à la longueur d'onde du signal. Les extrémités des éprouvettes en forme de tige sont encastées dans le cadre rigide et d'autre part le disque d'inertie I (kg m²). Un équipement approprié peut enregistrer le mouvement angulaire (θ) du disque, qui revient à sa position initiale lorsqu'il s'éloigne de sa position d'équilibre. Pour un élastomère de module G (Pa) et une tige cylindrique de longueur l et de rayon r , les équations du mouvement sont les suivantes [2] :

Où $k = G \pi r^4 / 2l$, (rad) angle de torsion ; k (N · m) raideur

L'expression de k devient $k = Gcbh^3/3 l$ pour un barreau à section rectangulaire de longueur l , d'épaisseur h , et de largeur b , c étant un facteur de forme adimensionnel fonction de b/h , donné dans les normes.

Ce système étant idéal (amortissement nul) va osciller à amplitude constante à la pulsation propre du système :

$$\omega = \sqrt{k/I}$$

D'où l'on peut déduire le module G $\theta = \theta_0 \exp\left(-\frac{\omega \Lambda t}{2\pi}\right) \sin \omega t$

L'utilisation d'un matériau viscoélastique caractérisé par son module complexe ($G^* = G' + iG''$), dont la capacité d'amortissement est :

$$\Lambda = \ln \frac{A_{n-1}}{A_n} \quad \tan \delta = G''/G' \quad \omega = \frac{2\pi}{T}$$

Introduit un terme d'amortissement dans l'équation du mouvement, proportionnel à d/dt . On montre que, pour des amortissements faibles ($G'' \ll G'$), cette équation admet une solution du type :

$$G' = \frac{I\omega^2}{\alpha} \left[1 - \frac{\Lambda^2}{4\pi^2} \right]$$

Qui correspond à un mouvement oscillatoire amorti dont est la pulsation et le décrément logarithmique :

Et $G'' = \frac{I\omega^2}{\alpha} \frac{\Lambda}{\pi}$

De la mesure de δ et de α , on calcule à la fréquence d'oscillation $f = 1/2\pi \alpha$ les deux composantes du module :

$$\tan \delta = \frac{G''}{G'} = \frac{\Lambda/\pi}{1 - \frac{\Lambda^2}{4\pi^2}}$$

Avec facteur de forme égal à $\pi r^4/2 l$ pour un barreau cylindrique et $cbh^3/3 l$ pour un barreau rectangulaire (avec $c = 1$ si $h/b \leq 0,6$ et $c = 0,843/[1 + (h^2/b^2)]$ si $0,6 < h/b \leq 1$).

La capacité d'amortissement est donnée par la relation :

Lorsque l'amortissement est faible ($\tan \delta < 0,3$), ce qui est le cas de la plupart des polymères solides, on a :

$$G' = \frac{I\omega^2}{\alpha}$$

$$G'' = \frac{I\omega^2}{\alpha} \frac{\Lambda}{\pi}$$

$$\tan \delta = \frac{\Lambda}{\pi}$$

Les échantillons recommandés ont une taille 50x10x1 mm. Deux appareils peuvent être utilisés. Dans un cas, La masse du disque support éprouvette et donc doit être aussi léger que possible pour éviter le fluage en traction. D'autre part, Les disques sont équilibrés par des contrepoids, de sorte que le système peut être modifié pour changer de fréquence sans aucun problème. Le dispositif oscillant doit pouvoir appliquer une torsion au pendule selon un angle inférieur à $\pm 1,5^\circ$.

Des corrections peuvent être nécessaires pour tenir compte, L'inertie du mors mobile et la raideur de l'élément de liaison. De plus, testez sous vide ou utilisez des éprouvettes métalliques rigides Connue pour être recommandée. Les mors doivent être autoserrants pour assurer leur fonction lors de l'utilisation L'éprouvette se rétracte à basse température et s'auto-aligne de sorte que l'axe de l'éprouvette coïncide avec l'axe de rotation.

L'enceinte thermostatique est conçue pour une plage de température de - 60 à + 300°C, avec une précision de régulation de $\pm 1^\circ\text{C}$, avec le même écart d'un point à un autre de l'échantillon. Pour éviter la conduction de la chaleur de l'éprouvette vers le dispositif d'essai et inversement, les éléments de liaison, mâchoires et disques d'inertie doivent être des isolants thermiques.

De préférence, le système d'enregistrement des vibrations est sans contact, optique ou électrique (capteur inductif ou capacitif). Les dispositifs électroniques permettent actuellement des dispositifs automatiques qui enregistrent le logarithme de l'amplitude, calculent la raideur et l'amortissement à différentes températures à l'aide de programmes de température préétablis et tracent les courbes.

La température de transition vitreuse peut être estimée à $\pm 3^\circ\text{C}$ près. La dispersion (reproductibilité) au sein du laboratoire est environ la moitié de celle entre les laboratoires (reproductibilité).

Cette méthode du pendule est l'un des moyens les plus simples de déterminer l'amortissement. Surtout, il est possible d'étudier l'intervalle 'évolution des composantes du module complexe en fonction de la température.

1.1.2. Pendule de flexion :

Le principe utilisé est d'utiliser l'élasticité de l'échantillon pour transférer l'énergie d'un pendule en mouvement vers le deuxième pendule, qui sert de support pour l'assemblage des deux pendules. Ce transport dépend des propriétés statiques et dynamiques du pendule d'une part et de la taille de l'échantillon et du module d'Young du matériau d'autre part. C'est l'approche classique du pendule sympathique de Savart.

Un échantillon parallélépipédique avec des dimensions moyennes de 100 x 10 x 4 mm est monté verticalement dans les mâchoires fixes à une extrémité et deux pendules identiques sont suspendus symétriquement à travers la plaque à l'autre extrémité (Figure 2). Un pendule (pendule mobile) s'éloigne de sa position d'équilibre et commence à se déplacer, l'échantillon se plie continuellement et l'énergie emmagasinée est transférée à l'autre pendule (pendule récepteur) et fait bouger ce dernier. L'amplitude d'oscillation du pendule moteur diminue progressivement jusqu'à ce qu'il s'arrête lorsque le mouvement de l'autre pendule est maximisé, et ainsi de suite (Figure 3).

L'intervalle de temps t (période de demi-battement) entre le démarrage et le premier arrêt du pendule moteur, et il est possible de calculer le module d'Young à la fréquence d'oscillation du système :

$$E = \frac{1}{\ell e^3} \left(At + \frac{B}{t} + C \right)$$

Avec : ℓ : largeur de l'éprouvette.

e : épaisseur de l'éprouvette.

A, B, C : constantes caractéristiques de l'appareil (fonctions du type de pendule et de la distance entre les encastremets de l'éprouvette).

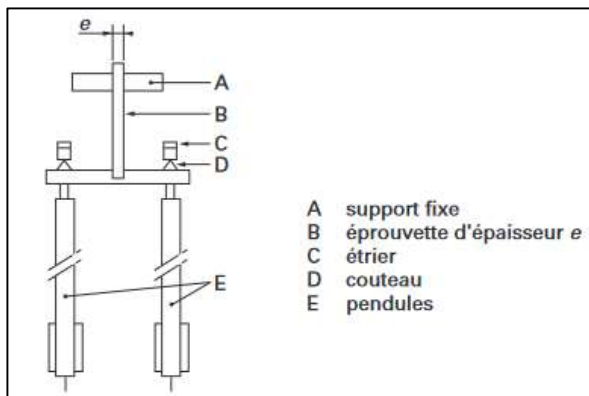


Figure 2 – Pendule de flexion dit de Le Rolland-Sorin

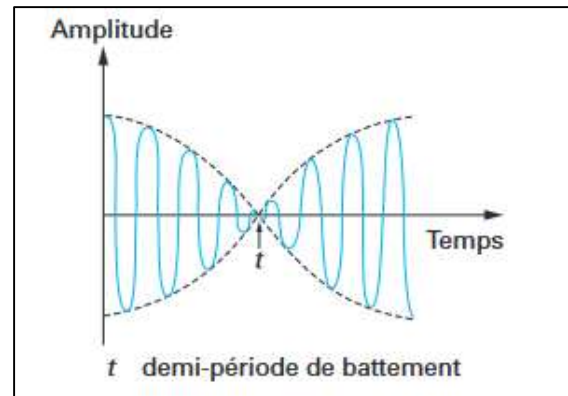


Figure 3 – Oscillation du pendule moteur

Cette méthode non destructive est idéale pour les tests contrôlés. Si nécessaire, il peut être utilisé pour mesurer l'amortissement. Cependant, il présente un inconvénient : l'éprouvette doit supporter le poids du pendule, de sorte qu'une force axiale constante se superpose aux oscillations de flexion alternées, ce qui peut entraîner une déformation par fluage plus ou moins importante, selon le type de raideur de l'éprouvette. L'application de cette méthode est donc limitée aux matériaux dont le module d'Young est supérieur à 1500 MPa.

De plus, on est limité à la détermination du module à température ambiante, car le conditionnement thermique de l'éprouvette nécessite en fait un conditionnement thermique de l'ensemble du dispositif, et la contrainte de flexion est en effet la plus importante près de la mâchoire supérieure et donc du bâti. L'appareil applique une fréquence de sollicitation moyenne de 1 Hz, et des tests montrent que les valeurs obtenues par d'autres méthodes par cette méthode se retrouvent à la même fréquence. Cependant, ces valeurs sont supérieures à celles obtenues en traction selon les méthodes de normalisation actuelles. [3]

III.2. Méthodes de résonance

III.2.1. Excitation continue

Une pression est appliquée en continu sur l'échantillon maintenu en certains points par des moyens appropriés à une fréquence variable. L'amplitude de déformation est enregistrée en fonction de la fréquence, mesurée par exemple par des méthodes optiques ou des capteurs inductifs. La rigidité, l'amortissement et la masse de l'échantillon constituent un système mécanique du second ordre, et le spectre de réponse passe par un maximum à la fréquence de résonance. Le module est dérivé de cette fréquence et l'amortissement est dérivé de la largeur (bande passante) du formant. Ces méthodes largement utilisées ont été développées dans les années 60 et sont maintenant standardisées. Ils nécessitent un équipement relativement simple

et peuvent effectuer des mesures de module complexes de 10 à 1000 Hz, mais de manière discontinue. Cette méthode est adaptée à la longueur d'onde correspondante la taille de l'échantillon au-dessus de cette limite supérieure de fréquence, on observera une propagation forme d'onde (cf. § 1.4). Il existe différentes méthodes selon la méthode de fixation et Excitation de l'échantillon. Les résidus les plus courants sont liés à des tiges encastrées à une extrémité ou serrées au centre, ou soutenues par des fils aux nœuds de vibration (Figure 4).

Les éprouvettes, bandes ou bandes rectangulaires, doivent avoir une épaisseur minimale pour assurer une rigidité adéquate, et être suffisamment minces pour éviter les effets de déformation par cisaillement et de moment d'inertie. En revanche, l'épaisseur doit être suffisamment faible par rapport à la longueur d'onde de la vibration de flexion, et un rapport longueur/épaisseur supérieur ou égal à 50 est préconisé.

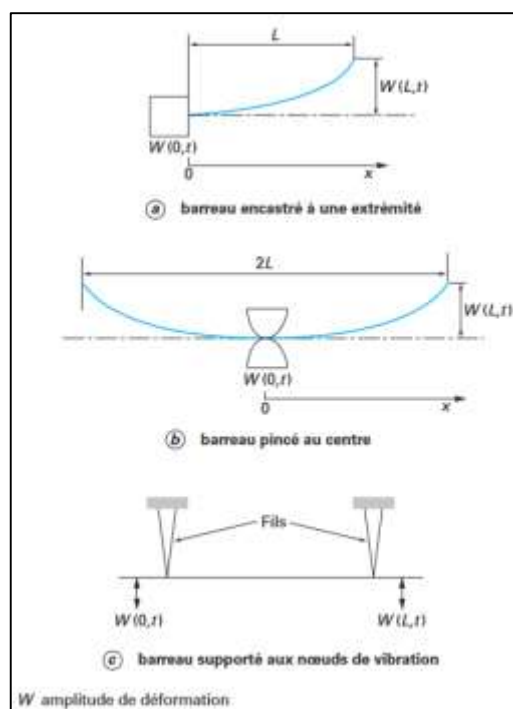


Figure 4 - Méthode de résonance en flexion

La contrainte peut être appliquée à l'aide d'excitateurs électromagnétiques contrôlés par des générateurs de fréquence et des amplificateurs de puissance. L'excitation et la mesure sont réalisées par le même capteur électromagnétique, ce qui est possible du fait que les particules métalliques collent à l'échantillon et sont suffisamment espacées pour éviter toute interaction entre l'excitateur et le détecteur. Le transducteur est situé très près de l'échantillon. Si vous êtes intéressé par le premier mode de vibration, une séparation de 3 mm ou plus est recommandée, et pour les vibrations d'ordre supérieur, une séparation de 1 mm ou moins est recommandée. La méthode consiste à balayer une gamme de fréquences jusqu'à ce que l'amplitude maximale soit observée à l'extrémité opposée de l'échantillon (ou résonance) correspondant au mode de vibration. Un fréquencemètre donne la valeur de cette fréquence de résonance f_R et un capteur de type inductif permet de tracer la courbe de l'amplitude des vibrations en un point donné de l'éprouvette au voisinage de f_R On obtient une courbe

classique de résonance (figure 5) pour laquelle $2 \Delta f$ est la largeur de bande pour l'amplitude $W_m / \sqrt{2}$

D'après [2], dans le cas d'une éprouvette encastree à une extrémité et d'un solide élastique, l'équation du mouvement est de la forme :

$$\omega_R = \frac{(1,875)^2}{L^2} \sqrt{\frac{EK^2}{\rho}} \quad f_R = \frac{1}{2\pi} \frac{(1,875)^2}{L^2} \sqrt{\frac{E}{\rho}} \frac{e}{2\sqrt{3}}$$

avec $I/S = K^2$

K (m) rayon de giration ($K = e^2/12$ si e est l'épaisseur),

I (m⁴) moment de giration de la section S (m²), (kg/m^3) masse volumique,

W (m) amplitude du déplacement,

E (Pa) module d'Young ,

Si l'on admet que l'on se trouve dans le domaine élastique ($\tan \delta \leq 0,2$), la pulsation ω_R à la résonance pour le premier mode de vibration est alors donnée par la relation :

$$E = 38,2 \rho \frac{L^4}{e^2} f_{R1}^2 \quad \text{Soit} \quad E' = 48\pi^2 \left(\frac{1}{k_i^2} \right) \rho \frac{L^4}{e^2} f_{Ri}^2$$

d'où l'on tire le module d'Young E à la fréquence de résonance f_R . Ainsi, pour une tige encastree de longueur L et d'épaisseur e , on a :

$$\tan \delta = \frac{2\Delta f_i}{f_{Ri}}$$

Le module de conservation en flexion E' est donné par :

Où f_{Ri} est la fréquence de résonance au numéro d'ordre i de la vibration et k_i un facteur numérique, L l'amortissement est calculé à partir de la largeur de bande ; lorsqu'il est faible ($< 0,3$), $\tan \delta$ est donné par la relation suivante :

L'étude en fonction de la fréquence se fait en considérant différents modes de vibration et en modifiant la section ou la longueur de l'éprouvette. Le nombre de mesures dépend de l'impédance mécanique de l'échantillon et de l'ensemble tampon, qui peut devoir être corrigée. Cette dernière peut être ignorée lorsque la masse des particules est inférieure à 1 % de la masse de l'échantillon et que leur disposition ne dépasse pas 2 % de la longueur de l'échantillon. La précision de mesure estimée à partir d'essais interlaboratoires est :

- pour E' : ± 5 % jusqu'au numéro d'ordre 4. Aux modes de vibration d'ordre supérieur, il devient nécessaire de tenir compte de l'effet de la déformation en cisaillement .
- pour $\tan \delta$: fonction de la résolution en fréquence de l'équipement de mesure et de la valeur de $\tan \delta$ (1,4 % lorsque $\tan \delta = 0,1$ et 14 % lorsque $\tan \delta = 0,01$).

III.2.2. Excitation impulsionnelle :

$$\frac{EI}{\rho S} \frac{\partial^4 W}{\partial x^4} + \frac{\partial^2 W}{\partial t^2} = 0$$

On peut également citer la méthode dite piézométrique, qui repose sur l'analyse du comportement vibratoire du matériau après excitation par choc : le corps se déforme instantanément sous l'action d'une impulsion extérieure, et tend immédiatement à revenir à son état initial, oscillant autour de sa position. Neutre, dissipant ainsi l'énergie gagnée. Ce mouvement vibratoire est généralement très complexe, mais grâce au phénomène d'amortissement sélectif, il est possible d'extraire les composantes fondamentales et de mesurer la fréquence vibratoire appropriée de l'échantillon, elle-même liée aux propriétés élastiques. Dynamique des matériaux. Par conséquent, pour déterminer le module de Young dynamique, le mode de résonance des vibrations de flexion sera utilisé, et pour le module de cisaillement, le mode de résonance des vibrations de torsion sera utilisé, et le coefficient de Poisson est calculé à partir des deux premiers modules.

Des échantillons parallélépipédiques ou cylindriques peuvent être utilisés pour mesurer les modules dynamiques de Young et de cisaillement. En pratique, cependant, il est assez difficile d'obtenir des fréquences de résonance de torsion avec des éprouvettes cylindriques, ce n'est donc pas idéal pour déterminer le module de cisaillement. La fréquence de résonance étant fonction de la masse, du module et de la taille de l'échantillon, cette dernière doit être choisie de manière à ce que la fréquence résultante soit dans la plage de mesure du transducteur. En général, un rapport longueur sur dimension de section supérieur à 5 convient (de préférence 20 à 25). Il est également recommandé d'utiliser un rapport largeur/épaisseur supérieur à 5 pour mesurer le module de cisaillement.

Cette méthode est utilisable en contrôle qualité pour observer les effets de vieillissement, de cuisson, de fatigue, d'irradiation. Elle demeure peu appliquée aux polymères.

III.3. Méthodes de vibrations forcées

Le principal inconvénient des méthodes précédentes est leur discontinuité, car on souhaite étudier l'évolution des fonctionnalités (modules ou commodités) en termes de fréquence. Celle-ci est en fait fonction de la raideur de l'échantillon, elle-même variable avec la température d'essai, il faut donc modifier la géométrie de l'échantillon ou l'inertie du système et travailler de manière discontinue.

La méthode de vibration forcée, d'autre part, permet un balayage continu des fréquences dans la plage de 10^0 à 10^3 Hz environ. Convient pour mesurer le module Rétenion de polymères solides avec des facteurs de perte supérieurs à 0,1 dans la plage de 10 MPa à 10 GPa. Par conséquent, il peut être utilisé pour étudier les propriétés mécaniques dynamiques en fonction de la température et de la fréquence, et permet également l'application du principe de superposition temps (ou fréquence) température pour construire une courbe maîtresse dans une large gamme de conditions expérimentales. [4]

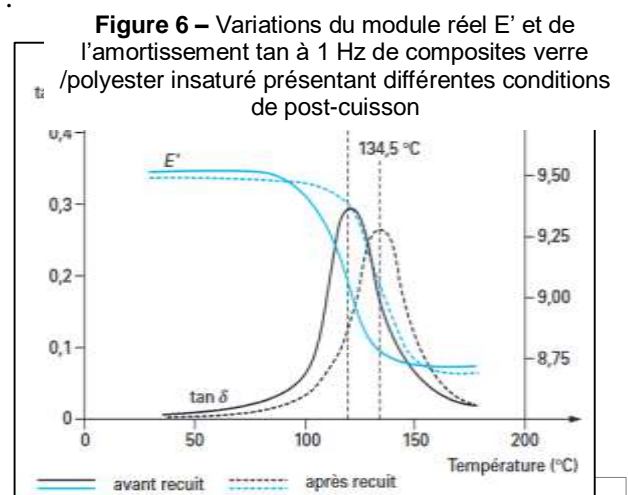
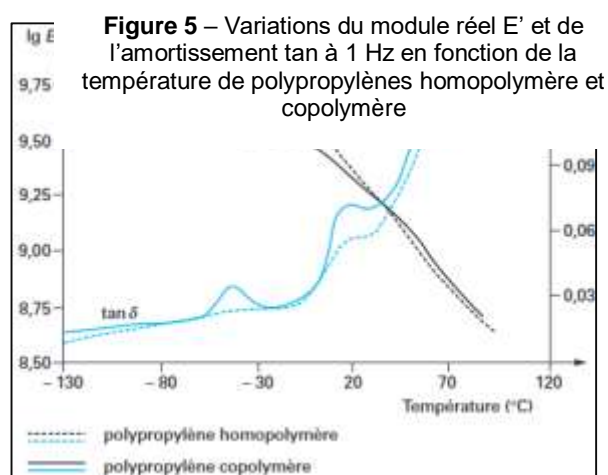
La fréquence minimale dépend de la stabilité du système d'excitation, la fréquence maximale et les valeurs de longueur d'onde sont liées à la taille de l'échantillon. La longueur d'onde d'une fréquence donnée doit être supérieure ou égale à dix fois la longueur de l'échantillon. Selon l'équipement, l'échantillon peut être soumis à des forces sinusoïdales qui tirent, compriment, plient, tordent ou cisailent en raison d'excitateurs électromagnétiques, pneumatiques ou hydrauliques contrôlés par des générateurs de fréquence et des

amplificateurs. Les deux derniers systèmes ont une fréquence maximale inférieure à celle du système électromagnétique en raison de l'inertie.

Deux signaux électriques sont enregistrés simultanément, proportionnels à la force d'une part et au déplacement d'autre part. Les mesures de force peuvent être effectuées à l'aide de capteurs de force (quartz ou anneaux avec jauges de contrainte, à condition que leur fréquence propre soit au moins dix fois supérieure à la fréquence de contrainte) ou d'une grandeur électrique proportionnelle à la force appliquée (sous certaines conditions, fournie au vibreur. le courant dans la bobine est proportionnel à la force et le déphasage est nul). Les mesures de contrainte peuvent être réalisées à l'aide de jauges de contrainte collées directement sur l'éprouvette, ou mieux encore, de capteurs sans contact de type capacitif ou inductif. Le pont de jauges de contrainte associé est de préférence modulé en fréquence de sorte qu'il ait une constante de temps très faible ($1 \mu s$) qui n'affecte pas le signal de fréquence la plus élevée.

La quantité de mesure dépend de l'élément de connexion, il est donc nécessaire de considérer la rigidité de l'échantillon comme le composant principal de l'impédance mécanique du système, ce qui nécessite :

- des masses mobiles faibles ;
- un extensomètre de préférence sans contact .
- un dynamomètre de rigidité élevée, ou mieux, pas de capteur (mesure d'intensités électriques).
- des chaînes de mesure à très faibles constantes de temps. Des corrections sont toujours nécessaires.
- le suivi de phénomènes de vieillissement par l'apparition et/ou la disparition de pics (analyse de la stabilité structurale) .[7]
- la caractérisation de l'interface fibre/matrice dans les composites, qui crée des transitions spécifiques ou influe sur l'amplitude d'une transition .[8]
- l'identification des températures de transition (gamma, bêta, alpha, fusion)
- la caractérisation des effets d'additifs, de charges, de pigments, de greffage, d'orientations, de cristallinité, de masse et de structure moléculaires, de distribution de masses moléculaires sur les relaxations moléculaires .[6]
- l'identification de la structure et des mélanges de polymères par les pics d'amortissements, et l'évaluation de l'incidence des constituants sur l'évolution de la rigidité et celle de l'amortissement (figure 5) .[5]
- le suivi des effets de cuisson et post-cuisson et du taux de réticulation par l'observation de la transition vitreuse (figure 6) .



III.4. Méthodes de propagation d'ondes :

Cette méthode est adaptée aux ultrasons haute fréquence (0,5 à 5 MHz) ou aux ondes acoustiques (3 à 10 kHz) de l'ordre de 10^3 à 10^6 Hz lorsque la longueur d'onde du signal est inférieure dans le sens de propagation à la taille de l'échantillon. Ces méthodes sont adaptées à la mesure des propriétés mécaniques dynamiques, en particulier celles des matériaux dont les modules conservés sont compris entre 0,01 et 200 GPa et les facteurs de perte inférieurs à 0,1 (environ 1 MHz et 10 kHz, respectivement). méthodes ultrasonores et acoustiques). Généralement, il s'agit de mesurer la vitesse de propagation de l'onde (longitudinale ou transversale) dont le carré multiplié par la densité du matériau est égal au module de conservation correspondant (E' , G' , L' ...).

Les éprouvettes utilisées se présentent sous forme de films minces, de longues bandes (300 x 5 x 0,1 mm) ou de fibres (300 mm x □ 0,1 mm). Deux transducteurs piézo-électriques, l'un émetteur, l'autre récepteur, sont fixés à chaque extrémité de l'éprouvette (figure 7) et permettent de mesurer la vitesse de propagation v_L

$$E' = \rho v_L^2$$

des ondes acoustiques longitudinales à partir de la durée de parcours du signal. L'un des transducteurs doit être mobile, de manière à faire varier leur écartement (50 à 100 mm au minimum, sachant que la vitesse de propagation des signaux dans les plastiques est de l'ordre de 1 à $2,5 \cdot 10^3$ m · s⁻¹). De ces mesures on peut calculer le module de conservation en traction E' :

$$U = U_0 \sin t \quad \text{déplacement imposé ;}$$

$$U = U_0 \cdot e^{-\alpha t} \sin \omega \left(t - \frac{x}{v_L} \right) \quad \text{déplacement résultant en } x ;$$

$$E'' = \frac{2\alpha v_L^3 \rho}{\omega}$$

Pour de faibles amortissements, le module de perte en traction E'' :

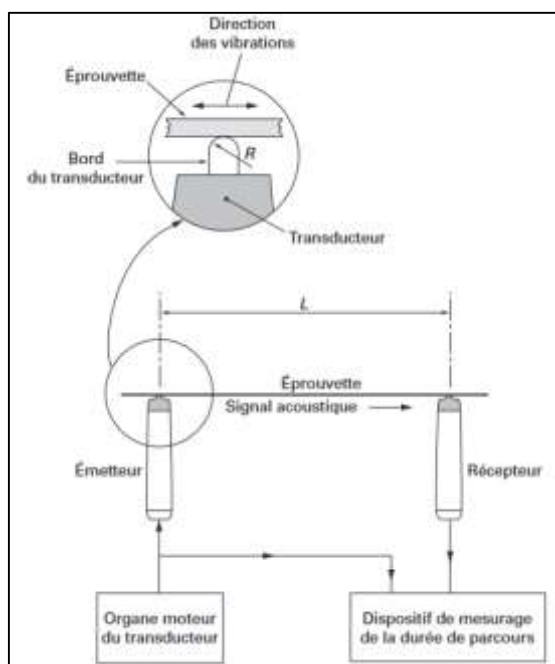


Figure 7 – Méthode de propagation de signaux acoustiques(vibration en traction) - Appareillage de mesure

III.2.Détermination des caractéristiques thermomécaniques de volume

III.2.1. Coefficient de dilatation thermique et retrait

III.2.1.1. Coefficient de dilatation thermique

Comme tous les matériaux, les plastiques se dilatent lorsqu'ils sont placés dans différents champs thermiques. A l'état solide, sur certaines plages de température, cette dilatation peut être caractérisée par le coefficient de dilatation thermique :

- Linéique si l'on considère une seule dimension :

$$\alpha = \frac{L_2 - L_1}{L_0(T_2 - T_1)} = \frac{\Delta L}{L_0 \Delta T}$$

- Ou bien volumique, si l'on considère les trois dimensions :

$$\beta = \frac{V_2 - V_1}{V_0(T_2 - T_1)} = \frac{\Delta V}{V_0 \Delta T}$$

Avec L_1 , L_2 et V_1 , V_2 longueurs et volumes de l'échantillon aux températures T_1 et T_2 , L_0 et V_0 longueur et volume à la température de référence.

La courbe de température d'expansion (Figure 8) peut mettre en évidence la température de transition à travers le changement de pente. La région de température qui varie linéairement (dans le cas des polymères cristallins) peut être limitée, de sorte que le coefficient de dilatation doit toujours être défini en spécifiant la température ou en calculant la région de température pour celle-ci, et pas seulement en prédisant les dimensions de la pièce placée sous variable contrôle de l'environnement thermique La stabilité du produit peut également prédire la contrainte thermique induite dans certains composants plastique-métal, qui ont un rapport de coefficients de dilatation thermique d'environ 10. Il faut également garder à l'esprit que l'anisotropie du matériau affecte également la dilatation thermique, et pour certaines orientations de fibres longues, les composites présentent un coefficient de dilatation thermique négatif.

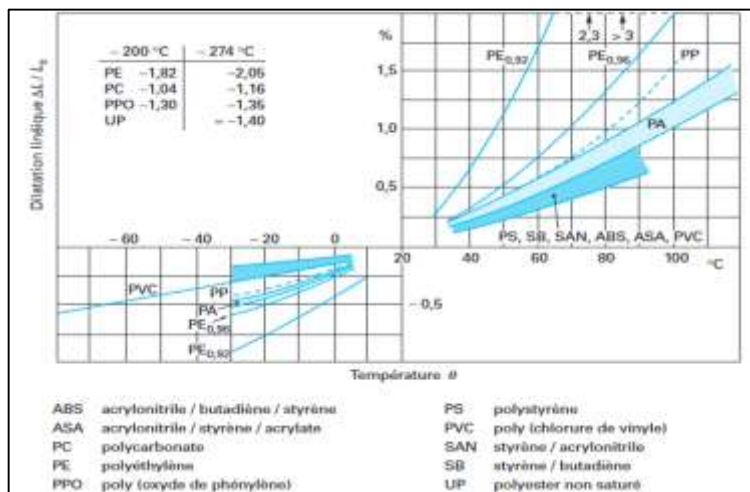


Figure8-Coefficients de dilatation thermique linéiques de différents plastiques

En pratique, on utilise un dilatomètre pour enregistrer la courbe longueur (ou volume) en fonction de la température, la température s'élevant lentement, à une vitesse inférieure à 1°C/min, à des intervalles de - 50 à + 250°C. L'expansion volumique est principalement utilisée pour les études de structure de transformation au stade de la recherche ou pour déterminer la loi pression-volume-température (pVT) (Figure 9), qui peut être utilisée pour modéliser certains processus de transformation (écoulement et refroidissement dans les injections telles que les moules). Les pentes des deux côtés de la transition sont une mesure des coefficients de dilatation volumétrique solide et fondu. Au niveau normatif, l'ISO développe actuellement une méthode de détermination de la carte pVT à l'aide d'une cellule de mesure cylindrique fermée d'un côté par un piston mobile et de l'autre par un obturateur fixe.

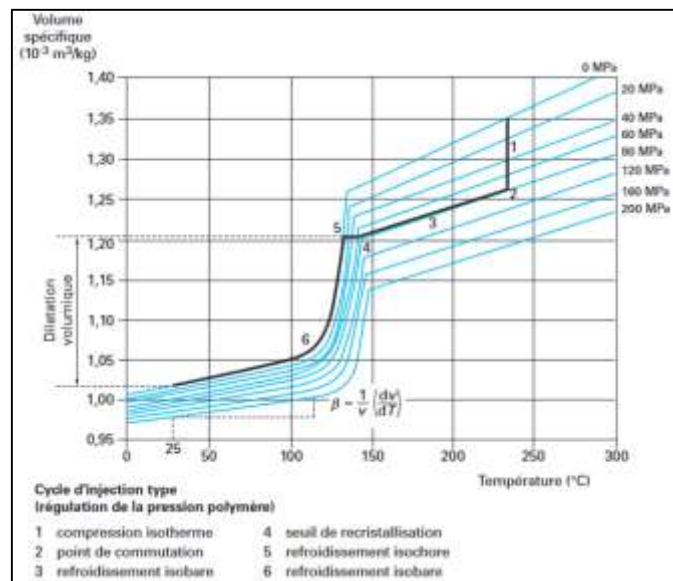


Figure9-Courbes pression-volume- température (pVT)

III.2.1.2. Stabilité dimensionnelle et retrait

Bien que la dilatation thermique pure soit un phénomène intrinsèquement réversible, en pratique les courbes de dilatation enregistrées sont souvent affectées par des phénomènes secondaires liés à l'état du matériau. Ils provoquent une expansion ou une contraction négative permanente, qui peut être évaluée après retour à l'état initial. La mesure des coefficients de dilatation et de contraction nécessite plusieurs cycles de chauffage-refroidissement jusqu'à stabilisation afin de bien distinguer les deux phénomènes. Cette méthode permet de définir le procédé optimal de stabilisation thermique des résines époxy et polyester après polymérisation. Par abus de langage, le retrait est souvent assimilé à la différence entre la taille d'une pièce et sa taille d'outillage. Strictement parlant, il convient de distinguer deux concepts:

- Le **retrait au moulage** (R_m), différence relative entre les dimensions de la pièce moulée (D_p) et celles du moule (D_m), mesurées après 24 ou 48 h à 23 °C et 50 % HR, exprimé par :

$$R_m = 1 - \frac{D_p}{D_m}$$

- Le post-retrait (P_r), différence relative entre les dimensions de la pièce après refroidissement (D_{av}) et celles de la même pièce soumise à un traitement thermique (D_{ap}) dans une étuve à une température et pendant un temps définis par les spécifications du matériau, exprimé par :

$$P_r = 1 - \frac{D_{ap}}{D_{av}}$$

III.2.2. Températures conventionnelles

Lorsque l'on recherche la température la plus élevée (ou la plus basse) qu'un matériau peut supporter tout en conservant des performances acceptables pour une application donnée, il est nécessaire d'étudier et de tirer des conclusions sur ses propriétés mécaniques en fonction de la température. Conclusions sur la plage de températures acceptables. Cela détermine les propriétés de traction, le module, la résistance aux chocs, etc. en fonction de la température. Ces mesures prennent du temps et sont coûteuses. Ainsi, lorsque vous souhaitez simplement comparer des températures extrêmes à l'aide de différents matériaux, vous pouvez utiliser des températures régulières et vous ne spécifiez que l'importance relative des valeurs. Ces températures définissent généralement le ramollissement des matériaux largement utilisés en pratique, et il est bon d'en connaître les implications et les limites.

III.2.2.1. Températures de ramollissement Vicat

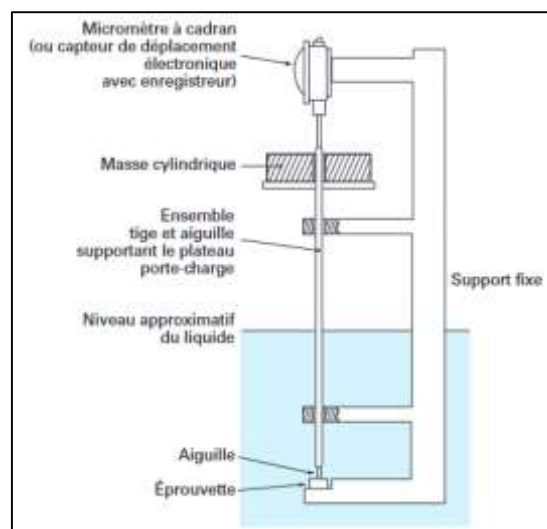


Figure 10 – Appareil de mesure de la température de ramollissement Vicat

La méthode ne traite que des matériaux thermoplastiques dont la température est déterminée, à laquelle une tige métallique à bout plat de section 1 mm^2 (Fig. 10), avec une charge de 1 kg ou 5 kg, pénètre de 1 mm dans l'échantillon, et la montée en température est de 50°C/h ou 120°C/h . Les cellules échantillons sont soit introduites dans une étuve équipée d'un système de circulation d'air forcé ou d'azote, soit immergées dans une cuve chauffée contenant un liquide approprié, inerte vis-à-vis du polymère étudié. Les résultats et l'expérience montrent qu'un changement de 3 à 4°C est observé lors du passage de l'eau distillée à l'huile de silicone. L'expérience a montré que, selon la

conception de l'appareil, les erreurs dues à la dilatation thermique du châssis peuvent être importantes en valeurs relatives. La méthode d'étalonnage utilisant des éprouvettes métalliques est recommandée. Il est également nécessaire de vérifier l'homogénéité thermique du fluide (liquide ou gaz) au voisinage des différentes stations, qui ne peut être obtenue qu'avec un mélange adéquat. Au sein d'un même laboratoire, la répétabilité est de l'ordre de $\pm 1^\circ\text{C}$; d'un laboratoire à l'autre, avec un écart de $\pm 2^\circ\text{C}$, les polymères cristallins peuvent atteindre $\pm 4^\circ\text{C}$. Pour certains matériaux, la différence entre les résultats obtenus à différentes vitesses de chauffe peut atteindre 10°C , la vitesse la plus élevée ayant un point de ramollissement plus élevé. Pour les polymères amorphes, la différence entre les résultats obtenus par les méthodes A et B est d'environ 10°C , mais peuvent atteindre 50°C et plus pour les polymères cristallins. La charge la plus souvent utilisée est de 5 kg.

2.2.2 Températures de fléchissement sous charge

Cette méthode convient aux plastiques, thermoplastiques et thermodurcissables rigides à 20°C . Pour le plastique, des éprouvettes parallélépipédiques de 120 ± 10 mm de long, 9,8 à 15 mm de large et 3 à 4,2 mm d'épaisseur sont placées côte à côte sur deux supports simples distants de 100 mm. Une variante utilise un échantillon plus petit de $80 \times 10 \times 4$ mm pour une distance entre supports de 64 mm, avec une position à plat. Sous une charge ponctuelle centrale produisant une contrainte maximale de 1,80 MPa, 0,45 MPa ou 8 MPa et une élévation de température, une température de $120^\circ\text{C}/\text{heure}$ a été enregistrée avec une déformation centrale de 0,21 à 0,36 mm (selon l'échantillon sélectionné). La déformation normalisée induit une déformation en flexion de 0,2 % dans la fibre la plus serrée. Le dispositif de chauffage (bain ou four) et le fluide caloporteur sont similaires à ceux utilisés pour les essais Vicat.

Dans le cas des matériaux composites, la charge est fonction de la limite ou de la résistance spécifiée du matériau (1/10). Cela permet d'appliquer la méthode sur une base générique à des matériaux présentant une large gamme de caractéristiques de résistance et de module. Poser l'éprouvette à plat avec une largeur de 9,8 à 12,8 mm, une épaisseur h de 2 à 7 mm et une longueur supérieure de 10 mm à la plage D fixée à 30 heures. La température de flèche sous charge correspond à la flèche normalisée s calculée en fonction de l'épaisseur de l'éprouvette h, résultant en une déformation en flexion de 0,1 % Surface de l'échantillon ($s = 10^{-3} D^{2/6} h$ en mm). Encore mieux que l'essai Vicat, une tige métallique est recommandée pour calibrer l'équipement afin de comprendre l'ampleur de la dilatation et de la déformation du cadre et de vérifier l'homogénéité thermique du fluide.

2.2.3 Température de déformation à la chaleur (Martens)

Une méthode similaire à celle décrite précédemment, mais plus spécifiquement pour les matières plastiques thermodurcissables, où la température ou les degrés Martens peuvent être déterminés, avec la courbure de l'éprouvette verticale (de préférence $60 \times 15 \times 4$ mm dans les dimensions recommandées) noyée dans sa partie inférieure extrémité Et l'extrémité supérieure est soumise à un couple de flexion constant, fixé à $1/40$ radian. En raison de la contrainte plus élevée (4,9 MPa), la température de Martens est généralement inférieure de 5 à 10°C à la température de fléchissement sous charge.

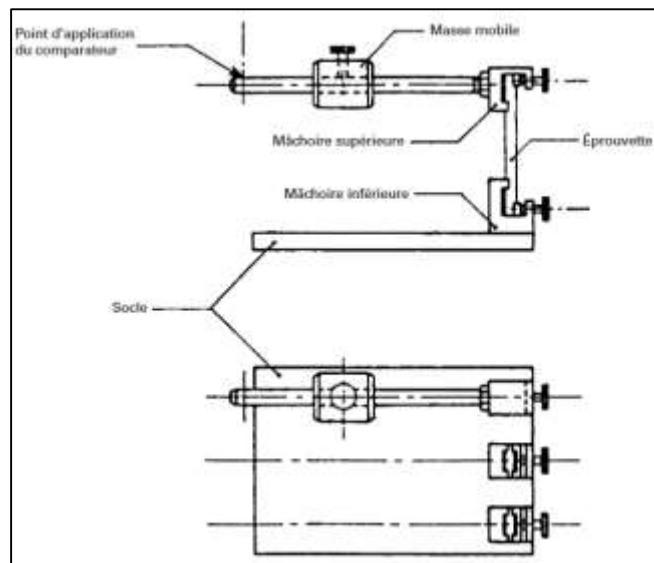


Figure 11 – Appareil de mesure de la température Martens

2.2.4. Température de ramollissement bille et anneau

On mentionnera également le cas particulier des résines phénoliques dont le point de ramollissement est déterminé par la méthode "ball and ring". Une bille d'acier de masse définie est placée sur les particules de résine incrustées dans l'anneau métallique. La masse est chauffée à vitesse constante et le point de ramollissement correspond à la température à laquelle une sphère pénétrant dans l'échantillon tombe dans l'échantillon.

2.2.5. Température de fragilité à froid

Dans certaines conditions de déformation, la température à laquelle la rupture fragile se produit dans les matériaux plastiques souples à température ambiante peut être atteinte. La température ainsi définie est classique : elle peut être utilisée pour caractériser ou comparer différents matériaux ; elle ne détermine pas nécessairement la température la plus basse à laquelle un matériau peut être utilisé, car la fragilité des polymères est affectée par l'orientation moléculaire qui se produit lors des transformations ultérieures, son historique thermique et les effets de toutes les contraintes appliquées, en particulier les taux de réaction. Sollicitation. Les trois premières méthodes ci-dessous permettent de déterminer la température à laquelle l'éprouvette se rompra avec une probabilité de 50 % (rarement 80 %). Les deux premiers sont une exécution à grande vitesse et le troisième est statique.

3. Détermination des caractéristiques mécaniques de surface

3.1. Essais de dureté

La dureté (ou rigidité de surface) est une grandeur qui permet d'évaluer la déformabilité d'une surface lorsqu'elle est généralement soumise à une contrainte de poinçon (ou de

pénétration) d'une géométrie définie. Il s'agit d'un concept très courant dans le domaine de la caractérisation des matériaux, et la simplicité de certains équipements de test en fait une méthode souvent recommandée dans le contrôle de routine de la fabrication. Cependant, malgré le principe de mesure simple, cette contrainte crée un état de contrainte complexe au niveau du poinçon. De plus, le mouvement du pénétrateur dépend non seulement des propriétés viscoélastiques du matériau, mais également de la géométrie et des états de surface du poinçon, car de nombreux paramètres ne permettent pas de définir les grandeurs caractéristiques du matériau.

Ces méthodes sont nombreuses, pour la plupart conventionnelles, directement empruntées à la métallurgie, avec une gamme de charges plus faibles. Selon les critères de base choisis, différentes classifications sont possibles :

- Géométrie du pénétrateur (sphère, pyramide, cône).
- Le type et le mode de sollicitation, selon le comportement viscoélastique que l'on souhaite privilégier : fluage, récupération, relaxation ou amortissement. Dans chaque classe.

il est rarement possible d'obtenir l'évolution de la déformation ou de la contrainte en fonction du temps sous l'action de lois de chargement simples. Il est à noter que des dynamomètres sont désormais disponibles sur le marché avec des têtes de dureté avec différentes formes de pénétrateurs, permettant d'enregistrer la pénétration en fonction de la force appliquée. [27]

3.1.1 Méthodes statiques

3.1.1.1 Pénétreurs sphériques

Pour réduire les effets de poinçonnement, la valeur de charge appliquée doit produire une pénétration de 0,15 à 0,35 mm après 30 secondes. Pour éviter les déplacements parasites, le repère est fixé après application d'une précharge inférieure à 20% de la charge. Nous avons donc trouvé des essais de pseudo-fluage caractérisés par un seul point expérimental, très insuffisants, car des matériaux de même dureté peuvent avoir des comportements viscoélastiques très différents. Les équipements doivent être systématiquement équipés d'enregistreurs à déplacement continu pour pouvoir caractériser les surfaces par la dureté en fonction du temps, constituant un spectre mécanique de surface, plutôt que par des valeurs de dureté à un instant donné. Selon la nature du matériau, utilisez les échelles R, L, M, E ou K : elles varient selon la valeur de la charge et le diamètre de la bille (tableau 3).

Dureté	Méthode	Précharge(N)	Charge(N)	Diamètre bille (mm)	Plage de pénétration (mm)
Brinell NF ISO 2039/1		9,8	49 ; 132 ; 358 et 961	5 ± 0,05	0,15 à 0,35
Rockwell NF ISO 2039/2 (ASTM D 785)	R et □ L M E (K)	98,07 98,07 98,07 98,07 (98,07)	588,4 588,4 980,7 980,7 (1471,0)	12,7 + 0,015 6,35 + 0,015 6,35 + 0,015 3,175 + 0,015 (3,175 ± 0,0025)	

Tableau 3 – Comparaison des conditions d'essais de dureté Brinell et Rockwell

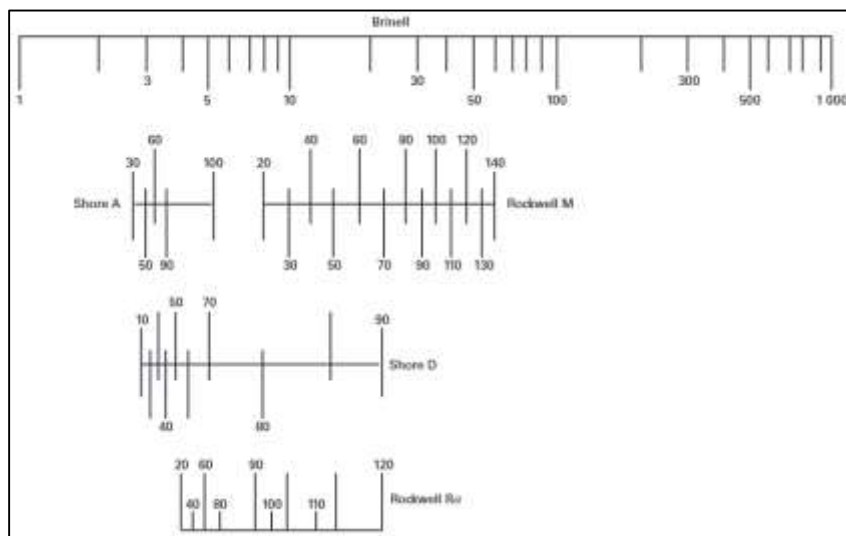
3.1.1.2. Pénétreurs coniques

Ils sont largement utilisés pour mesurer la dureté Shore et Barcol). Dans les deux cas, il s'agit d'appareils portables faciles à utiliser sur les chantiers. La charge est appliquée en comprimant le ressort de calibrage au point sortant du pied presseur, la lecture se fait directement sur le cadran, de 0 à 100 : la valeur 0 correspond à la position vide (pénétration maximale), la valeur est à la fin du cône du pénétrateur est au niveau du pied presseur. Dans le plan, il atteint 100 (pénétration nulle).

- Deux gammes de dureté Shore existent.
- Le *duromètre Barcol*.

3.1.1.3. Autres méthodes

Toutes les méthodes décrites ci-dessus sont les méthodes les plus classiques pour les plastiques. La figure 11 fournit une correspondance des échelles de dureté couramment utilisées pour les plastiques. On peut également citer la méthode de détermination de la dureté internationale (IDDC) du caoutchouc, qui peut être utilisée pour les plastiques souples à la place de la dureté Shore (35 à 80 DIDC). Les pénétrateurs pyramidaux utilisés pour mesurer la dureté de type Vickers sont rarement utilisés sur les matières plastiques car le contour de l'indentation n'est pas bien défini et il est difficile de mesurer des longueurs, telles que des diagonales.



3.1.2. Méthodes dynamiques

Il s'agit de méthodes peu développées qui permettent d'avoir une idée de l'amortissement et de la rigidité de la surface soit par mesure du rebond d'une masse tombante, soit par mesure de la période et des amplitudes d'oscillation d'un duromètre pendulaire.

- Le **rebondimètre** relie dureté et hauteur de rebond, cette dernière étant d'autant plus importante que la pénétration est faible, donc le matériau dur

- Le **duromètre pendulaire**, ou pendule cycloïdal, est constitué d'un pendule qui repose sur la surface de l'éprouvette par l'intermédiaire d'une ou deux billes et dont on enregistre les oscillations. [9]

3.1.3. Corrélations

De nombreuses études de corrélation ont été menées entre les standards et différents tests développés au laboratoire [10]. L'expérience a montré que la corrélation dépend plus ou moins du test considéré. En fait, en fait, si :

- Les éprouvettes auront la même origine et le même historique thermomécanique ;
- Les états rhéologiques appliqués au moment de la mesure seront similaires, ce qui signifie des charges (effets non linéaires) qui produisent le même ordre de grandeur de contrainte et de déformation et des conditions de charge similaires, notamment en ce qui concerne la précharge et la durée de la charger l'application ;
- Les résultats sont exprimés de manière à réduire les effets géométriques.

En pratique, les essais de dureté sont principalement utilisés pour vérifier le degré de polymérisation des composites ou pour caractériser la dégradation de surface des polymères (plastification et compatibilité chimique [11] [12] ou stabilité et résistance aux UV [13]).

3.2. Essais tribologiques

La tribologie est la science liée aux surfaces alternatives en mouvement relatif, et donc liée aux phénomènes de frottement de glissement (résistance au déplacement) et d'usure (perte de matière de la surface d'un corps soumis à une action mécanique) qui se produisent lorsque deux surfaces solides se rapprochent en contact les uns avec les autres. Le dernier phénomène, toujours causé par l'intervention d'un corps étranger, peut être décomposé en plusieurs modes, qui correspondent méthodiquement à des tests spécifiques :

- L'usure adhésive correspond au transfert de rupture de particules d'un matériau plus tendre vers un matériau opposé. C'est le principal mécanisme d'usure des polymères thermoplastiques.
- L'usure abrasive se caractérise par la formation de rayures, de rainures ou d'éclats sous l'action de la meule, du papier de verre ou de toute autre protubérance ou particule dure présente sur la surface opposée. Dans le cas particulier de l'érosion.
- L'usure par fatigue de surface se produit lorsque les conditions de contact (pression et/ou vitesse) génèrent un auto-échauffement suffisant pour provoquer la fonte, le ramollissement, la déformation excessive, la fragilisation ou la fissuration du matériau.
- L'usure tribochimique (ou corrosive) se produit par des réactions chimiques avec un environnement corrosif.
- Rayures ou usure par contact ponctuel.
- Cavitation. Le comportement tribologique d'un matériau peut être défini par différentes grandeurs.
- Coefficient de frottement (statique ou dynamique).

- Taux d'usure, d'abrasion ou d'érosion.
- Limite pression-vitesse $p v$.
- Ça dépend: Paramètres intrinsèques liés au matériau présent Tels que la chimie physique, la géométrie, les propriétés mécaniques.
- Paramètres externes liés aux conditions de contact : mode de contact, vitesse relative, charge appliquée, milieu environnant (température et humidité), corps interstitiels (lubrifiant, débris d'usure), type de mouvement (glissement, roulement, écoulement) et évolution dans le temps, oscillatoire, intermittent).
- Paramètre d'interaction : la température de surface de la zone de contact.

Compte tenu de ces multiples paramètres techniques, il est conseillé d'utiliser des tests en laboratoire pour reproduire le plus fidèlement possible les conditions d'utilisation afin de comparer les matériaux entre eux, faire des sélections pour des applications spécifiques ou vérifier la stabilité de la production.

3.2.1. Coefficients de frottement

Le frottement est la résistance tangentielle au mouvement relatif de deux objets en contact. Le coefficient de frottement μ est défini comme le quotient de la force tangentielle nécessaire pour créer ou maintenir le mouvement relatif de deux corps et de la force normale exerçant ces corps sur l'autre. Dans le premier cas (création du mouvement) on discutera du coefficient de frottement statique μ_s et dans le second cas (maintien d'un mouvement existant) on discutera du coefficient de frottement cinétique μ_k . Rappelons que pour un matériau donné, le coefficient de frottement n'est pas constant, mais est lié à deux éléments de frottement. Plus le coefficient de frottement est faible, plus il est facile pour les surfaces en contact de glisser l'une contre l'autre. Une caractéristique commune à la plupart des thermoplastiques est le coefficient de frottement statique. [20]

Un tribomètre est un appareil de test, également appelé tribomètre ou tribomètre, qui mesure la force de frottement de deux surfaces mobiles l'une par rapport à l'autre et les quantités liées à l'usure, et non au type d'adhésif. Les méthodes d'essai sont classées selon le type de contact et le mouvement relatif des objets impliqués.

Pour un type de contact donné, il est important de préciser que la boucle de glissement peut être ouverte lorsque la trajectoire d'usure est continuellement mise à jour, ou fermée lorsque la même surface est toujours sous pression. Dans ce dernier cas, il est clair que le phénomène d'usure dépendra des caractéristiques de la couche de transfert qui, dans le cas des plastiques, sera oxydée et dégradée plus ou moins par la contrainte de cisaillement et la température élevée.

De son côté, la piste de coulissement peut être circulaire ou linéaire. Les rails linéaires sont plus faciles à usiner avec la même qualité de surface. En revanche, les pistes circulaires permettent des chemins de glissement plus longs, mais l'équipement nécessaire aux essais est plus complexe. Deux types de conceptions sont couramment utilisées, l'axe central de la piste de glissement étant parallèle ou perpendiculaire à l'axe de la force normale. Dans le premier cas, la précision de la mesure est inférieure à celle obtenue avec une piste linéaire, car la direction de la force de frottement n'est pas la

même pour tout élément de la surface du patin, et celle-ci est affectée à une certaine vitesse par la pente.

Le frottement doit être mesuré au niveau de sa ligne d'action autant que possible. Tout écart entraînera des couples qui interfèrent avec la mesure en créant une pression de surface inégale et en réduisant ainsi artificiellement la surface de frottement. En principe, la force de frottement peut être mesurée aussi bien au niveau du corps mobile qu'au niveau du corps fixe, la deuxième méthode est plus simple à mettre en oeuvre.

3.2.2. Taux d'usure

Le taux d'usure K (ou facteur d'usure) s'exprime par la correction de masse ou de géométrie (volume, surface, longueur), absolue ou relative par unité de force appliquée, de temps ou de longueur de glissement, ou par unité de force appliquée, par rapport au matériel de référence :

$$K = X / p v t$$

Avec X volume ou profondeur affectés par l'usure,

p effort ou pression appliqués,

v vitesse de déplacement,

t temps.

En général, les matériaux sont classés en fonction de leur taux d'usure d'équilibre, permettant une sélection pour des applications tribologiques spécifiques. Cependant, le comportement d'un matériau avant l'établissement de l'équilibre ou de l'état d'équilibre peut également apporter des informations précieuses sur les mécanismes d'usure : temps nécessaire pour établir l'équilibre, augmentation ou diminution du taux d'usure avant l'établissement de l'état d'équilibre.

Des changements physico-chimiques ou des phénomènes thermiques peuvent également être enregistrés. Si l'évaluation quantitative est difficile, nous sommes satisfaits de la description des phénomènes observés (tableau 4).

Il y a plus d'une centaine de moulins, dont Harper [14] donne une classification complète :

- Les machines basées sur la rotation de l'éprouvette ou de la meule (ou les deux) (Figure 12a) ;
- Machines à mouvement linéaire (Fig. 12b) ;
- Machines qui simulent les piétons ou la circulation routière, etc.

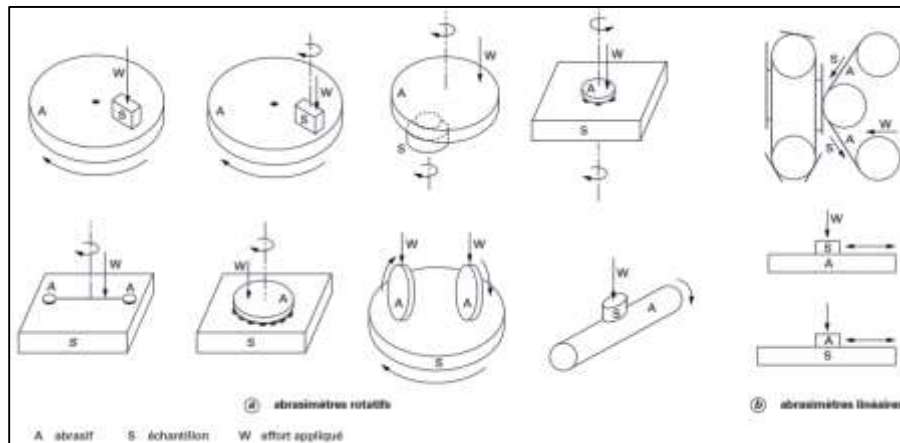
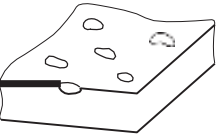
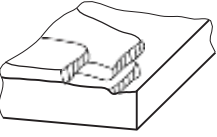
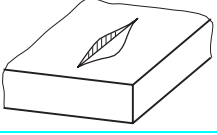
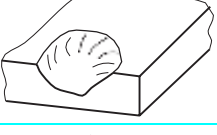
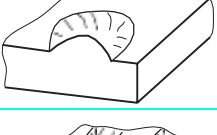
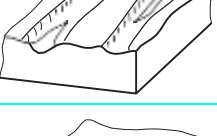
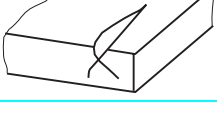
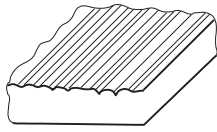


Figure 12 – Principe des abrasimètres

Tableau 4 – Types d'altération géométrique

	Désignation
	Piqûres : cavités dans la surface, localement limitées, de petites dimensions (exemple : défauts de surface créés par la rupture de liaisons locales d'adhérence ou le détachement de particules de matière sous l'effet de la fatigue).
	Écailles : strates de surface superposées (exemple : portions de matière transportée par adhérence).
	Éraflure : défaut de surface du type rainure de faibles extension et longueur (exemple : action locale d'une particule dure à effet abrasif).
	Dépansions : cavités plates de la surface, de forme ronde ou polygonale (exemple : défauts de surface dus à des écoulements liquides par suite de la cavitation).
	Dômes : élévations de surface localement limitées, rondes ou à angle vif, adhérentes ou libres (exemple : particule de matière transportée par le processus d'adhérence).
	Rainures : trace d'usure en forme de sillons dans la direction du glissement (exemple : trace d'une particule dure agissant en abrasion).
	Fissures : écartement de la structure du matériau, localement limité, de faible largeur, mais de longueur et profondeur souvent importantes (exemple : manifestation de fatigue superficielle).

Les principes de ces méthodes restent similaires : l'échantillon est appliqué sur une surface abrasive (papier de verre, papier de verre, meule, poudre sur supports



Striage : trace d'usure sous forme de sillons parallèles de grande longueur. La largeur de chaque sillon est relativement constante, mais cette dimension, ainsi que le profil du sillon, peuvent varier d'un sillon à l'autre (exemple : défaut consécutif au fluage de la sous-couche de surface).

métalliques...) animée d'un mouvement relatif de rotation ou de translation. La résistance à l'abrasion est généralement mesurée par une perte de masse ou de volume, mais parfois aussi par un changement géométrique ou une perte de propriétés optiques. Dans certains cas, l'abrasif est renouvelé en continu pendant l'essai, dans d'autres cas, la même surface abrasive est utilisée, ce sont deux principes différents qui ne conduisent pas nécessairement au même classement du matériau testé, car les nouveaux abrasifs s'accumulent sur la surface, l'efficacité abrasive a tendance à diminuer. La méthode la plus courante fait l'objet d'un document normatif.

3.2.3. Limite pression-vitesse pv

Outre le coefficient de frottement et d'usure, la limite photovoltaïque est également un facteur clé, souvent utilisé pour sélectionner des matériaux pour des applications tribologiques. Par définition, la limite pv est simplement le produit de la pression par la vitesse, au-delà de laquelle le matériau se déforme, se ramollit, fond ou s'use de manière importante du fait des augmentations de température d'auto-échauffement et n'est plus utilisable pour des applications tribologiques. Être déterminée à l'aide d'un appareil de type tribomètre ou indicateur d'usure en augmentant la pression appliquée à vitesse constante, ou en augmentant la vitesse à pression constante. Ce facteur caractérise les limites d'utilisation du matériau dans le système dynamique considéré. [15]

En réalité, cependant, la limite photovoltaïque est plus un concept qu'une limite numérique bien définie et unique, facile à mesurer. Elle est fortement influencée par les phénomènes thermiques. Le plastique est donc plus sensible à l'effet de la vitesse qu'à l'effet de la pression, ainsi pour différentes valeurs de vitesse ou de pression, différentes valeurs de pv peuvent être déterminées. La mesure de la limite pv pour différentes vitesses de glissement permet de mieux comprendre le comportement du polymère testé. Bien qu'il s'agisse d'une norme approximative, la limite pv est toujours attrayante car elle reflète la capacité thermique du plastique à travailler sous des charges et des vitesses élevées. [20]

Pour une analyse détaillée des phénomènes physiques d'usure et de frottement et de leurs facteurs d'influence respectifs, le lecteur est renvoyé à l'article Friction de cet article. On mentionnera également le répertoire des données de référence. Il fournit des centaines de qualités commerciales de propriétés tribologiques (coefficient d'usure, coefficient de frottement, limite pv). Enfin, concernant le comportement tribologique spécifique des plastiques renforcés, les références fournissent une bonne synthèse des travaux menés sur les composites à matrices polymères, notamment thermiquement stables. [16] [17] [18] [20]

3.2.4 Résistance à la rayure

Généralement, les rayures sont causées par un point chargé sur un échantillon plat animé d'un mouvement de translation. La résistance est alors évaluée par la charge nécessaire pour produire une rayure avec une géométrie donnée ou la largeur de la rayure à une charge donnée. Ces dispositifs ressemblent à un plateau tournant avec un porte-échantillon à plateau tournant et un bras de levier muni d'une pointe et portant une masse mobile (Figure 13).

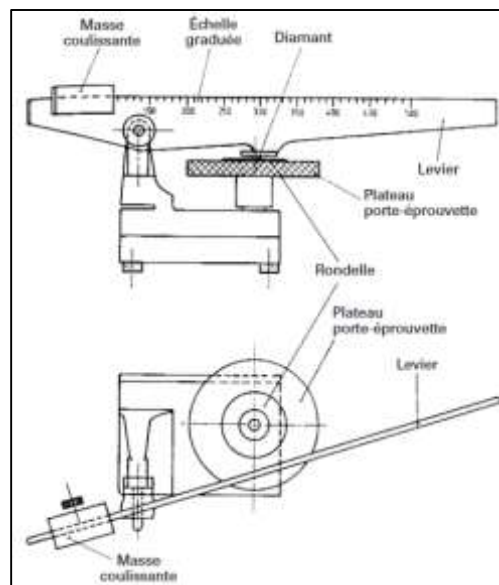


Figure 13 – Appareil de rayure

3.2.5. Résistance à la cavitation

La cavitation peut être définie comme la formation, le développement et la disparition de bulles d'air dans un écoulement de liquide à grande vitesse sous l'action d'une réduction de pression locale. Ce phénomène périodique génère des contraintes mécaniques importantes au niveau des parois, entraînant une corrosion de surface. Deux types d'équipements sont utilisés [22] :

- Dispositif magnétostrictif : Un échantillon plat en forme de disque est fixé à l'extrémité d'un tube métallique placé dans un champ magnétique oscillant. Par magnétostriction, cela se traduit par des déformations longitudinales périodiques qui génèrent des champs de cavitation à la surface de l'échantillon.
- Dispositif à table tournante : Entraîne un disque d'échantillon perforé à 3200 tr/min dans de l'eau sous pression. Vérifier la surface après un temps donné.

3.3. Essais de rugosité

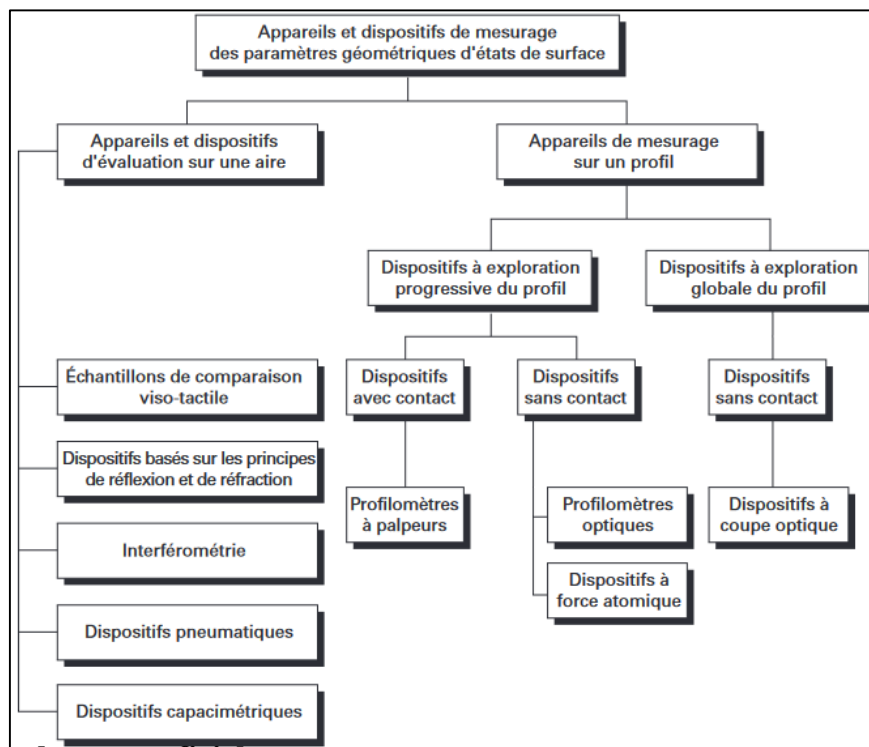
Il n'y a pas de normes spécifiques pour les plastiques dans ce domaine. D'autre part, les normes mécaniques peuvent être utilisées pour définir, mesurer et spécifier l'état de surface d'un produit. Bien que généralement, ces normes sont principalement écrites pour les produits métalliques usinés. Même si les plastiques sont rarement usinés, certaines

informations peuvent encore en être extraites, notamment pour les moulages sous pression, qui ne sont en réalité qu'une empreinte directe de l'état de surface géométrique du moule métallique correspondant. La mécanique distingue quatre types d'anomalies de surface de taille réduite :

- Les écarts de forme et de position (rectitude, rondeur, parallélisme, etc.).
- Fluctuations des caractéristiques cycliques.
- Rugosité adaptée à :
 - Bandes et rainures périodiques ou pseudopériodiques.
 - Déchirures apériodiques, marques d'outils, fentes, piqûres.

Tous ces accidents sont liés aux paramètres (machines, installations, outils, matériaux) dont dépend le processus d'usinage. Ils sont définis par des critères physiques et statistiques, qui font intervenir la notion de profondeur ou d'amplitude moyenne et maximale et de largeur ou de pas, d'écarts arithmétiques... définis et mesurés à partir de profils enregistrés.

En effet, les accidents géométriques ne sont pas nécessairement des défauts, puisque dans certains cas des états de surface géométriques particuliers sont imposés par des traitements de surface (grainage, moletage) pour des raisons fonctionnelles ou esthétiques. Les méthodes de mesure les plus utilisées dans l'industrie mécanique reposent sur l'utilisation de la comparaison visuelle et tactile d'échantillons, ou sur l'utilisation de dispositifs électroniques ou optiques avec capteurs, qui permettent d'obtenir des images sous forme directe ou indirecte, contour et en déduire des valeurs mesurables (Figure 14).



3.4. Essai de choc superficiel

Pour juger de la fragilité du matériau constituant la surface, un test de chute de bille peut être effectué à partir d'une hauteur déterminée.

Les Paramètres de fonctionnement des stratifiés décoratifs et des réservoirs (masse de balle, hauteur de chute). Le dispositif est similaire à celui utilisé pour les chocs biaxiaux sur les planches de recherche.

Chapitre IV. Application de la viscosimétrie pour calcul de la masse macromoléculaire

Chapitre IV. Application de la viscosimétrie pour calcul de la masse macromoléculaire

Introduction

La dissolution d'un polymère dans un solvant (lorsqu'une telle dissolution est possible) augmente la viscosité de la solution. À partir de mesures de la viscosité de la solution pour différentes concentrations en polymère dissous, on peut calculer la masse molaire moyenne viscosimétrique. Elle est notée M_v . Contrairement aux autres masses molaires moyennes, M_v n'est pas une valeur absolue car elle dépend du solvant utilisé et de la température.

IV.1. Détermination

La viscosité des solutions diluées de polymères (concentration généralement inférieure à 1 %) est réalisée avec un viscosimètre pour solutions comme les viscosimètres capillaires (viscosimètres d'Ostwald et d'Ubbelohde). On mesure d'abord la viscosité (ou le temps d'écoulement) du solvant pur. Le polymère est ensuite dissous dans ce solvant jusqu'à l'obtention de la concentration attendue. La viscosité de la solution diluée est alors mesurée.

IV.2. Typologie

Soit η_0 la viscosité du solvant en l'absence de polymère dissous. Soit η la viscosité de la solution contenant une concentration c de polymère dissous.

- *Viscosité relative* : c'est un nombre sans dimension représentant le rapport de la viscosité de la solution sur la viscosité du solvant :

$$\eta_{rel} = \frac{\eta}{\eta_0} .$$

- *Viscosité spécifique* : (également sans dimension)

$$\eta_{sp} = \frac{(\eta - \eta_0)}{\eta_0} = \frac{\eta}{\eta_0} - 1 = \eta_{rel} - 1 .$$

- *Viscosité réduite* : il s'agit du rapport de la viscosité spécifique sur la concentration en polymère dissous. La viscosité réduite a donc la dimension de l'inverse d'une concentration¹.

$$\eta_{red} = \frac{\eta_{sp}}{c}$$

Chapitre IV. Application de la viscosimétrie pour calcul de la masse macromoléculaire

- *Viscosité intrinsèque* : notée $[\eta]$, il s'agit de la limite de la viscosité réduite lorsque la concentration en polymère dissous tend vers zéro. La viscosité intrinsèque a également la dimension de l'inverse d'une concentration.

$$[\eta] = \lim_{c \rightarrow 0} \left(\frac{\eta_{sp}}{c} \right)$$

- *Viscosité inhérente* : (dimension de l'inverse d'une concentration)

$$\eta_{inh} = \left(\frac{1}{c} \right) \times \ln(\eta_{rel}).$$

IV.3. Relation entre viscosité et masse molaire

L'équation de Mark–Houwink ou de Mark-Houwink-Sakurada (MHS) permet de relier la viscosité intrinsèque $[\eta]$ à la masse molaire moyenne viscosimétrique M_v . Cette équation s'écrit :

$$[\eta] = K \times M^\alpha$$

Il s'agit d'une relation semi-empirique. Les coefficients K et α varient avec le couple (solvant/polymère) considéré et la température de la solution. Il existe des tables donnant les valeurs de ces coefficients en fonction de ces paramètres.

La relation MHS peut être réécrite sous la forme suivante en prenant le logarithme de chacun de ces termes :

$$\ln([\eta]) = \ln(K) + \alpha \times \ln(M).$$

Cette relation linéaire permet de déterminer aisément les valeurs des coefficients α et K . Si l'on représente $\ln([\eta])$ en fonction de $\ln(M)$, on devrait obtenir une droite de pente α et d'ordonnée à l'origine $\ln(K)$.

Remarque : lorsque $\alpha = 1$, on parle également de relation de **Staudinger**.

IV.4. Relation entre viscosité et concentration

Les relations suivantes caractérisent la relation viscosité-concentration pour des concentrations suffisamment faibles, et permettent notamment la détermination expérimentale de la viscosité intrinsèque $[\eta]$.

IV.1.1. Équation de Huggins

L'équation de Huggins est une équation empirique utilisée pour relier la viscosité réduite d'une solution diluée de polymère à la concentration de ce polymère dans cette solution. Cette équation s'écrit :

$$\eta_{red} = [\eta] + k_H [\eta]^2 c$$

avec η_{red} la viscosité réduite, c la concentration massique du polymère, k_H le coefficient de Huggins et $[\eta]$ la viscosité intrinsèque. Le coefficient de Huggins utilisé dans cette équation est un indicateur de la force du solvant. Le coefficient varie généralement entre **0.3** pour les solvants forts et **0.5** pour les solvants pauvres.

IV.4.2. Équation de Kraemer

Une autre relation est donnée par l'équation de Kraemer, pour la viscosité inhérente

$$\eta_{inh} = [\eta] + k_K [\eta]^2 c$$

Avec η_{inh} la viscosité inhérente, c la concentration massique du polymère, k_K le coefficient de **Kraemer** et $[\eta]$ la viscosité intrinsèque.

Note

On trouve aussi cette relation avec un signe négatif devant k_K , et avec la **dénomination Fuoss-Mead**.

IV.4.3. Approximation de Solomon-Ciuta

Les deux équations ci-dessus ne sont pas indépendantes ; à suffisamment faible concentration, les deux ajustements doivent donner :

$$k_K = k_H - \frac{1}{2}.$$

En les combinant, on obtient l'équation de **Solomon-Ciuta**, qui permet la détermination directe de à concentrations modérées :

$$[\eta] \approx \frac{1}{c} \sqrt{2(\eta_{sp} - \ln \eta_{rel})} = \frac{1}{c} \sqrt{2(\eta_{rel} - 1 - \ln \eta_{rel})}.$$

Chapitre IV. Application de la viscosimétrie pour calcul de la masse macromoléculaire

IV.5. Etude du cas du polypropylène PP

IV.5.1. Exemple de pesée

0,0031 g/cm³
 S4: on pèse 0,1026g de polymère ce qui correspond à une concentration de
 0,0021 g/cm³

1. Réalisation des mesures

Temps (s)	234,26	235,25	235,45	235,71	235,15
Moyenne (s)	235,16 correction: t-1,40= 233,76				

S4					
N° de mesures	1	2	3	4	5
Temps (s)	208,84	208,3	208,61	208,4	208,53
Moyenne (s)	208,54 correction: t-1,77= 206,77				

IV.5.2. Exploitation des résultats

Tableau récapitulatif

Solution	S0	S1	S2	S3	S4
Masse pesée en g	0	0.2587	0.1566	0.119	0.046
T en secondes après correction	184,56	256,54	244,37	233,76	206,77
Concentration en g/cm³	0	0,0051	0,0041	0,0031	0,0021
$\eta_r = T/T_0$	1	1,38	1,32	1,27	1,12
$\eta_{red} = (\eta_r - 1) / C$ (g/ml)		74,5	78,0	87,1	57,1

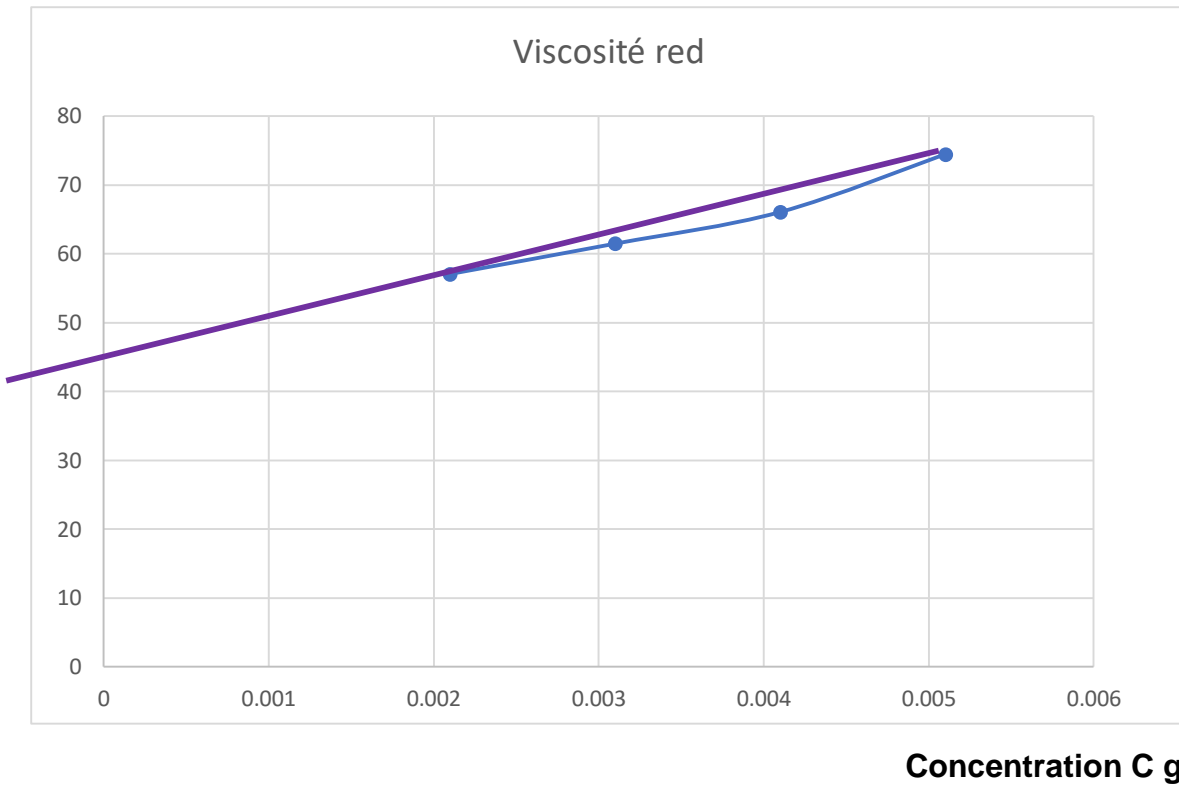


Figure IV.1 Viscosité réduite en fonction de la concentration du **Polypropylène PP** dans le **THF**

Graphique représentant la viscosité réduite en fonction de la concentration en g/ml

Pour la solution S1 et S2, on devrait avoir des valeurs beaucoup plus élevées que S3 et S4 ce qui nous permettrait d'obtenir une droite.

Pour pouvoir effectuer les calculs, nous avons décidé de tracer la même droite mais en ne considérant que S1, S2 et S4.

Chapitre IV. Application de la viscosimétrie pour calcul de la masse macromoléculaire

IV.5.2. Détermination

L'ordonnée à l'origine est égale à la viscosité intrinsèque notée $[\eta]$. Il s'agit de la viscosité à la concentration nulle. Elle permet d'atteindre la valeur de la masse moléculaire.

D'après la courbe on a :

$$\eta_{\text{red}} = 6464.3x + 45.5$$

Or

$$[\eta] = K.M^a$$

$$\text{d'où : } M^a = [\eta]/K$$

$$\text{Log } M^a = \text{log}(\eta/K)$$

$$\text{Log } M = \text{log}(\eta/K) * 1/a$$

$$\text{Log } M = \text{log} (45.5 / 4,16E-3) * 1/0,79$$

$$\text{Log } M = 5,11$$

$$\mathbf{M = 129\ 649\ g/mol}$$

Conclusion générale

La rhéologie peut désigner la discipline scientifique qui s'intéresse au comportement des matériaux soumis à une déformation ou un écoulement, ou bien ce comportement lui-même.

Le comportement peut être caractérisé par des lois théoriques ou empiriques décrivant la fluidité (ou la viscosité, les deux mots concernent le même phénomène d'écoulement mais s'appliquent à deux perceptions opposées de ce même effet).

Au contraire de la fluidité, la viscosité va se traduire par des phénomènes d'épaississement. La valeur de la viscosité est dépendante de la contrainte de cisaillement que l'on applique à la suspension. On distingue deux grands types de comportement rhéologiques : le comportement newtonien qui dépend peu du cisaillement, et le comportement pseudo-plastique qui voit la viscosité baisser quand le cisaillement augmente (Cas des macromolécules).

Comme les polymères sont désignés par des écoulement non Newtoniens, plusieurs modèles ont été présentés. La plupart des modèles présentés obéissent à une loi de puissance.

Certains liquides n'obéissent pas à la loi de Newton. Il est connu expérimentalement que les polymères fondus ne sont pas newtoniens. Leur viscosité apparente est fonction décroissante du taux de cisaillement ; cette propriété est appelée la pseudo-plasticité.

A l'échelle expérimentale on trouve beaucoup de dispositifs qui peuvent servir comme instrumentation d'étude des paramètres rhéologique des thermoplastiques. Malgré la variété de ces derniers mais le chemin est toujours unique et les résultats ne diffère plus d'un instrument à un autre.

L'étude rhéologique est indispensable pour prédire les paramètres à régler des presses d'injection pour réussir la production d'un objet thermoplastique.

Références bibliographiques

Références Chapitre 1

[1]. James Freeman Steffe (1er janvier 1996). *Méthodes rhéologiques en génie des procédés alimentaires*. Freeman Press. ISBN 978-0-9632036-1-8

[2]. Beris, AN; Giacomini, AJ (2014). "πάντα ῥεῖ: Tout coule". *Rhéologie appliquée*. **24** 52918. doi : 10.3933 / ApplRheol-24-52918 . S2CID 195789095

[3]. W. R. Schowalter (1978) *Mécanique des fluides non newtoniens* Pergamon ISBN 0-08-021778-8

[4]. Chang Dae Han RHEOLOGY AND PROCESSING OF POLYMERIC MATERIALS
Volume1 Department of Polymer Engineering The University of Akron

[5] Pr. P. MILLET, Pr. P. WEISS (2009) *Société Francophone des Biomatériaux Dentaires (SFBD) - Université Médicale Virtuelle Francophone*

[6]. Ovarlez, Guillaume. (2011). Caractérisation rhéologique des fluides à seuil. *Rhéologie*. 20. 28-43

[7]. Larousse, *Petit Larousse Illustré*, 1994

[8]. Thevenin, D., Coutaz, J. Plasticity of User Interfaces: Framework and Research Agenda. *INTERACT'99* Edimbourg, 1999, pp. 110-117

[9]. J. Wang and R. S. Porter, "On the viscosity-temperature behavior of polymer melts," *Rheol. Acta*, vol. 34, no. 5, pp. 496–503, Sep. 1995.

[10]. Michael F. ASHBY, David R. H. JONES: *Matériaux*. T.2 Microstructures, mise en œuvre et conception - 3e édition 2008

[11] MARC F. (2016) : Les plastiques. Cours du Module M227 Matériaux non métalliques. IUT de Cachan, Université de Paris Sud 11.

Références Chapitre 2

[1]. GUEUGNAUT D., *PROPRIETES THERMOMECHANIQUES ET RHEOLOGIQUES DES POLYMERES DANS LES PROCESSUS DE MISE EN ŒUVRE*, CENTRE D'ETUDES ET DE RECHERCHES SUR LES SCIENCES ET TECHNIQUES APPLIQUEES DE GAZ DE FRANCE, EUDIL (Lille), COURS DE DEUXIEME ANNEE, 1996, 47

[2]. J. Launay, N. Allanic, P. Mousseau, R. Muller et R. Deterre, Scorch arisen prediction through elastomer flow in extrusion die, *Int. J. Mater. Form.* DOI 10.1007/s12289-012-1120-9.

[3]. J. Launay, N. Allanic, P. Mousseau, R. Deterre et Y. Madec, Etude numérique d'un canal instrumenté permettant l'analyse thermique et cinétique d'un écoulement d'élastomère, *Actes du congrès de la Société Française de Thermique 2012* (SFT Bordeaux, 29 mai-1^{er} juin 2012), 861-868.

[4]. "Raw materials." [Online]. Available: https://www.tut.fi/ms/muo/vert/9_test_methods/rubber_compounds_rheological_viscosity.htm. [Accessed: 02-Oct-2017].

[5]. Cyril PUJOS, thèse doctorat « Estimation de La rhéologie d'un polymère dans une filière d'extrusion Simulation d'écoulement avec transferts thermiques et Inversion de mesures » 2006 p 19

[6]. Malcolm M. Cross, « Rheology of non-Newtonian fluids : A new flow equation for pseudoplastic systems », *Journal of Colloid Science*, Elsevier, vol. 20, n° 5, juin 1965

[7] "The Flow of Complex Mixtures in Pipes, Second Edition." [Online]. Available: <http://store.spe.org/The-Flow-of-Complex-Mixtures-in-Pipes-Second-EditionP24.aspx>. [Accessed: 14-Sep-2017].

[8] "Unit Operations in Food Engineering," *CRC Press*, 29-Oct-2002. [Online]. Available: <https://www.crcpress.com/Unit-Operations-in-Food-Engineering/IbarzBarbosa-Canovas/p/book/9781566769297>. [Accessed: 14-Sep-2017]

[9]. F.CHABANE, projet de fin d'étude « Modélisation numérique de transfert thermique lors de moulage par injection de la matière plastique » UNIVERSITE Mohamed Khaider BISKRA 2004

Références Chapitre 3

[1] **FERRY (J.D.)**. – *Viscoelastic properties of polymers* (Propriétés viscoélastiques des polymères), 3e éd., J. Wiley, 1980, 641 p.

[2] **WARD (I.M.)**. – *Mechanical properties of solid polymers*. (Propriétés mécaniques des polymères à l'état solide) J. Wiley. 1971.

[3] **PABIOT (J.)**. – *Les fonctions caractéristiques rhéologiques des hauts polymères*. Plastiques Modernes et Élastomères, n° 1, jan-fév. 1970.

[4] **PABIOT (J.)**. – *Détermination du module complexe des plastiques par une méthode d'impédance*. Thèse de Docteur-Ingénieur, Université Pierre-et-Marie-Curie Paris VI, 1968.

[5] **TANCREZ (J.P.)**. – *Contribution à l'étude de la fragilité de composites polypropylène-fibres de verre courtes moulés par injection*. Thèse de Doctorat, Lille I / École des Mines de Douai, janv. 1994, 384 p.

[6] **FOREMAN (J.A.) et BLAINE (R.)**. – *Dynamic mechanical analysis of polymeric films and fibers* (Analyse mécanique dynamique de films et de fibres). *Plastics engineering*, vol. 53, n° 10, oct. 1997, p. 31-33, 8 fig., 6 réf. bibl. The Society of Plastics Engineers (USA).

[7] **THOMINETTE (F.), PABIOT (J.) et VERDU (J.)**. *Effect of radiolysis on the glass transition temperature of poly(methylmethacrylate)* (Effet d'une radiolyse sur la température de transition vitreuse du polyméthacrylate de méthyle). *Makomol. Chem. Macromol. Symp.* 27, 1989, p. 255-267, 10 fig., 18 réf. bibl.

[8] **CINQUIN (J.) et al.** – *Characterization of a thermoplastic (polyamide 66) reinforced with unidirectional glass fibres. Matrix additives and fibres surface treatment influence on the mechanical and viscoelastic properties* (Caractérisation d'un thermoplastique (poly- amide 66) renforcé de fibres de verre unidirectionnelles. Influence des additifs de la matrice et du traitement de surface des fibres sur les propriétés mécaniques et viscoélastiques). *Composites*, vol. 21, n° 2, 1990, p.141-147. Elsevier Science (UK).

[9] **DOBACZYNSKI (A.)**. – *Étude du mouvement d'un pendule cycloïdal sur les matières plastiques*, Thèse de Docteur d'Université, Université Pierre et Marie Curie, Paris VI, novembre 1974.

[10] *Résultats d'essais coopératifs sur la dureté des matières plastiques*. *Plastiques Modernes et Élastomères*, n° 3, avr. 1971.

[11] **PANDEY (S.), BAJPAI (R.) et DATT (S.C.)**. – *A microhardness test to study plasticization in environmentally-affected polypropylene* (Un essai de microdureté pour étudier la plastification du polypropylène affecté par l'environnement). *Polymer Testing*, vol. 10, 1991, p. 111-116, 4 fig., 17 réf. bibl., Elsevier Science (UK).

[12] **HOUGH (M.C.) et WRIGHT (D.C.)**. – *Two new test methods for assessing environmental stress cracking of amorphous thermoplastics* (Deux nouvelles méthodes de caractérisation de la fissuration sous tension des thermoplastiques amorphes). *Polymer Testing*, vol. 15, 1996, p. 407-421, 17 fig., 7 réf. bibl., Elsevier Science (UK).

[13] **GONZALES (A.), PASTOR (J.M.) et DE SAJA (J.A.)**. – *Monitoring the UV degradation of PVC window frames by microhardness analysis* (Suivi de la dégradation ou UV de cadres de fenêtre en PVC par une analyse de la microdureté). *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 38, 1989, p. 1879-1882, J. Wiley (UK).

[14] **HARPER (F.C.)**. – *Wear*, n° 4, 1961, p. 461 (CH).

[15] PDL Handbook. – « Fatigue and tribological properties of plastics and elastomers », (Propriétés de fatigue et propriétés tribologiques des plastiques et des élastomères). *Plastics Design Library* (USA) 1995, 549 p.

[16] **FRIEDRICH (K.) et al.** – *Overview on polymer composites for friction and wear application* (Bilan sur les composites à matrice polymère pour applications frottement et abrasion). *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*, 19, 1993, p. 1-11, 15 fig., 47 réf. bibl., Elsevier Science (UK).

[17] **REINICKE (R.) et al.** – *On the tribological behaviour of selected, injection moulded thermo- plastic composites* (Sur le comportement tribologique de composites thermoplastiques moulés par injection). *Composites Part A*, 29A, 1998, p. 763-771, 14 fig., 13 réf. bibl., Elsevier Science (UK).

[18] **FRIEDRICH (K.)**. – *Wear performance of high temperature polymers and their composites* (Performance à l'abrasion des polymères thermostables et de leurs composites). *Applications of High Temperature Polymers* (Ch. 12), Ed. R.R. Luise, CRC Press (USA), 1997, pp. 221-246.

[19] **HÄGER (A.M.) et al.** – *Jet erosion testing of composite materials by a modified instrumented sand blasting cabin* (Caractérisation de matériaux composites à l'érosion

par jet au moyen d'un dispositif instrumenté modifié à projection de sable). ECCM-CTS2, Ed.P.J. Hogg et al., Woodhead Publ. Ltd (UK), 1994, 419-427.

[20] **YAMAGUCHI (Y.)**. – Frottement. Traité Matériaux non métalliques, A 3 138, 2. 1994.

[21] **FRANCOIS (D.)**. – Essais mécaniques des métaux. Essais de dureté. Traité Matériaux métalliques, M 123, 7. 1984.

[22] **SCHMITZ (J.V.)** et **BROWN (W.E.)**. – Properties of polymers (Propriétés des polymères), Elsevier, 1990.

Références Chapitre 4

1. **Compendium of Macromolecular Nomenclature** The Purple Book, First Edition Prepared for publication by [W.V. Metanowski](#) Blackwell Science, 1991 [ISBN 0-63202-8475]
2. Huggins equation, IUPAC Gold Book [archive]
3. Arza Seidel, Characterization analysis of polymers., Hoboken, N.J., Wiley-Interscience, 2008, 977 p. (ISBN 978-0-470-23300-9, lire en ligne [archive]), p. 687
4. « Dilute solution viscometry (traduction française) » [archive], sur Macrogalleria (University of Southern Mississippi, USA), 1997 (consulté le 2 janvier 2021)
5. Chinedum Osuji, « ENAS 606 : Polymer Physics; 1.3. Intrinsic Viscosity Determination » [archive], sur Yale University (USA), 2 mai 2009 (consulté le 2 janvier 2021)
6. (en) Tadashi Inoue, Naoto oba et Osamu Urakawa, « Reliability of Intrinsic Viscosity Estimated by Single Point Procedure at High Concentrations », Nihon Reoroji Gakkaishi / Journal of the Society of Rheology, Japan, vol. 42, no 4, 2014, p. 261-264