

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
République Algérienne Démocratique et Populaire
وزارة التعليم العالي و البحث العلمي
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
جامعة أمحمد بوقرة بومرداس
Université M'hamed Bougara de Boumerdès



Faculté des Sciences - Département de Chimie

Domaine : Science de la matière

Filière : Chimie

Spécialité : Chimie des Matériaux

Mémoire de projet de fin d'études en vue de l'obtention du Diplôme de Master

Présenté et soutenu par

CHERGUI Khawla

CHENAH Hanan

07 Septembre 2021

Thème

**Injection de polypropylène renforcé de fibre de verre:
Elaboration et caractérisation**

Devant les membres de jury:

M ^{me} KHIER Nawal	Maitre de conférences A -FS-UMBB	Présidente
M ^{me} BELMOKHTAR Nadia	Maitre de conférences B -FS-UMBB	Examinatrice
M ^{me} GUEMMOUR Hind	Maitre de conférences B -FS-UMBB	Promotrice

Dédicace

Du profond du mon cœur Je dédie ce travail a tous ceux qui me sont chers :

A ma mère

«Tu m'as donné la vie, la tendresse et le courage pour réussir.

Tous ce que je peux t'offrir ne pourra exprimer l'amour et la reconnaissance que je te porte.

En témoignage, je t'offre ce modeste travail pour te remercie pour tes sacrifices et pour l'affection dont tu m'as toujours entourée».

Aucun dédicace ne saurait exprimer mes sentiments, que dieux te préserve et te procure santé et longue vie.»

A mon père

A mes chers frères

Messoud, Belgassem,

*À tous mes fidèles amis **MERIEM, IMANE** pour leur aide et leur encouragement.*

À tous ceux qui ont contribué à ma formation

Que ce travail soit l'expression de ma vive gratitude et de mon profond attachement.

CHENAH Hanan

Dédicace

*A mes chers pères **NOUR EDDINE** et **LOUGHEZEL** et
A mes chères mères **CHAFIA** et **NORA** pour tous leurs
sacrifices, leur amour, leur tendresse, leur soutien et leurs
prières tout au long de mes études,*

*A mes chères sœurs **SOUAD**, **AROMA** et **MANEL** pour leurs
encouragements permanents, et leur soutien moral,*

*A mes chers frères **ADLAN**, **HANI** et **MOUHSSIN** pour leur
appui et leur encouragement,*

*A toute ma famille **CHERGUI** pour leur soutien tout au long
de mon parcours universitaire,*

*Que ce travail soit l'accomplissement de vos vœux tant
allégués, et le fruit de votre soutien infailible,*

***Merci** d'être toujours là pour moi.*

Khawfa

Remerciement

*Tout d'abord, nous devons remercier « **ALLAH** » le tout puissant de nous avoir donné tout le courage et la santé pour achever ce travail.*

*A **M^{me} GUEMMOUR Hind**, Pour nous avoir suivi durant notre travail dans le cadre de ce mémoire, pour ces conseils précieux, pour sa disponibilité et la compétence de son encadrement, qu'elle trouve ici notre reconnaissance et notre respect.*

*J'exprime mes profonds remerciements aux membres de jury **M^{me} KHIER Nawal** et **M^{me} BELMOKHTAR Nadia** qui ont bien voulu accepter d'examiner ce travail.*

*Je tiens à remercier l'ensemble du personnel de **SPA CONDOR ELECTRONICS : RIDHA SAMIR** et **AMAL** pour leur patience, leurs conseils pleins de sens et pour le suivi et l'intérêt qu'ils ont portaient à mes travaux.*

Dans l'impossibilité de citer tous les noms, nos sincères remerciements vont à tous ceux et celles, qui de près ou de loin, ont permis par leurs conseils et leurs compétences la réalisation de ce mémoire.

Enfin nous remercions nos familles et nos amis pour leur soutien moral et leurs aides, ainsi que tous ce qui nous avaient soutenu et aidé tout au long de ce travail.

SOMMAIRE

Chapitre I : Généralités sur les matières plastiques

Introduction générale.....	1
I.1. Les matières plastiques.....	3
I.2. Les familles des matières plastiques	3
I.2.1. Les thermoplastiques.....	4
I.2.1.1. Polymères amorphes.....	4
I.2.1.2. Polymères cristallins.....	4
I.2.1.3. Polymères semi-cristalline	4
I.2.1.4. Avantages et inconvénients des thermoplastiques.....	5
I.2.2. Les thermodurcissables.....	5
I.2.2.1. Avantages et inconvénients des thermodurcissables.....	6
I.2.3. Les élastomères.....	6
I.3. Les différents états de plastiques.....	6
I.4. Les caractéristiques des polymères synthétiques.....	8
I.5. Le polypropylène.....	9
I.5.1. Structure du polypropylène.....	9
I.5.1.1. Le polypropylène isotactique	10
I.5.1.2. Le polypropylène syndiotactique.....	11
I.5.1.3. Le polypropylène atactique.....	12
I.6. Propriétés de polypropylène.....	12
I.6.1. Propriétés chimiques.....	12
I.6.2. Propriétés physiques.....	12
I.6.3. Propriétés thermiques.....	12
I.6.4. Propriétés mécaniques.....	12
I.6.5. Propriétés électriques.....	13
I.7. Avantages et inconvénients du polypropylène.....	13
I.8. Applications.....	13
I.9. Les additifs plastiques.....	13

I.9.1. Les plastifiants.....	14
I.9.2. Les stabilisants.....	14
I.9.3. Les charge.....	14
I.9.4. Les lubrifiants.....	15
I.9.5. Les ignifugeants.....	15
I.9.6. Les couleurs et les pigments.....	15
I.10. Les matériaux composites.....	15
I.10.1. Constituant de matériaux composite.....	15
I.10.2. La matrice.....	16
I.10.3. Les renforts.....	16
I.11. Fibres de verre.....	18
I.11.1. Fabrication de fibre de verre.....	19
I.11.2. Avantages et inconvénients de fibres de verre.....	19
Références bibliographiques.....	20

Chapitre II : Procédé de production par injection thermoplastique

II.1. Mise en forme des matières plastiques.....	22
II.2. Définition du procédé.....	22
II.3. Principe du procédé.....	22
II.4. Déroulement du cycle d'injection.....	23
II.4.1. Phases de moulage par injection.....	23
II.4.1.1. La phase de plastification.....	24
II.4.1.2. La phase de remplissage.....	24
II.4.1.3. La phase de compactage.....	25
II.4.1.4. La phase de refroidissement et d'éjection.....	25
II.5. Description d'une presse à injecter.....	25
II.5.1. Etude de la presse à injection.....	26
II.5.2. La structure de presse d'injection.....	26
II.5.3. Principe de fonctionnement.....	27
II.5.4. Caractéristiques des presses.....	27

II.6. Le cycle de moulage par injection.....	28
Conclusion.....	30
Références bibliographique.....	31

Chapitre III : Protocole expérimentaux et technique d'analyse

Introduction.....	32
III.1. Matériaux utilisés.....	32
III.1.1. Polypropylène.....	32
III.1.2. Fibre de verre.....	33
III.1.3. Les matériaux composites.....	34
III.2. Méthodes.....	35
III.2.1. Formulation.....	35
III.2.2. Injection.....	36
III.3. Méthodes de caractérisation.....	38
III.3.1. Spectroscopie infrarouge en mode ATR.....	38
III.3.2. Caractérisation rhéologique.....	39
III.3.2.1. Indice de fluidité.....	39
III.3.2.2. Test de densité.....	41
III.3.3. Caractérisation mécanique.....	42
III.3.3.1. Essai de traction.....	42
III.3.4. Caractérisation colorimétrique.....	47
Conclusion.....	49
Références Bibliographiques.....	50

Chapitre IV : Résultats et discussions

Introduction.....	51
Résultats de tests de caractérisations.....	51
IV.1. Spectroscopie infra rouge IR.....	51
IV.2. Caractérisation rhéologique- Indice de fluidité.....	55
IV.3. Mesure de la densité.....	57
IV.4. Caractérisation mécanique.....	58

IV.4.1. Essai de traction.....	58
IV.5. Test colorimétrique.....	61
Références Bibliographiques.....	65
Conclusion générale.....	66

Liste des figures

Chapitre I : Généralités sur les matières plastique

Figure.I.1. Matière plastique.....	3
Figure.I.2. La structure des matériaux amorphes.....	4
Figure.I.3. Représentation schématique d'un polymère semi-cristallisé.....	5
Figure.I.4. Morphologie des thermodurcissables.....	5
Figure.I.5. Le phénomène de rebond.....	6
Figure.I.6. Dépendance des propriétés de polymère de la température.....	7
Figure.I.7. Structure chimique du polypropylène.....	9
Figure.I.8. Polymérisation de polypropylène.....	9
Figure.1.9. Polymérisation du polypropylène (Ziegler-Natta)	10
Figure.I.10. Structure chimique générale d'un métallocène.....	10
Figure.I.11. Configuration du polypropylène isotactique, syndiotactique et atactique.....	11
Figure.I.12. Un exemple de la polymérisation stéréosélective du polypropylène	11
Figure.I.13. Schéma du mécanisme de plastification.....	14
Figure.I.14. Les éléments constitutifs d'un matériau composite.....	15
Figure.I.15. Différentes familles de matrice.....	16
Figure.I.16. Différents types de fibres de verre (documentation Ahlstrom).....	17
Figure.I.17. Différents familles de renfort.....	17
Figure.I.18. Fibre de verre.....	18
Figure.I.19. Les différents types de fibre de verre	18
Figure.I.20. Les différentes structures géométriques des composites.....	19

Chapitre II : Procédé de production par injection thermoplastique

Figure.II.1. Presse d'injection.....	23
Figure.II.2. Déroulement du cycle d'injection.....	23
Figure.II.3. Phase de plastification, de remplissage et de compactage.....	24
Figure.II.4. Phase de refroidissement et d'éjection de la pièce.....	25
Figure.II.5. Cylindre de plastification et moule.....	26
Figure.II.6. Déroulement d'un cycle d'injection.....	29
Figure.II.7. Les pièces formées par l'injection.....	29

Chapitre III : Protocoles expérimentaux et techniques d'analyses

Figure.III.1. Unité de répétition du polypropylène (PP).....	32
Figure.III.2. Fibre de verre.....	33
Figure.III.3. Les matières étudiées.....	34
Figure.III.4. Vue d'ensemble de la presse d'injection de marque HAIPIAN ((a) Vérine de fermeture, (b) Vice et fourreau, (c) Trémie).....	36
Figure.III.5. Les pièces injectées (cuve avant) a) PP (70%)/FV(30%), b) PP(85%)/FV (15%).....	36
Figure.III.6. Les différentes étapes de moulage par injection.....	37
Figure.III.7. Appareil de Spectroscopie infrarouge en mode de Réflectance Totale Atténuée. (ATR/FTIR).....	38
Figure.III.8. Présentation schématique de l'appareil de mesure de l'indice de fluidité.....	39
Figure.III.9. L'appareil de mesure de l'indice de fluidité du type BMF-001.....	40
Figure.III.10. Densimètre.....	43
Figure.III.11. Machine de l'essai de traction du type WANCE.....	43

Figure.III.12. Diagramme contrainte-déformation en traction d'une éprouvette en plastique.....	45
Figure.III.13. Les différents comportements mécaniques d'un polymère lors du l'essai de la traction.....	45
Figure.III.14. L'éprouvette obtenue par découpage.....	46
Figure.III.15. Les différentes éprouvettes PP+FV.....	47
Figure.III.16. Spectro colorimètre type spectro guide de BYK.....	47
Figure.III.17. Appareil spectro-guide.....	49

Chapitre IV : Résultats et discussions

Figure.IV.1. Spectre FTIR en mode ATR du PP vierge.....	51
Figure.IV.2. Spectre FTIR en mode ATR du PP (85%)/FV (15%).....	53
Figure.IV.3. Spectre FTIR en mode ATR du PP (70%)/ FV (30%).....	53
Figure.IV.4. Spectres FTIR superposés des différents matériaux étudiés.....	55
Figure.IV.5. Variation de l'indice de fluidité en fonction du taux de fibre de verre.....	56
Figure.IV.6. Variation de la densité en fonction du taux de fibre de verre.....	57
Figure.IV.7. Courbe de traction du PP vierge.....	58
Figure.IV.8. Courbe de traction du mélange PP (85%)+ FV(15%).....	58
Figure.IV.9. Courbe de traction du mélange PP(70%)+FV(30%.....	59
Figure.IV.10. La variation de contrainte de traction en fonction de L'allongement.....	60
Figure.IV.11. Module d'élasticité en fonction du taux de fibre de verre.....	61
Figure.IV.12. Variations de couleur des différents matériaux composites de a/ PP vierge, b/ PP85%/FV15% et c/ PP70%/FV 30%.....	62
Figure.IV.13. Représentation en 3D de l'espace calorimétrique L^* , a^* et b^*	63

Liste des tableaux

Chapitre I : Généralités sur les matériaux plastiques

Tableau.I.1. Avantages et inconvénients des thermoplastiques.....	5
Tableau.I.2. Les avantages et les inconvénients des thermodurcissables.....	6
Tableau.I.3. Regroupe les principales caractéristiques des plastiques synthétiques les plus utilisés et de leurs utilisations.....	8
Tableau.I.4. Influence de la tacticité, la rigidité et la résistance du polypropylène.....	12
Tableau I.5. Avantages et inconvénients du polypropylène.....	13
Tableau.I.6. Les avantages et les inconvénients de fibre de verre.....	19

Chapitre II : Procédé de production par injection

Chapitre III : Protocoles expérimentaux et techniques d'analyses

Tableau.III.1. Propriétés physico-chimiques de IPP.....	33
Tableau.III.2. Composition chimique de fibre de verre.....	33
Tableau.III.3. Propriétés physico-chimiques de fibre de verre.....	34
Tableau.III.4. Formulation utilisés.....	35

Chapitre IV : Résultats et discussions

Tableau.IV.1. Principales bandes d'absorption infra rouge du polypropylène.....	52
Tableau.IV.2. Principales bandes d'absorption infrarouge du composite PP (85%)/ FV(15)...	54
Tableau.IV.3. Principales bandes d'absorption infrarouge du composite PP (85%)/ FV (15%).....	54
Tableau.IV.4. Variations de l'indice de fluidité de différents matériaux.....	55
Tableau.IV.5. Variations de la densité de différents matériaux.....	57

Tableau.IV.6. Les résultats de l'essai de traction.....	60
Tableau.IV.7. Les résultats du test de colorimétrie.....	62
Tableau.IV.8. Les variations de delta E (NBS) et signification du changement de couleur...	64

Abréviations

PP : Polypropylène

iPP : Polypropylène isostatique

sPP: Polypropylène syndiotactique

aPP: Polypropylène atactique

UV : Ultra violé

FV :Fibre de verre

ATR : Réflectance Totale Atténuée

FTIR : Infrarouge à Transformée de Fourier

MVR : L'indice de fluidité en volume

MFR : L'indice de fluidité en masse

MFI : Melt flow index

IFC : Indice de fluidité à chaud

IF : Indice de fluidité

Introduction Générale

Introduction générale

Les matériaux plastiques ont acquis une position majeure dans notre environnement quotidien, grâce à leur aptitude à la mise en œuvre, à leur faible densité, à de bonnes propriétés mécaniques, ainsi qu'à certaines propriétés spécifiques : isolantes, optiques ... Ils ont remplacé les matériaux traditionnels (bois, du verre et des métaux) dans des domaines très divers tels que : l'emballage, la construction, l'automobile, l'électronique, les applications médicales, etc.

Bien que les matériaux composites soient présentés comme une innovation technologique, il est possible d'en trouver partout dans la nature depuis des centaines de millions d'années que ce soit dans le monde animal ou végétal. Ces matériaux du vivant présentent des propriétés mécaniques remarquables, souvent inégalées en laboratoire en raison de leurs conditions très particulières d'élaboration.

L'injection thermoplastique est aujourd'hui l'un des procédés les plus utilisés pour la mise en forme des polymères. Il est généralement utilisé pour la production de très grandes séries pour l'automobile, l'électroménager, articles de sport, santé...etc., ou pour des séries plus réduites en aéronautique. Il permet de produire à grande cadence avec un faible coût, et avec une grande régularité, et de façon automatique des pièces massives et des formes complexes.

Son principe consiste à remplir le polymère thermoplastique fondu dans une cavité, appelée empreinte, à l'intérieur d'un moule. Lorsque celui-ci se refroidit, la pièce se solidifie tout en se contractant : le volume occupé par la pièce solidifiée est inférieur à celui de l'empreinte, on appelle ce phénomène le retrait. Lorsque la solidification est terminée, il y a ouverture du moule et éjection de la pièce.

Le polypropylène, sujet de notre étude, possède différents avantages qui le rendent attrayant par rapport aux autres polymères. En effet, il a une forte résistance aux chocs, une haute rigidité, ainsi qu'un faible coefficient de dilatation thermique. Avec une augmentation de sa croissance de production mondiale de 6 à 10 % par année. Le polypropylène est l'un des polymères le plus utilisés sur le marché. Mais tout au long de sa vie utile, le polypropylène

subit des sollicitations thermiques, chimiques, physiques et mécaniques qui altèrent ses propriétés.

L'objectif de ce mémoire est porté sur l'élaboration et la caractérisation de systèmes composites à matrice du polypropylène renforcés avec deux différents teneurs 15% ou 30 % de fibres de verre.

Notre travail de recherche est divisé en quatre chapitres :

- Le premier chapitre expose quelques généralités sur les matériaux plastiques et les matériaux composites.
- Dans le deuxième chapitre, on présente la structure de la presse d'injection et ses différents paramètres de mise en œuvre du moulage par l'injection.
- Le troisième chapitre est consacré à la présentation des matériaux et matériels utilisés, et les tests de caractérisations utilisées.
- Le quatrième chapitre regroupe l'ensemble des résultats obtenus par les différents tests et leurs interprétations.

Chapitre I

Généralité sur les matières plastiques

I.1. Les matières plastiques

Le terme "plastique" provient du mot grec "plastikos", ce qui signifie prêt à être moulé ou modelé. Il fait référence à la malléabilité du matériau et sa plasticité durant sa fabrication. La matière plastique est composée principalement de polymères, qui a la propriété de se mettre en forme facilement par moulage, extrusion, coulage après un chauffage modéré (100- 300°C) pour prendre les formes les plus diverses: des films, des fibres, des disques, des tubes, des bouteilles, des boîtes et tant d'autres encore [1].



Figure I.1. Exemples de matières plastiques

Les matières plastiques couvrent une gamme très étendue de matériaux polymères synthétiques ou artificiels. Ils existent également des plastiques d'origine naturelle tels que: la cellulose, le charbon, le gaz naturel, le pétrole brut etc, et des plastiques d'origine animale généralement extraite du lait sont utilisés dans la fabrication des produits médicaux [2].

Généralement, les polymères industriels ne sont pas utilisés à l'état « pur », mais mélangés à des substances miscibles ou non dans la matrice polymère.

La première matière plastique, appelée Bakélite, fut créée par L. Beakeland vers 1909 à partir de macromolécules artificielles. Depuis, le terme plastique sert dans le langage courant à désigner cette nouvelle classe de matériaux organiques qui se caractérisent par leurs excellents rapports propriété/poids et propriétés/prix. Avec le développement des connaissances en synthèse organique et de son industrie, en particulier de la pétrochimie [3].

I.2. Les familles des matières plastiques

Il existe trois grandes familles de plastique: Les thermoplastiques, les thermodurcissables et les élastomères. Elles ont toutes trois des propriétés différentes.

I.2.1. Les thermoplastiques

Les thermoplastiques sont des solides généralement souples, formés de chaînes distinctes bien compactées et plus ou moins linéaires.

Ils présentent la particularité de s'écouler à la chaleur, ce qui facilite leur mise en forme.

Ils sont répartis en trois grandes familles: les amorphes, les cristallins et les semi-cristallins. Cette morphologie a une influence importante sur les propriétés des polymères thermoplastiques [4].

I.2.1.1. Polymères amorphes

Dans un polymère amorphe, les chaînes se présentent sous la forme de pelotes statistiques (figure I.2). Les chaînes sont enchevêtrées et on note l'absence de structure ordonnée. Quand on chauffe un polymère amorphe, il subit une transition douce de l'état solide à l'état fluide, il n'y a donc pas de température de fusion. En effet, la structure des chaînes de macromolécule en pelote compacte et désordonnée empêche une transition brutale entre les états solides et liquides. Cependant, une brusque variation de mobilité moléculaire est observée à une température appelée température de transition vitreuse notée T_g [5].

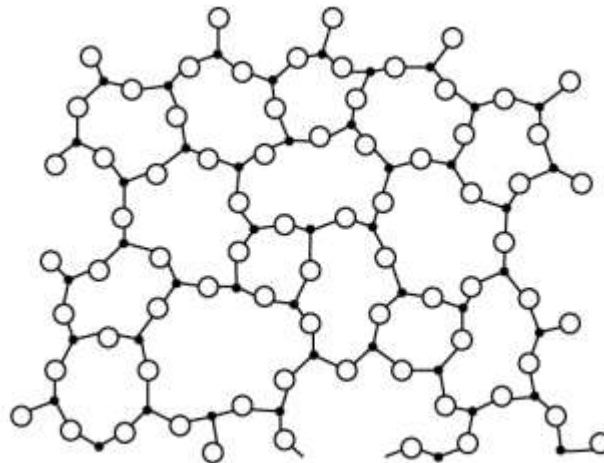


Figure I.2. La structure des matériaux amorphes

I.2.1.2. Polymères cristallins

Un polymère purement cristallin, quand à lui, présente des chaînes qui s'arrangent de façon ordonnée. Contrairement aux amorphes, les cristallins possèdent une température de fusion notée T_m . Cependant, un polymère totalement cristallin n'existe pas en réalité. Il reste toujours des défauts ou bien l'extrémité des chaînes qui ne peuvent adopter une structure cristalline [5].

I.2.1.3. Polymères semi-cristalline

La structure semi-cristalline présente à la fois une partie amorphe où les chaînes moléculaires sont désordonnées et une partie cristalline ordonnée (figure I.3). les polymère semi-cristallins présentent donc à la fois une température de transition vitreuse (correspondant à la mobilité de la phase amorphe) et une température de fusion (pour laquelle la phase cristalline se liquéfie). On a donc toujours $T_g < T_f$.

Les polymères semi-cristallins peuvent être caractérisés par leur taux de cristallinité ce qui représente la fraction massique ou molaire d'unités structurales cristallisées par rapport à la totalité des unités présentes [6].

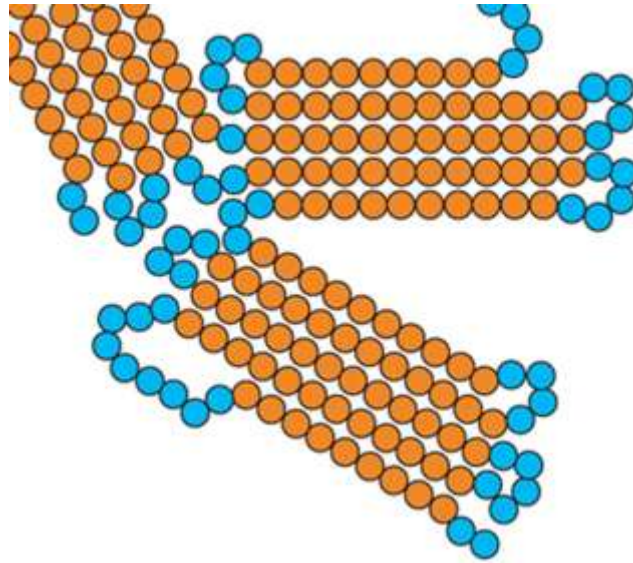


Figure I.3. Représentation schématique d'un polymère semi-cristallin [6]

I.2.1.4. Avantages et inconvénients des thermoplastiques

Les principaux avantages et inconvénients des polymères thermoplastiques sont présentés dans le tableau I.1.

Tableau I.1. Principaux avantages et inconvénients des polymères thermoplastiques [6].

Les avantages	Les inconvénients
<ul style="list-style-type: none"> - Adhérence - Résistance aux corrosions - Résistance aux chocs - Résistance aux déformations 	<ul style="list-style-type: none"> - Forte viscosité du fondu - Fluage

I.2.2. Les thermodurcissables

Les thermodurcissables ont une structure en réseau tridimensionnel (figure I.4), ce qui rend leur fusion impossible. La rigidité ainsi que la stabilité thermique du polymère est liée au taux de réticulation, c'est-à-dire à la densité de points de liaison entre les chaînes macromoléculaires [7].

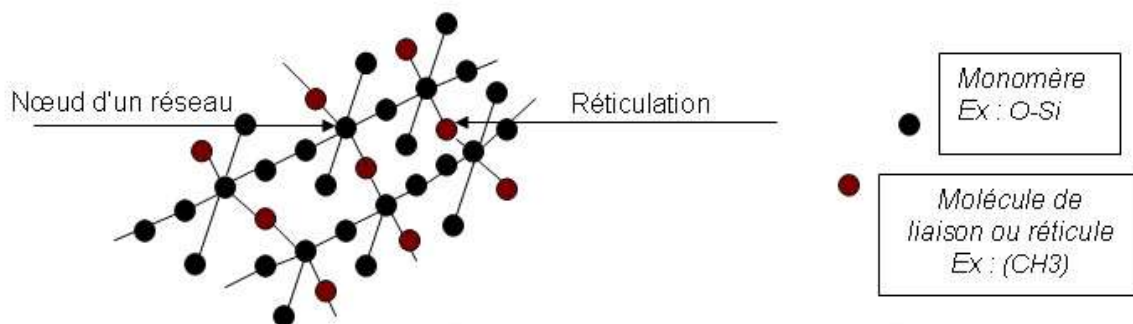


Figure I.4. Structures des thermodurcissables

I.2.2.1. Avantages et inconvénients des thermodurcissables

Le tableau I.2 montre les avantages et les inconvénients des thermodurcissables.

Tableau I.2. Avantages et inconvénients des thermodurcissables [7].

Avantages	Inconvénients
<ul style="list-style-type: none"> - Faibles viscosités de la résine - Bon mouillage des fibres - Bon stabilité thermique après polymérisation - Résistance aux agressions chimiques 	<ul style="list-style-type: none"> - Cassant - Non recyclable par techniques standard

I.2.3. Les élastomères

Les élastomères sont des solides souples et gonflables formés de chaînes peu compressées et à température ambiante très mobiles (matériau caoutchouteux).

Ils ont une bonne élasticité, grâce à la vulcanisation qui consiste à cuire avec différents agents chimiques les molécules pour les rendre flexibles [8].

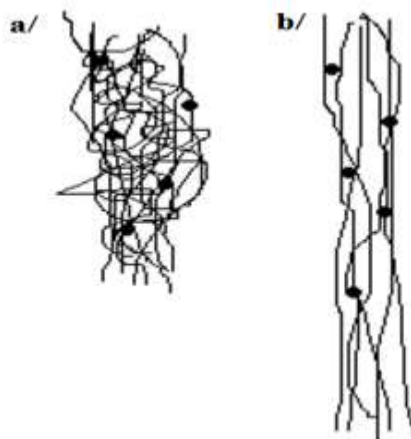


Figure I.5. Elastomères **a/** au repos sans contrainte "replié" **b/** sous contrainte en traction "étiré".

Les élastomères les plus utilisés sont:

- le caoutchouc naturel issu du latex;
- le poly isoprène synthétique;
- le polybutadiène;
- le styrène-butadiène.

I.3. Les différents états de plastiques

En fonction de la température, un polymère peut se présenter dans trois états différents qui correspondent à un accroissement des volumes libres intermoléculaires avec la température et une diminution des forces de liaisons.

On peut repérer ces états en suivant le graphe de la masse volumique ou du module d'élasticité E en fonction de la température (figure I.6). La température ambiante pouvant se trouver dans l'une des trois zones selon le polymère considéré [9].

➤ **L'état vitreux**

Les verres organiques n'admettent que de très faibles déformations.

➤ **L'état de transition**

On rencontre les polymères linéaires thermoplastiques et les polymères réticulés dont la décomposition chimique se produit avant la fusion.

➤ **L'état caoutchouteux**

Les élastomères sont formés de très longues molécules reliées entre elles par des points de jonction relativement rares.

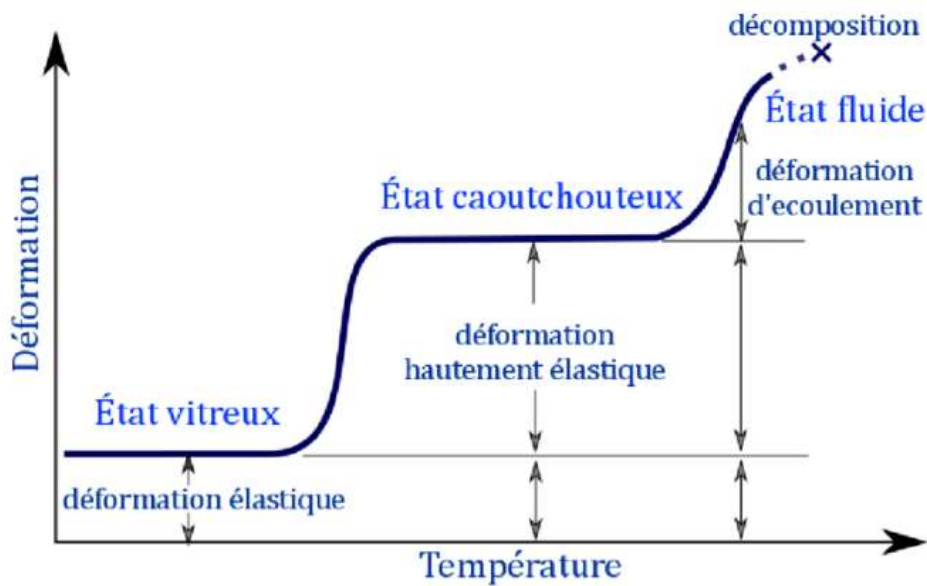









Figure I.6. Dépendance des propriétés de polymère de la température [10].

I.4. Les caractéristiques des polymères synthétiques

Le tableau I.3 regroupe les principales caractéristiques des plastiques synthétiques et de leurs utilisations.

Tableau I.3. Les principales caractéristiques des polymères plastiques synthétiques [11]

 <p>PET</p>	<p>Polyéthylène téréphtalate (PETE) : Souvent utilisé pour les bouteilles de boisson gazeuse, d'huile de cuisine, etc. En film, il est surtout utilisé pour ses propriétés de scellage à n'importe quel autre matériau d'emballage, et comme film moulant. C'est actuellement le plastique le plus recyclé. Pour les micro-ondes et les fours, l'industrie utilise le PET qui résiste à des températures plus élevées.</p>
 <p>PE-HD</p>	<p>Polyéthylène haute densité : Souvent utilisé pour les bouteilles de détergent, jus de fruits, contenants pour congélation, chaudières, barils et bouchons. Il représente 50 % du marché des bouteilles en plastique. En film, il est souvent utilisé pour des doublures pour baril et boîtes en industrie alimentaire. Coût bas et bonne barrière à l'oxygène.</p>
 <p>PVC</p>	<p>Polychlorure de vinyle (PVC) : C'est le 2e plastique le plus utilisé dans le monde (20 % de l'ensemble des plastiques) après les polyéthylènes (32 %). Utilisé pour des bouteilles et pots de miel, confiture et mayonnaise avec une excellente transparence. En film, il est utilisé aussi pour les manchons thermo rétractables et sceaux de sécurité. N. B. : Peut susciter la controverse à cause de sa teneur en chlore.</p>
 <p>LDPE</p>	<p>Polyéthylène basse densité : Généralement utilisé pour certains sacs ou emballages plastiques (bouteilles comprimables, bouchons ou capsules). En film, il est utilisé pour stabiliser les caisses ou palettes (étirable, ou thermorétractable). Coût bas et barrière moyenne à l'oxygène.</p>
 <p>PP</p>	<p>Polypropylène (PP) : Utilisé pour certaines tasses pour enfants, gourdes souples réutilisables pour sportifs, récipients alimentaires réutilisables, pots de yogourt, de lait et de margarine. Il est surtout le plus utilisé pour le remplissage à chaud et les couvercles. Coût bas et barrière à l'humidité.</p>
 <p>PS</p>	<p>Polystyrène (PS) : Utilisé principalement pour les gobelets et contenants thermoformés ou par injection. En alimentaire, surtout présent dans les barquettes et contenants en styromousse pour les produits frais et emballage de protection. Le PS expansé est surtout utilisé comme support pour rouleau d'étiquettes. Ne jamais chauffer les aliments dans des récipients en polystyrène (peut représenter des risques pour la santé).</p>
 <p>7</p>	<p>Autres plastiques, comme le Polycarbonate : Utilisé pour les biberons Et certaines tasses pour bébé en polycarbonate translucide et rigide, tout comme les bonbonnes d'eau de 20 litres et certaines de 3,5 litres.</p>

I.5. Le polypropylène

Le polypropylène a été produit pour la première fois sous forme d'une huile visqueuse.

En raison de sa dégradation, cette huile n'exhibait pas à température ambiante de propriétés intéressantes pour des applications industrielles. Les intérêts industriels ont commencé par la production d'un polypropylène isotactique cristallin avec une masse moléculaire élevée [12]. Un accroissement important a été encouragé lors de la production du polypropylène par les progrès significatifs dans le développement des catalyseurs et des procédés et par la combinaison attractive des propriétés qui caractérisent ce polymère [13].

I.5.1. Structure du polypropylène

Le polypropylène ou le polypropène (noté PP) de formulation chimique générale $(-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{CH}_3)-)_n$ est un matériau polymère thermoplastique qui appartient à la famille des polyoléfines (figure I.7).

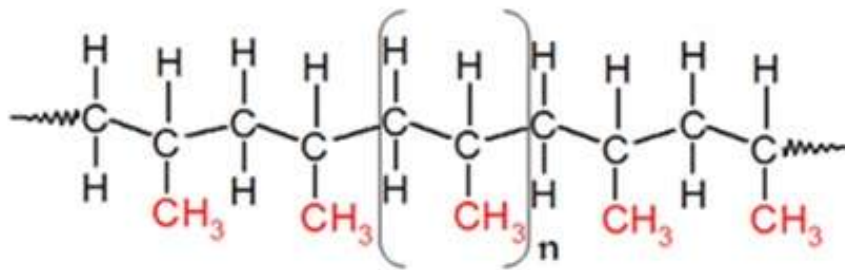


Figure I.7. Formulation chimique générale du polypropylène

Un **homopolymère** est obtenu par polymérisation d'un seul monomère, en l'occurrence le propylène (figure I.8) [14].

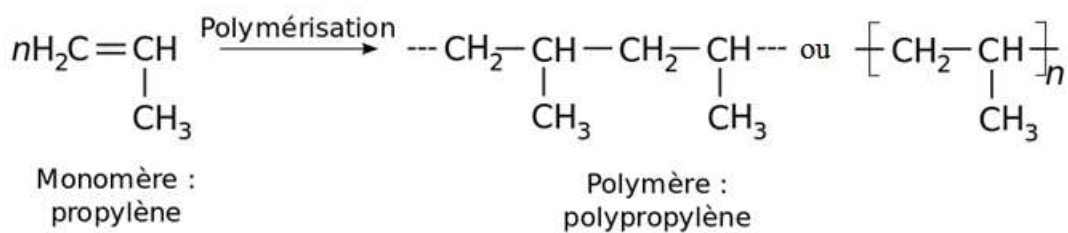


Figure I.8. Polymérisation du polypropylène [14].

Un **copolymère** est un assemblage aléatoire ou ordonné d'au moins de deux monomères, dans le cas du polypropylène, il est obtenu par la copolymérisation du propylène gazeux en présence d'un système catalytique stéréospécifique, généralement le catalyseur de Ziegler-Natta ou un métallocène (Figure I.9) [15].

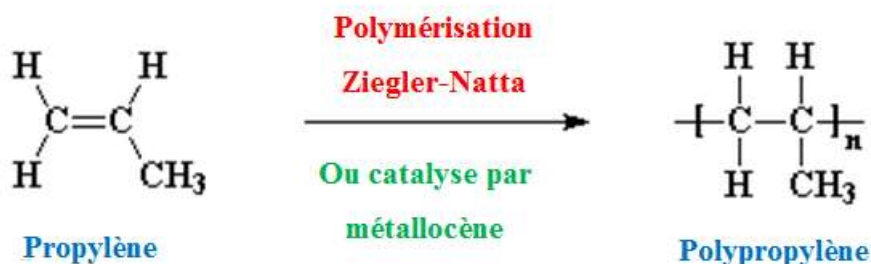
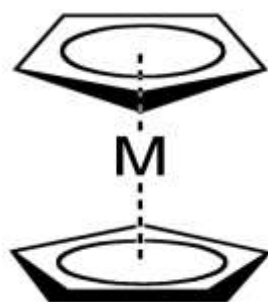


Figure I.9. Polymérisation du polypropylène de catalyse Ziegler-Natta [15].

Ce type de réaction de polymérisation est réalisé en présence des catalyseurs Ziegler-Natta ou par les métalocènes. Les catalyseurs Ziegler-Natta est basé sur l'utilisation des catalyseurs des métaux de transition des groupes IV_B à VIII_B du tableau périodique comme le titane, le vanadium, le chrome etc. Ils s'obtiennent par réactions de ces métaux de transition avec des hydrures ou des dérivés organiques des métaux des groupes I_A à III_A comme l'aluminium tel que TiCl₄/AlEt₃, TiCl₃/AlEt₂Cl, TiCl₃/Al(ibu)₂Cl etc. Les métalocènes sont des complexes organométalliques dans lesquels un métal de transition est lié à deux ligands cyclopentadiényles disposés parallèlement (figure I.10). Ces catalyseurs revêtent une importance car ils permettent la polymérisation stéréospécifique [16].



où M est un élément de transition exemple: Fe (fer), Ru (ruthénium), Os (osmium)

Figure I.10. Structure chimique générale d'un métalocène

Le polypropylène possède différents arrangements en fonction de la position des groupements méthyle (CH₃). Suivant l'arrangement stéréochimique du monomère ajouté à la chaîne en développement, le polypropylène peut polymériser en différentes formes, à savoir : isotactique, syndiotactique et atactique. Cette propriété est appelée tacticité [17].

I.5.1.1. Le polypropylène isotactique

Le polypropylène isotactique (iPP) est un polymère dont les groupements méthyles sont répartis du même côté de la chaîne macromoléculaire, comme le montre la figure I.11. Dans ce cas les chaînes du polymère sont régulières, par conséquent, elles peuvent s'entasser en s'empilant facilement dans une structure cristalline [18].

I.5.1.2. Le polypropylène syndiotactique

Le polypropylène syndiotactique (sPP) est un polymère dont les groupements méthyles sont répartis alternativement de part et d'autre de la chaîne macromoléculaire, comme le montre la figure I.11.

Comparé à son stéréo-isomère isotactique, il montre une meilleure résistance aux chocs et une meilleure adhésion aux surfaces organiques [18].

Le polypropylène syndiotactique possède une aptitude à la cristallisation beaucoup plus limitée que celle de polypropylène isotactique. Son taux de cristallinité dépasse rarement les 20%. Il possède une gamme de température de fusion plus faible, comprise entre 90 °C et 140 °C [18].

I.5.1.3. Le polypropylène atactique

Dans ce cas, il n'y a aucune régularité dans le positionnement des groupes méthyles sur la chaîne carbonée (Figure I.11).

Le polypropylène atactique (aPP) est un matériau complètement amorphe. Il affiche une faible résistance mécanique, de ce fait, il présente peu d'intérêt industriel [18].

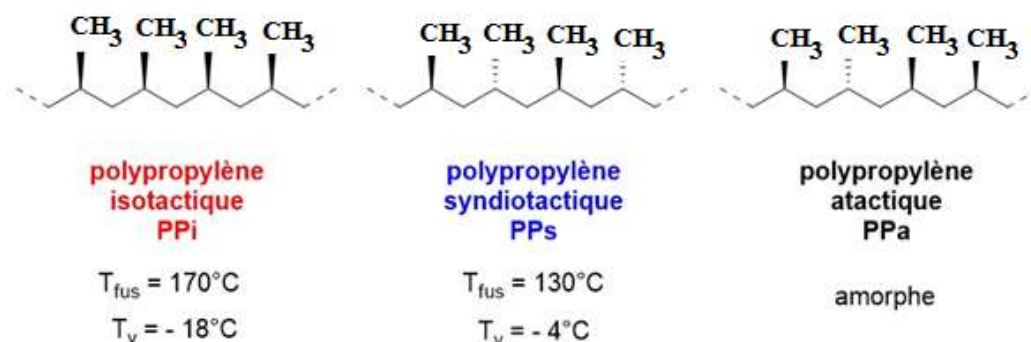


Figure I.11. Configuration du polypropylène: isotactique, syndiotactique et atactique [19]

La figure I.12 présente un exemple de la polymérisation stéréosélective du polypropylène en présence des catalyseurs du type Ziegler-Natta [20].

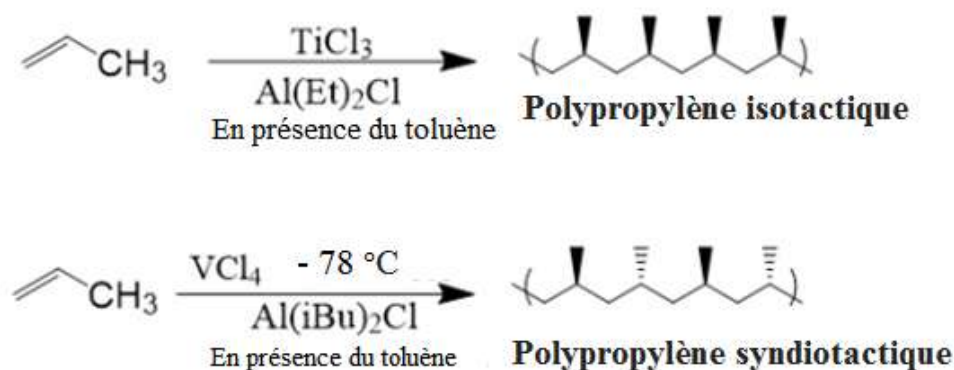


Figure I.12. Un exemple de la polymérisation stéréosélective du polypropylène [20].

Le tableau I. 4 présente l'influence de la tacticité, la rigidité et la résistance du polypropylène.

Tableau I. 4. Influence de la tacticité, la rigidité et la résistance du polypropylène [21].

Type de polypropylène	Degré de cristallinité %	Densité g/cm ³	Module de Young GPa
Isotactique	50-65	0,9-0,91	1,2-1,5
Syndiotactique	25-50	0,87-0,89	0,7-1,0
atactique	-	0,852	-

Le polypropylène isotactique est aujourd'hui la forme isomère la plus intéressante en particulier grâce à son taux de cristallinité. Celui-ci est relativement élevé, il est compris entre 40% et 50% en comparaison aux formes atactiques et syndiotactiques. Sa popularité est également due à sa facilité de mise en œuvre. Le polypropylène isotactique présente une température de fusion comprise entre 140 et 170 °C et un module d'Young compris entre 1,2 à 1,5 GPa [21].

I.6. Propriétés de polypropylène

I.6.1. Propriétés chimiques

Le polypropylène possède une très grande stabilité chimique; à des températures inférieures à 60 °C, ils sont pratiquement insolubles. Ils ne sont attaqués ni par les acides, ni par les bases, ni par les solutions de sels. Ils sont insolubles dans l'eau et sont reconnus utilisables pour des applications alimentaires. Les polypropylènes présentent une excellente résistance à la fissuration sous contrainte en présence des savons, détergents et alcools. La bonne résistance à l'état naturel est réduite au contact du cuivre et de ses alliages. Le polypropylène à l'état naturel est sensible à la dégradation par les rayons ultraviolets [22].

I.6.2. Propriétés physiques

Le polypropylène est le plus léger des thermoplastiques courant, avec une masse volumique de 0,905 g/cm³. La perméabilité du polypropylène décroît lorsque le taux de cristallinité augmente [23].

I.6.3. Propriétés thermiques

La température de fusion d'un polypropylène homopolymère 100 % isotactique est de 176 °C. En pratique, les fractions inévitables de polypropylène atactique ramènent cette température à 165-170 °C et sa température de transition vitreuse de la phase amorphe est proche de 0°C [24].

I.6.4. Propriétés mécaniques

Le polypropylène (PP) est un matériau complexe de par sa nature semi-cristalline. Comme tout système polyphasé, son comportement mécanique dépend d'une part du comportement de chacune des phases et d'autre part de l'arrangement de leur couplage. Mais le comportement mécanique des semi-cristallins ne résulte pas seulement de leur aspect composite (souvent traité comme une matrice amorphe renforcée par

des cristallites de module élevé) mais aussi de la modification de la phase amorphe qui apparaît plus ou moins réticulée par les lamelles cristallines [25]. Les polypropylènes homopolymères présentent une rigidité élevée à la température ambiante.

La résistance aux chocs d'un polypropylène augmente avec sa masse moléculaire et varie dans le même sens que la température.

La cristallinité élevée du polypropylène lui confère de bonnes propriétés en traction. Le comportement du polypropylène est fortement influencé par la vitesse d'étirage. La résistance à l'abrasion est bonne. Les articles ont une surface brillante et une résistance à la rayure excellente [26].

I.6.5. Propriétés électriques

Le PP est un polymère non polaire donc c'est un très bon isolant électrique.

Les propriétés électriques du PP ne dépendent ni de la cristallinité ni de la masse moléculaire [26]. **I.7.**

Avantages et inconvénients du polypropylène

Les différents avantages et inconvénients du polypropylène sont rassemblés dans le tableau I.5.

Tableau I.5. Avantages et inconvénients du polypropylène [27]

Avantages	Inconvénients
<ul style="list-style-type: none"> •Bon marché; •Alimentaire (inodore et non toxique); •Indéchirable; •Très résistant à la fatigue et à la flexion; •Très peu dense; •Chimiquement inerte, stérilisable et recyclable; •Un excellent isolant électrique. 	<ul style="list-style-type: none"> •Fragile (cassant) à basse température (car sa Tg est proche de la température ambiante); •Sensible aux UV; •Moins résistant à l'oxydation; •Difficile à coller.

I.8. Applications

Le polypropylène (PP) est un polymère thermoplastique de consommation courante, très utilisé dans diverses applications en raison de ses propriétés remarquables, telles que la faible densité, une bonne résistance à la flexion, à la rayure et au choc. Le polypropylène ayant des propriétés physico-chimiques et mécaniques intéressantes avec des prix relativement bas. Cela permet au polypropylène d'être utilisé dans différents domaines, comme des pièces en plastique, les emballages des aliments et des pièces automobiles [28].

I.9. Les additifs plastiques

De nombreux additifs entrent dans la composition finale des matières plastiques pour améliorer et mieux adapter leurs propriétés à leur utilisation. Parmi les additifs plastiques qui facilitent le traitement, nous citons :

I.9.1. Les plastifiants

Les plastifiants sont des molécules ou des oligomères, à l'état solide ou à l'état liquide plus ou moins visqueux, sont des additifs qui améliorent la plasticité ou la flexibilité des polymères. Les plastifiants sont utilisés pour abaisser la rigidité des matières plastiques. Leurs présences ont pour but de faciliter la mise en œuvre, d'augmenter la flexibilité, la souplesse et la résistance des matériaux [29]. Les plastifiants sont des composés de faible poids moléculaire capable de s'insérer entre les chaînes de polymères et de remplacer les interactions intermoléculaires par formation des liaisons hydrogène. Cette nouvelle interaction entre le plastifiant et le polymère donne naissance à un matériau de différentes propriétés thermomécaniques [29] (figure I.13). Les plastifiants sont, en général, les phtalates d'alkyle ou les phosphates pour le polychlorure de vinyle; les polyols (glycérol, sorbitol...) ou leurs mélanges pour le revêtement vinyle; les lignosulphonates, les naphthalènes; les copolymères vinyliques pour le béton. Ils ont un point d'ébullition élevé et ne sont pas évaporés pendant le processus [29].

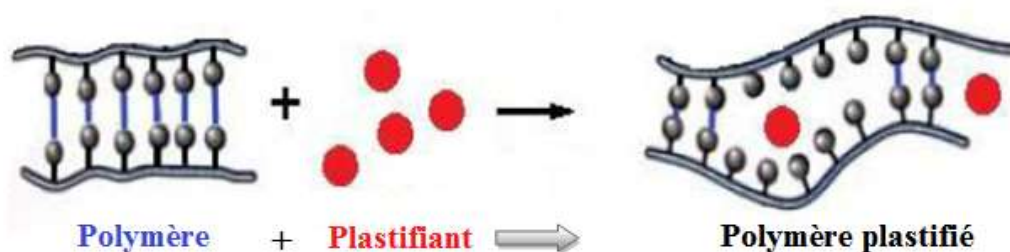


Figure I.13. Schéma du mécanisme de plastification [29].

I.9.2. Les stabilisants

Les stabilisants, les antioxydants par exemple, empêchent la dégradation des polymères lors de leur transformation. En les stabilisants contre les effets de la température, de l'oxygène et du rayonnement UV [30].

I.9.3. Les charge

On désigne sous le nom général de charge toute substance inerte, minérale ou végétale qui, est ajoutée à un polymère de base, permet de modifier de manière sensible les propriétés mécaniques, électriques ou thermiques.

Charges minérales (verre, carbone, talc etc.), métalliques (aluminium etc.) ou organiques (farine de bois), les charges améliorent la rigidité et l'adhésivité des matières plastiques mais agissent également sur leur résistance chimique, leur isolation électrique et thermique. Leur proportion par rapport à la résine peut aller de 1 à 300 % selon l'effet voulu. Un avantage important d'un grand nombre de charges, surtout minérales, est d'ordre économique : elles sont moins chères que les polymères [31].

I.9.4. Les lubrifiants

Les lubrifiants utilisés en général pour réduire les frottements entre pièces en mouvement, ou de diminuer la résistance passive de pièces fixes, afin de faciliter la mise en œuvre des polymères. Les lubrifiants peuvent être liquides ou fluides (huiles), consistants (graisses ou gel de silicone), ou solides (graphite, téflon) [32].

I.9.5. Les ignifugeants

Les ignifugeants ou les retardateurs de flamme sont des additifs qui permettent aux matières plastiques de mieux résister au feu. Ils sont très utilisés dans la fabrication de matériaux pour la construction et l'aménagement intérieur [33].

I.9.6. Les couleurs et les pigments

Les pigments sont additionnés aux matières plastiques à des concentrations de 0,1 à 4 %. On peut ainsi obtenir des produits de toutes les couleurs, ils peuvent être [34]:

- Des colorants organiques (azoïques, anthraquinoniques).
- Des pigments minéraux (oxydes métalliques, de titane, de fer, de chrome, etc).
- Des composés organométalliques (phtalocyanine de cuivre, etc).
- Des noirs de carbone.

I.10. Les matériaux composites

Un matériau composite peut être défini d'une manière générale comme l'assemblage de deux ou plusieurs matériaux. L'assemblage final a des propriétés intermédiaires aux deux matériaux constitutifs ou encore meilleurs, pris individuellement.

Le plus couramment, un "matériau composite" définit des arrangements de renforts ou charge qui sont noyés dans une matrice où la résistance mécanique est beaucoup plus faible [35].

I.10.1. Constituant de matériaux composite

Les éléments constitutifs d'un matériau composite sont présentés sur la figure I.13

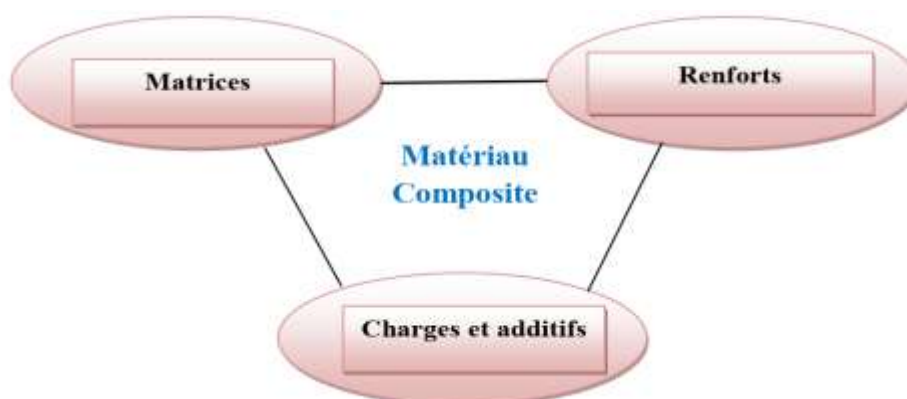


Figure I.14. Les éléments constitutifs d'un matériau composite

I.10.2. La matrice

La matrice est l'élément qui lie et maintient les fibres. Elle répartit les efforts (résistance à la compression ou à la flexion) et assure la protection chimique des fibres.

➤ Différentes natures de la matrice

Les différentes natures de la matrice sont présentées sur la figure I.15.

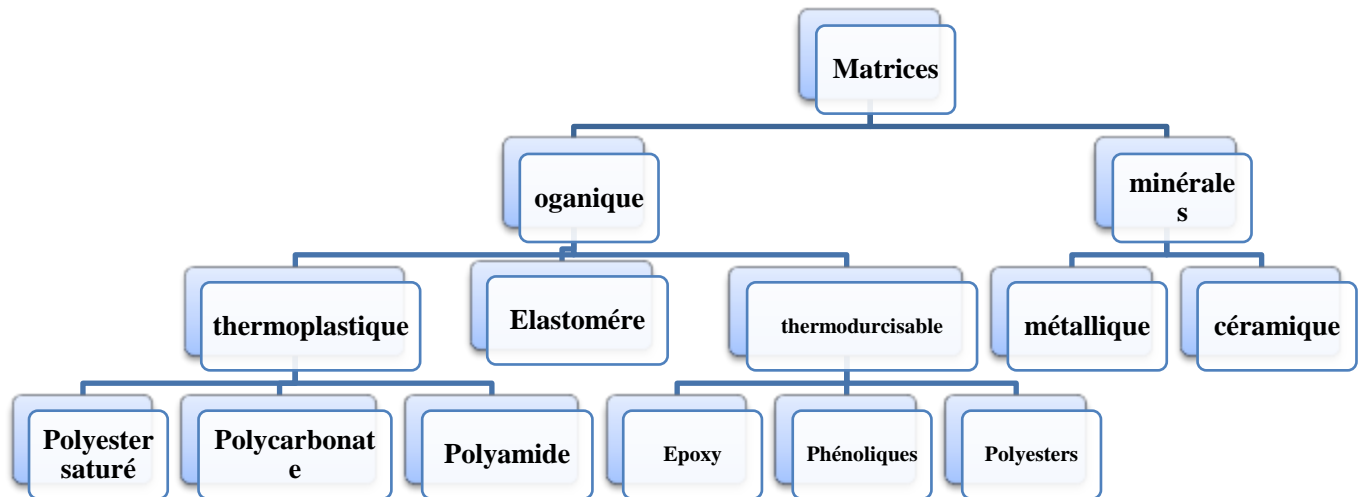


Figure I.15. Différentes familles de matrice [36].

I.10.3. Les renforts

Les renforts contribuent à améliorer la résistance mécanique à la traction et la rigidité des matériaux composites et se présentent sous forme filamentaire (des fibres organiques ou inorganiques).

➤ Différents types de renfort

Les renforts les plus utilisés se présentent sous forme de fibres ou formes dérivées et constituent une fraction volumique de matériau composite généralement comprise entre 0,3 et 0,7.

Les renforts fibres se présentent sous diverses formes commerciales.

- Sous forme de roving (fils, mèches, etc. ...): le roving est un assemblage de fils de bases parallèles groupés sans torsion.

- Sous forme de tissus (tissus taffetas, toiles, serge, etc. ...): le tissu est formé par l'entrecroisement perpendiculaire des roving.

Les tissus de roving peuvent peser jusqu'à 800 g/m².

- Sous forme de mat (fil coupé ou fil continu): le mat est un matelas de fils coupés ou continu à ensimage plastique, agglomérés par un liant à solubilité rapide ou lente dans la résine (figure I.16)[37].

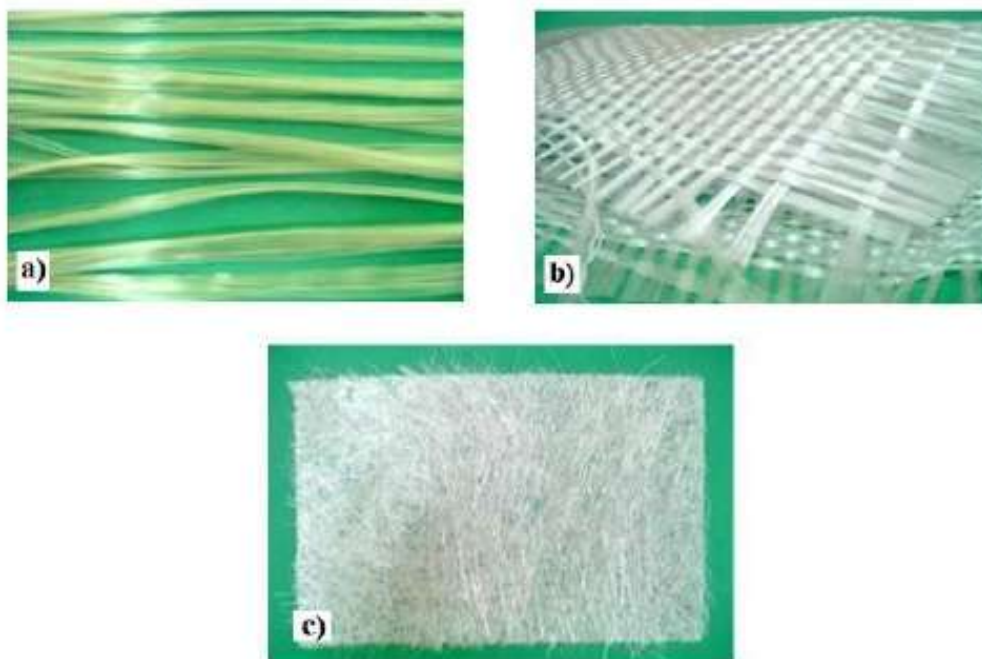


Figure I.16. Les différentes formes des renforts fibres de verre
 a) Roving de verre b) Tissu de verre c) Mat de verre [37]

Les différentes formes des fibres : les fibres courtes (0,1 - 1 mm), les fibres longues (1 - 50 mm) ou les fibres continues (> 50 mm)[38].

Les renforts les plus utilisés sont regroupés sur la figure I.17.

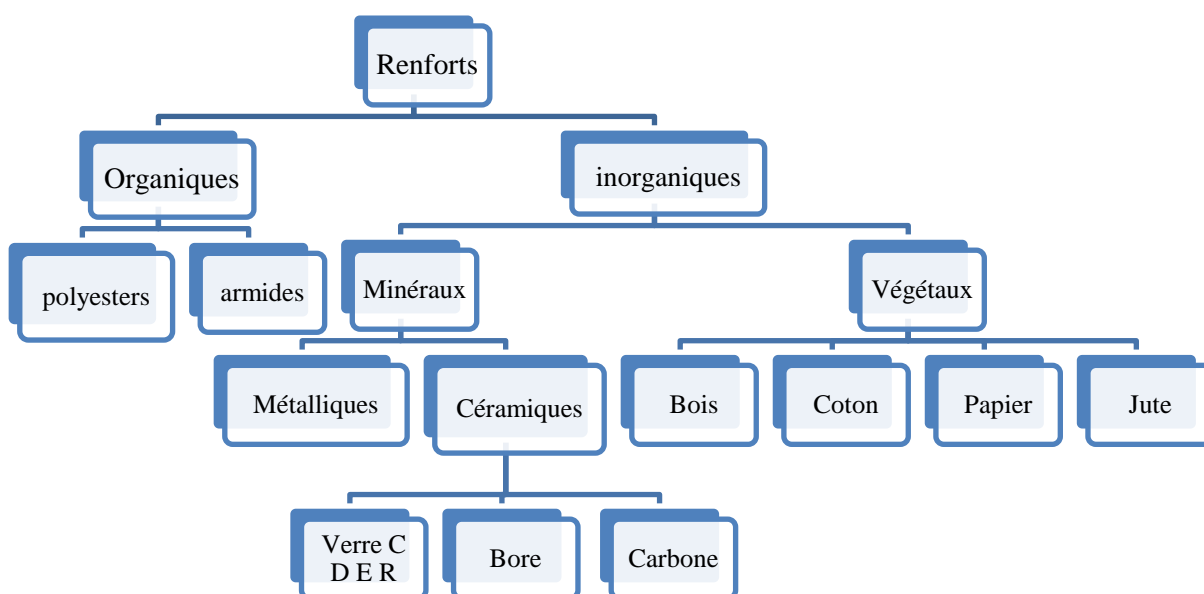


Figure I.17. Différentes familles de renforts [39]

I.11. Fibres de verre

C'est la fibre la plus utilisée vue son excellent rapport performances mécaniques/prix, ça place est au premier rang des renforts utilisés dans les matériaux composites.

Les fibres de verre sont fabriquées à partir d'un mélange à base de silice (SiO_2), qui est fondu à une température 1200°C puis passés dans une filière en platine, et les filaments sont étirés avant refroidissement à un diamètre de 5 à $13\ \mu\text{m}$ avec une vitesse de 60 m/s. En faisant varier la composition du mélange (silice, kaolin, chaux, etc.) [40].



Figure I.18. Fibre de verre.

La figure I.19. Présente les différents types de fibre de verre



(a)



(b)



(c)

Figure I.19. Les différents types de fibre de verre

a/ Particules (microbille), **b/** fibres courtes et **c/** fibres longues [41].

La figure I.20. présente les différentes structures géométriques des composites

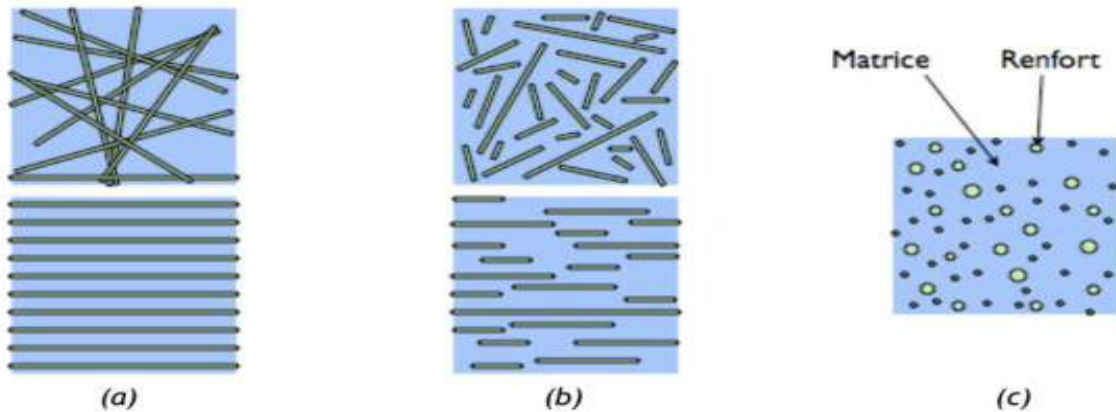


Figure I.20. Les différentes structures géométriques des composites
a/ fibres longues, **b/** fibres courtes et **c/** Particules (microbille) [41].

I.11.1. Fabrication de fibre de verre

Ce procédé se déroule en cinq étapes principales :

Affinage à 1500 °C : la composition est chauffée; elle devient visqueuse (vers 800 °C), puis liquide, et finalement se vitrifie. À 1500 °C, elle est homogène, et les dernières bulles et impuretés disparaissent.

Filage par étirement : le verre en fusion se transforme en filament en étant étiré à grande vitesse ; la filature des filaments s'apparente en fait à la filature textile classique pour produire un fil. Ce fil de verre se bobine ensuite autour d'une broche.

Ensimage : l'étirage et le bobinage n'ont pas suffisamment d'effet pour rassembler durablement les centaines de filaments en un fil (le verre est trop lisse pour s'agglomérer). L'ensimage consiste à ajouter un revêtement protecteur pour permettre l'agglomération des filaments et favoriser l'intégration dans les polymères.

Finition: les fils sont ensuite bobinés ou coupés selon les finalités.

Séchage (séchage au four): les fils sont finalement séchés à des températures de 600 à 700 °C [42].

I.11.2. Avantages et inconvénients de fibres de verre

Les différents avantages et inconvénients du fibre de verre sont rassemblés dans le tableau I.6.

Tableau I.6. Avantages et inconvénients de fibres de verre [43]

Avantages	inconvénients
<ul style="list-style-type: none"> • Rapport performances mécaniques/prix ; • Bonne résistance spécifique ; • Bonne adhérence avec toutes les résines (existence d'ensimage) ; • Tenue à température élevée ; • Dilatation et conductivité thermique faibles ; • Bonnes propriétés diélectriques. 	<ul style="list-style-type: none"> • Faible module (par rapport à la fibre de carbone ou d'aramide) • Vieillessement au contact de l'eau.

Références bibliographiques

- [1] J.P.Trotignon, J.Verdu, A.Dobraczynski, M. Piperaud. «Précis De Matières Plastiques : Structure, Propriétés, Mise En Œuvre, Et Normalisation» Nathan, Paris, **1996**.
- [2] O.G. Piringer et A. L. Baner, Plastic packaging: interactions with food and pharmaceuticals, Wiley-VCH, **2008**.
- [3] J. Bost « Matières Plastiques, 1, Chimie Applications, 2^{ème} Edition, In : Technique et documentation, Lavoisier, Paris, **1985**.
- [4] M.Fontanille, Y.Gnanou et J.M.Lehn « Chimie et Physico-chimie des Polymères » 1^{ère} édition DUNOD; Paris; **2005**.
- [5] S. Etienne and L. David, Introduction à la physique des polymères. Dunod, Paris, **2002**.
- [6] M.Biron, Elastomères thermoplastiques Techniques de l'ingénieur, Vol AM3400, **2000**.
- [7] A. F. Gourgues- Lorenzon et J. M. Haudin, Matériaux pour l'ingénieur, Presses de l'école des mines, Paris, **2006**.
- [8] J, Rault, Les polymères solides. Amorphes, élastomères, semi-cristallins, Cépaduès Editions, Toulouse, **2002**.
- [9] S. Hadeff « Étude de l'influence des conditions d'injection sur la qualité des pièces injectées en matière plastique », mémoire de magister, université de Biskra, **2012**.
- [10] A. Krasnobrizha, P. Rozycki, P. Cosson, L. Gornet, Matériaux & Techniques, 104 (4), 407, **2016**.
- [11] N. Benslimane, Contribution à l'élaboration d'un Plan de Contrôle des emballages plastiques en contact avec les denrées alimentaires, Mémoire de Master, Université Abou Bekr Belkaïd-Tlemcen, **2014**.
- [12] R. B. Lieberman, P. C. Barbe. « Propylene Polymers », In: Encyclopedia of Polymer Science and Engineering, Wiley & Sons, New York, **1986**.
- [13] A. J. Peacock. « Handbook Of Polyethylene: Structures, Properties and Applications», Marcel. Dekker, New York, **2001**.
- [14] S.Fuzessery. « Polypropylène », Techniques de l'ingénieur, Paris, **1991**.
- [15] G. Natta, P. Pino, P. Corradini, F. Danusso, E. Mantica, G. Mazzanti, et al. Crystalline high polymers of α -olefins. J Am Chem Soc, 77(6):1708, **1955**
- [16] A. Shamiri , M.H. Chakrabarti , S. Jahan, M. A. Hussain, W. Kaminsky, P. V. Aravind and W.A. Yehye, The Influence of Ziegler-Natta and Metallocene Catalysts on Polyolefin Structure, Properties, and Processing Ability, Materials 7, 5069-5108, **2014**.
- [17] G. Natta, "Progress in five years of research in stereospecific polymerization", SPE Journal vol., p. 373-382, **1959**.
- [18] C. Duval. Polypropylène PP. Technique de l'ingénieur, **2004**.
- [19] <https://ramenetessciences.wordpress.com/2018/11/28/les-polymeres>
- [20] K. Ziegler, E. Holzkamp, H.Breil, H.Martin, Polymerisation Von Athylen Und Anderen Olefinen. Angew Chem Int Edit, 67 (16), 426-426, **1955**.
- [21] H-H, Kausch, N. Heymans, C.J. Plummer et P.Decroly, Matériaux polymères: Propriétés mécaniques et physiques. Principe de mise en œuvre, Vol. 14, Lausanne, **2001**.
- [22] V. Massardier, « Etat de l'art concernant la compatibilité des matières plastiques », Laboratoire de Matériaux Macromoléculaires INSA de LYON, RECORD, ETUDE N° 00-0904/1A, Septembre **2001**.
- [23] M.Carrega, « Matériaux industriels, matériaux polymères », Dunod, Paris, **2000**.
- [24] P. Combette et I. Ernoult, Physique des polymères: structure, fabrication, emploi & propriétés tome II, Hermann, éditeurs des Sciences et des Arts, France, **2005**.

- [25] L.E. Nielsen, R.T.Landel, Mechanical properties of polymer and composites. Cleveland: Marcel Dekker Inc, 325, **1994**.
- [26] H.H.Kausch, N.Hemans, C.J.Plummer, P.Decroly « Matériaux Polymères: Propriétés Mécaniques Et physiques », Presses polytechniques et universitaires romandes, Lausanne, **2001**.
- [27] J. G. Speight, N. A. Lange «Lange's Handbook of Chemistry», McGraw-Hill, London **2005**.
- [28] G.W.Ehrentein, F.Montagne. «Matériaux Polymères. Structure, Propriétés Et Applications», Hermes, Paris, **2000**.
- [29] K. Poutanen, P.Forssell, Modification of starch properties with plasticizer, TRIP 4, 128-132. **1996**.
- [30] M.Tolinski, Additives for Polyolefins: Getting the Most out of Polypropylene, Polyethylene and TPO, Second Edition, W. Andrew, **2015**.
- [31] C. A. Naudin, C. Clozza "Les Charges", Technique de l'ingénieur, A 3220, Paris, **1987**.
- [32] J.Markarian, "Slip and antiblock additives: surface medication for film and sheet." Plastics, Additives and Compounding 9(6): 32-35, **2007**.
- [33] G.Pritchard, plastics additives: An A-Z Reference, Springer Science and business Media, **1997**.
- [34] A. Diouf-Lewis, Elaboration et évaluation d'additifs verts pour polymères et composites respectueux de l'environnement, Thèse de Doctorat, Université Clermont Auvergne, France, **2018**.
- [35] D.Gay, Matériaux Composites, 4^{ème} Edition, Hermès **2009**.
- [36] J. M. Berthelot «Matériaux composites, Comportement mécanique et analyse des structures» 4^{ème} édition, Tech et Doc, Lavoisier, **2005**.
- [37] M.Djelil, Caractérisation mécanique et physicochimique de matériaux composites à matrice organique dans les prothèses, Mémoire de magister, université des sciences et technologie d'Oran, **2006**.
- [38] H. H. Saadia, Etude de la dégradation d'un bioplastique renforcé par une charge minérale, Mémoire de Master, Université Mohamed Khider de Biskra, **2019**.
- [39] Y. Djebbloun, Etude de la rupture en MODE I d'ouverture des matériaux composites, mémoire de Master, Université de Biskra, **2004**.
- [40] M. Reyne, Technologie des composites, Ed. HERMES. Paris, **1990**.
- [41] <https://slidetodoc.com/les-materiaux-composites-introduction-materiaux-minraux-propriets-physiques>.
- [42] https://fr.wikipedia.org/wiki/Fibre_de_verre
- [43] J. M. Berthelot, Mécanique des Matériaux et structures composites, le Mans, Novembre **2010**.

Chapitre II

Procédé de production par injection thermoplastique

II.1. Mise en forme des matières plastiques

Les techniques de transformation des plastiques dépendent de la nature des polymères et de la destination des produits finis. Quelques méthodes sont régulièrement utilisées pour la fabrication des pièces et des objets en plastique. Dans la fabrication des pièces mécaniques, il existe plusieurs procédés de fabrication industrielle : l'extrusion, le calandrage, l'injection, l'injection-soufflage, etc.

L'injection est aujourd'hui l'un des procédés les plus utilisés pour la mise en forme des polymères avec l'extrusion et le soufflage (30% des polymères transformés). Il est généralement utilisé pour la production de très grandes séries pour l'automobile ou l'électroménager par exemple ou pour des séries plus réduites en aéronautique. Le procédé d'injection permet d'obtenir une productivité élevée avec une très bonne reproductibilité des pièces [14].

De ce fait, le principe du procédé de moulage par injection consiste à injecter et transformer une matière de polymères thermoplastiques, préalablement chauffée est injectée dans un moule.

Le polymère se solidifiant dans le moule créera un solide épousant la forme et les dimensions de l'empreinte du moule.

L'objectif de ce chapitre est présenter le procédé d'injection des thermoplastiques, et leur déroulement de cycle d'injection plus les caractéristiques d'une presse et la construction de structure. Et la façon dont nous de contrôle dans les paramètres de procédés d'injection.

II.2. Définition du procédé

Le procédé d'injection est un procédé de mise en forme des thermoplastiques par moulage permettant la production de pièces minces jusqu'à quelques millimètres d'épaisseur. Ce procédé est très répandu pour les productions de grandes séries comme l'automobile, l'électroménager ou l'électricité [14].

II.3. Principe du procédé

L'injection d'un plastique permet d'obtenir en une seule et même opération des pièces finies de formes simples ou de formes complexes. Le processus obéit généralement au même schéma :

1. Injection des thermoplastiques;
2. Moulage par injection pour la mise en forme des matières thermoplastiques;
3. Refroidissement de la matière plastique;
4. Éjection de la pièce plastique.

II.4. Déroulement du cycle d'injection

La presse d'injection constituée à deux parties importantes dans le cycle d'injection :

1. Partie de vis d'injection est leur comportement
2. Partie de moule



Figure II.1. Presse d'injection [14].

La figure II.2 présente le schéma général de déroulement du cycle d'injection.

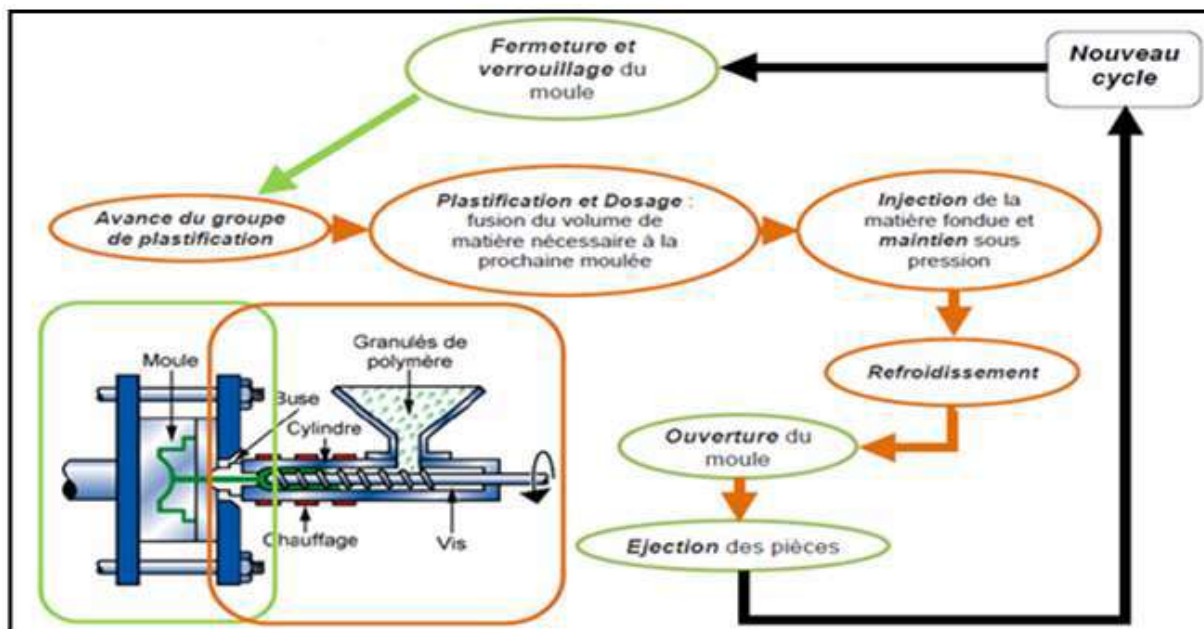


Figure II.2. Déroulement du cycle d'injection [14].

II.4.1. Phases de moulage par injection

Le procédé de moulage par injection est très répandu dans le domaine de la plasturgie car il permet de fabriquer des pièces techniques de manière contrôlée et avec des cadences élevées.

Lors d'une opération de moulage par injection, la fabrication de chaque pièce passe par quatre phases principales.

II.4.1.1. La phase de plastification

La phase de plastification a pour objectif de faire passer le polymère de l'état initial (sous forme de granulé) à l'état fondu. On peut dire que cette transformation commence au début par l'ensemble vis fourreau dont la fonction est de broyer et de chauffer le granulé pour l'amener peu à peu à l'état fondu. Pour cela, la vis de l'unité possède un mouvement de rotation pour permettre l'auto échauffement de la matière par malaxage, et de translation pour stocker à l'avant du fourreau la quantité de matière à injecter dans la cavité du moule le dosage est contrôlé par la course de la vis qui recule, en s'appuyant sur la matière, pendant sa rotation. La matière plastifiée est transportée dans l'espace à l'avant de la vis (figure. II.3) [15].

II.4.1.2. La phase de remplissage

Une fois la matière accumulée en tête de fourreau, celle-ci est injectée dans l'empreinte de l'outillage par une avancée de la vis. Cette phase du cycle de transformation est appelée phase dynamique du remplissage (Figure II.4). L'avancée de la vis est réglée en débit ou en pression pour maîtriser la vitesse d'injection du thermoplastique dans l'empreinte.

Ce remplissage a une durée très courte, par rapport à celle de la phase de refroidissement.

Le débit d'injection est fonction du volume de remplissage sur la durée de remplissage correspondant à l'épaisseur de la pièce [15].

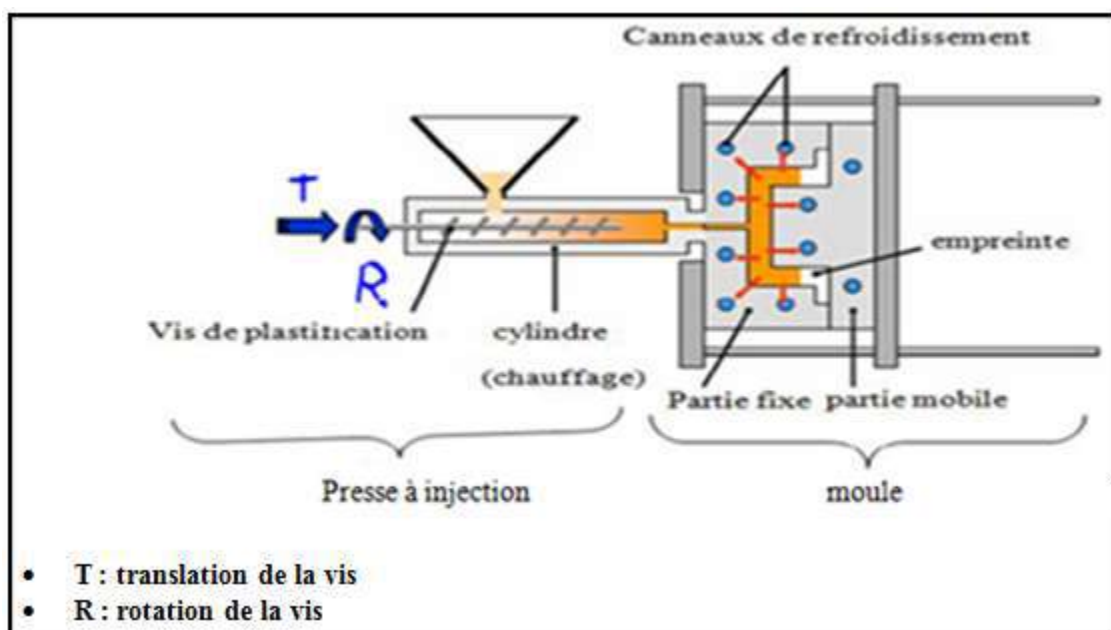


Figure II.3. Phase de plastification, de remplissage et de compactage [15].

II.4.1.3. La phase de compactage

Le compactage est l'instant clé du procédé d'injection. Il s'agit de l'instant de transition entre la phase de remplissage dynamique et la phase de maintien. À cet instant, le pilotage de l'injection passe d'une régulation en vitesse à une régulation en pression.

En général, on choisit de commuter au moment où l'empreinte est complètement remplie.

Cet instant est notifié par la présence d'un pic de pression d'injection prononcé. Cet événement est alors utilisé pour déclencher la commutation. Dès lors où la commutation est enclenchée, la presse applique au niveau du bloc d'injection une consigne de pression de maintien. Ceci a pour objectif de maintenir la matière dans la cavité pour compenser les phénomènes de retrait volumique dus au refroidissement de la matière (Figure II.3) [16].

II.4.1.4. La phase de refroidissement et d'éjection

En parallèle de la phase de maintien, le polymère débute au contact de parois refroidies de l'outillage son retour à l'état solide. Cette phase appelée phase de refroidissement perdure jusqu'à ce que le polymère atteigne sa température de démoulage (Figure II.5), après le refroidissement l'éjecteur pousse la pièce [17].

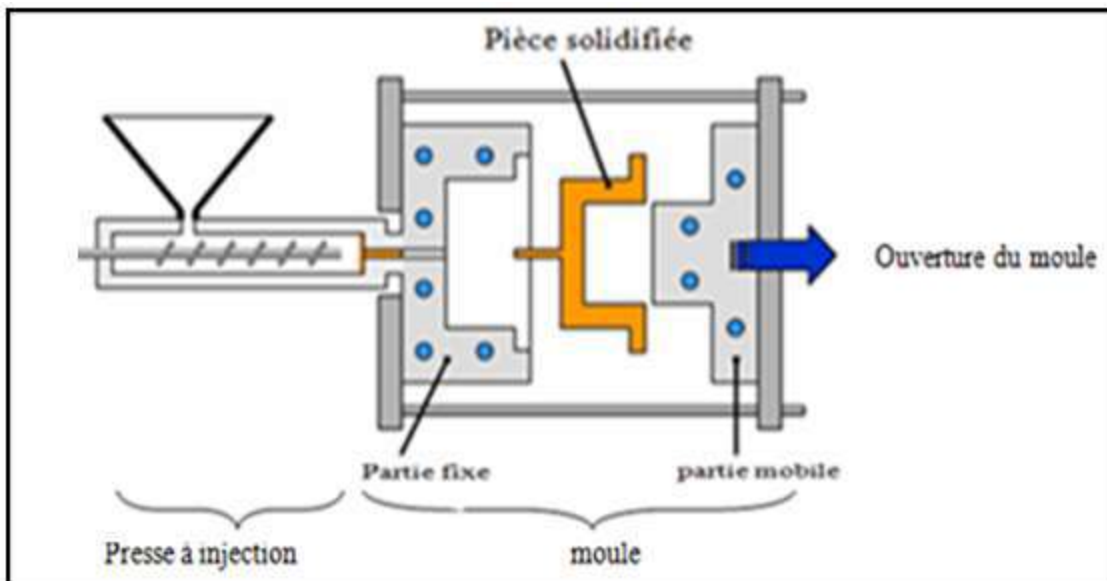


Figure II.4. Phase de refroidissement et d'éjection de la pièce [15].

II.5. Description d'une presse à injecter

La presse d'injection est une machine qui permet d'obtenir des pièces en plastique injecté sous pression dans un moule (monté sur la presse). L'injection du plastique se fait généralement à haute pression et à température supérieure à la température de transition vitreuse. À cet état la matière n'est plus solide mais n'est pas aussi liquide. Elle est à l'état visqueux entre les deux

états liquide et solide. La matière peut être injectée dans le moule et la matière plastique prend la forme de l’empreinte du moule. Après refroidissement, la pièce est éjectée du moule.

Le refroidissement se fait par circulation d’eau froide dans le circuit de refroidissement du moule.

II.5.1. Etude de la presse à injection

Une presse à injecter, ou machine d’injection moulage, est constituée de deux unités principales: l’unité d’injection, ou de plastification, et l’unité de moulage (moule et système de fermeture) (Figure II.5).

Le plus souvent, les différences notables entre les types de machines concernent l’unité de plastification. Notons qu’il existe des presses verticales bien que les presses horizontales soient les plus fréquentes. Parmi ce type de machines, deux grands groupes se distinguent : les presses hydrauliques et les presses électriques. Elles présentent chacune des particularités plus ou moins intéressantes et adaptées à certaines fabrications.

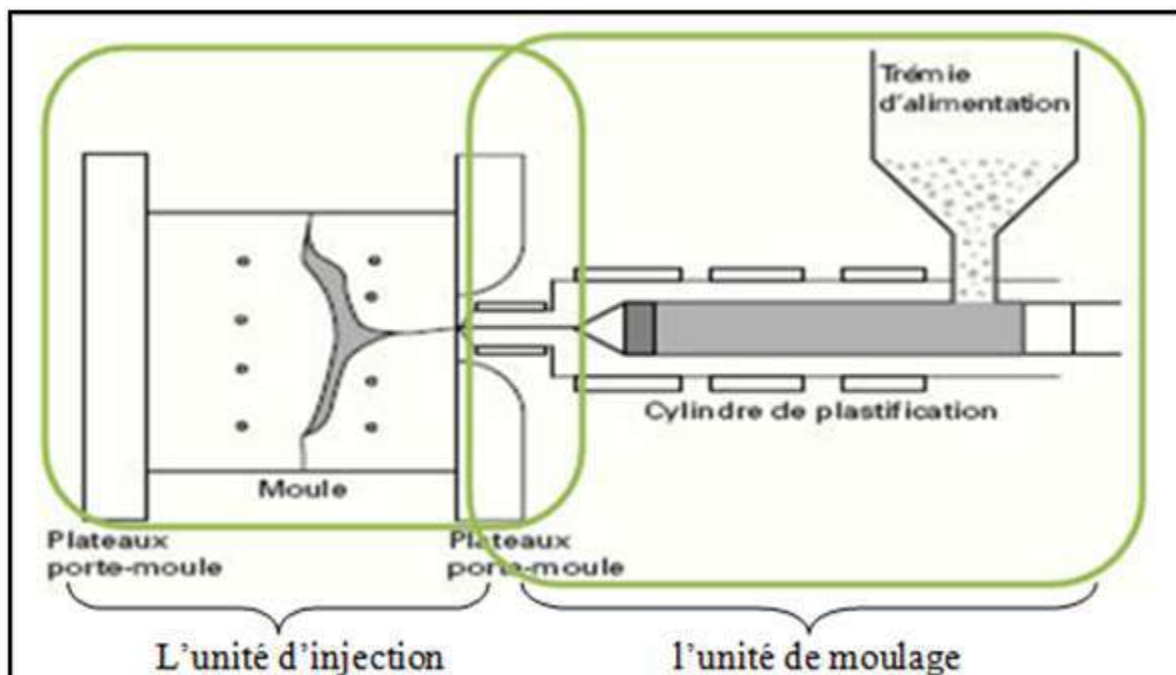


Figure II.5. Cylindre de plastification et moule [18].

II.5.2. La structure de presse d'injection

Une machine d’injection à moulage comprend une unité de plastification, une unité de fermeture (dans laquelle est fixé le moule) et une unité de commande. L’unité de plastification, qui transforme les granulés solides en polymère fondue pour l’injecter ensuite dans le moule.

Et une unité de fermeture, à laquelle le moule est fixé. Dans le cas des thermoplastiques, le moule est réglé généralement à une température voisine de la température ambiante afin de figer la matière plastique le plus vite possible [15].

II.5.3. Principe de fonctionnement

Le fonctionnement d'une presse à injecter pour la production des pièces est relativement simple.

Des granulés de 2 à 3 mm de plastique sont versés dans la trémie. Ensuite, cette matière est ramollie en étant portée à 200°C – 250°C grâce à l'action combinée de la friction de la vis et des colliers de chauffe.

La matière ainsi malléable est poussée vers la buse puis injectée dans le moule grâce au vérin d'injection. La pression d'injection peut atteindre 2 500 bars. La matière se répartit de façon homogène dans la cavité de l'outillage pour prendre sa forme définitive. La pièce est ensuite refroidie en quelques secondes entre 50°C et 80°C afin de la solidifier.

La presse ouvre l'outillage et les éventuels tiroirs, la pièce est éjectée par la batterie d'éjection et chute dans un bac ou est saisie par un robot manipulateur. La presse se referme et le cycle recommence.

II.5.4. Caractéristiques des presses

Une machine d'injection (moulage) se caractérise généralement par sa capacité maximum d'injection et sa force de fermeture. La première caractéristique peut être donnée en masse de polymère ou en volume (cm³). La capacité d'injection réelle est comprise entre 30 et 70% de cette capacité maximale, ceci en fonction du comportement en phase fondue de la matière à transformer (étape de compactage).

La force de fermeture est généralement exprimée en tonne, et correspond à la force de fermeture maximale du moule que peut maintenir la presse avant, pendant et après le remplissage du moule par la matière fondue. Toutefois, de nombreux autres critères peuvent être précisés pour définir au mieux une presse à injecter. Ils sont d'autant plus importants qu'ils seront nécessaires au choix d'une machine parfaitement adaptée à une gamme d'objets à fabriquer: par exemple les distances entre plateaux et entre colonnes doivent être de dimensions compatibles avec celles du moule [17].

II.6. Le cycle de moulage par injection

Les différentes étapes de moulage par injection sont présentées sur la (figure II. 6):

- **Etape 1: la phase de dosage.** Les granulés de polymère tombent depuis une trémie dans un ensemble vis-fourreau. Ils sont ensuite fondus progressivement par action conjuguée des colliers chauffant le fourreau, et du cisaillement de la matière provoqué par la rotation de la vis et la friction des granulés (entre eux et contre les outillages). La matière fondue est alors convoyée en avant de la vis (via un clapet anti-retour), dans l'espace créé par le recul progressif de cette dernière lors de sa rotation.
- **Etape 2: la phase d'injection.** Grâce à un mouvement de translation de la vis, actionnée par un vérin, et au clapet anti-retour qui dans cette phase empêche la matière de rebrousser chemin, le polymère fondu est transféré du réservoir à un moule via des canaux.
- **Etape 3: la phase de compactage.** Le moule, composé de deux parties, une partie fixe et une partie mobile, est à ce moment tenu sous pression pour rester fermé, pendant que de son côté la matière est compactée par la vis, jusqu'à atteindre une pression uniforme dans la cavité du moule (également appelée empreinte), dans laquelle du polymère fondu continue à être injecté pour compenser le rétrécissement, ou retrait, de la matière qui refroidit.
- **Etape 4: la phase de refroidissement.** Lorsque le polymère est entièrement figé au niveau du ou des seuils d'injection, il n'est plus nécessaire d'appliquer une pression de maintien, et la pièce continue de se refroidir jusqu'à ce qu'elle soit complètement solidifiée. La vis peut alors reprendre son cycle de rotation à l'étape 1.

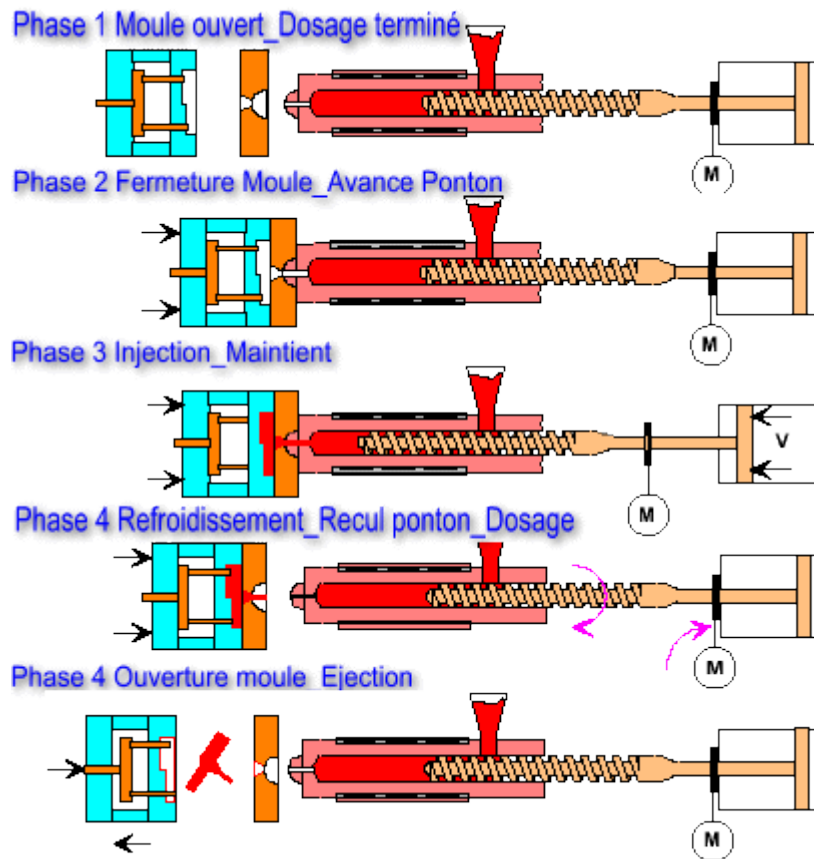


Figure II.6. Déroulement d'un cycle d'injection [19]

- **Etape 5: la phase d'éjection.** Le moule s'ouvre, et la pièce formée est éjectée du moule (Figure II.7).



Figure II.7. Les pièces formées par l'injection

En ce qui concerne les thermoplastiques, la plupart d'entre eux, amorphes ou semi cristallins, peuvent être injectés, moyennant bien sûr des différences dans le procédé, en fonction du type de polymère, des dimensions et de la qualité recherchée des pièces.

Conclusion

L'injection est aujourd'hui l'un des procédés les plus utilisés pour la mise en forme des polymères avec l'extrusion et le soufflage (30% des polymères transformés). Il est généralement utilisé pour la production de très grandes séries pour l'automobile ou l'électroménager par exemple ou pour des séries plus réduites en aéronautique. Le procédé d'injection permet d'obtenir une productivité élevée avec une très bonne reproductibilité des pièces.

Références Bibliographiques

- [1] R. A. Malloy, Plastic Part Design for Injection Molding: An Introduction, 2nd Edition, Carl Hanser Verlag, Munich, **2010**.
- [2] P.J. Trotignon, A. Dobraczynski, M.Piperaud « Matières Plastiques : Structures-Propriétés, Mise en œuvre, Normalisation ». Editions Nathan, Paris, **1996**.
- [3] S.Philipon, M.Vincent et J.F.Agassant. «Modélisation de l'Injection des Thermoplastiques ». SFIP (Socité Française des Ingénieurs Plasticiens), Ecole nationale Supérieure des Mines, Paris, octobre **1988**.
- [4] D. V.Rosato, and M. G. Rosato, , Injection Molding Handbook, 3rd Edition, Kluwer Academic Publishers, **2000**.
- [5] J-F. Agassant, P. Avenas, J-P. Sergent, B. Vergnes, and M. Vincent : « La mise en forme des matières plastiques». Technique & Documentation, 3^{ème} édition, **1996**.
- [6] E. Mathey, « Optimisation numérique du refroidissement des moules d'injection de thermoplastiques basée sur la simulation des transferts thermiques par la méthode des éléments frontières » Thèse de Doctorat, l'Université de Toulouse III, **2004**.
- [7] J-P. Trotignon, J. Verdu, A. Dobraczinsky, and M. Piperaud: Précis de Matières plastiques : Structures-Propriétés, Mise en œuvre, Normalisation. AFNOR, Paris, **1996**.
- [8] Technique de l'ingénieur: «Injection des thermoplastiques : les presses» Laszlo Muzsnay, Doc (A 3690).
- [9] H. Saddek: « Étude de l'influence des conditions d'injection sur la qualité des pièces injectées en matière plastique », mémoire de magister, département de mécanique, université de Biskra, **2012**.
- [10] Dj. Heddar: « Etude et conception à l'aide de l'outil CAO d'un moule à injection plastique » mémoire de magister, département de mécanique, université de Biskra, **2014**.
- [11] R.Nunn: « The reciprocating screws process », injection Molding Handbook, **1986**.
- [12] P. Devos : « L'injection sous haute pression des polymères thermoplastiques». Cours Ecole des Mines d'Albi, **2000**
- [13] J. Humbert: « Conception, élaboration et production d'agrocomposite à partir de tourteau de tournesol : étude du procédé d'extrusion-formulation-granulation et d'injection-moulage», Thèse de Doctorat de l'université de Toulouse, **2008**.
- [14] A.K Ouachouache, « Conception d'un moule d'injection des pièces en M.P» Mémoire de master, Université Badji-Mokhtar-Annaba, **2018**.
- [15] Technique de l'ingénieur: «Injection des thermoplastiques: Les moules» par Michel Chatain et Alexandre Dobraczynski, Doc (A3680).
- [16] G. Menges and P. Mohren : How to make injection molds. Hanser Publishers, **1993**.

Chapitre III

Protocoles expérimentaux et technique d'analyse

Protocoles expérimentaux et techniques d'analyses

Introduction

Dans ce chapitre, nous présentons les produits et les procédures utilisés pour la préparation et l'élaboration des matériaux composites à base de polypropylène isotactique (iPP) renforcés par la fibre de verre (15% et 30%). La fabrication des pièces par injection thermoplastique passe par plusieurs étapes pour obtenir un produit fini. Les matériaux utilisés dans cette étude sont des composites élaborés par injection et destinés à des applications d'une machine à laver.

Nous avons effectué notre stage pratique au sein de la société **SPA CONDOR ELECTRONICS** (Zone d'activités route de M'Sila). Dans lequel nous avons effectué la première étape du stage à la mise en forme des matériaux par injection. Ceci nous a permis ensuite de passer à la deuxième étape et d'évaluer les matériaux obtenus par les différentes techniques de caractérisations.

Les matériaux utilisés dans cette étude sont des composites élaborés par injection et destinés à des applications d'une machine à laver.

III.1. Matériaux utilisés

III.1.1. Polypropylène

La matrice polymère utilisée dans le cadre de ce travail est le polypropylène isotactique (iPP) est un thermoplastique semi-cristallin [1,2].

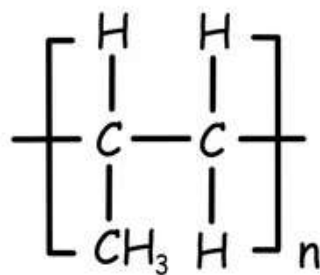


Figure III.1. Unité de répétition du polypropylène (PP).

Les caractéristiques physico-chimiques de iPP sont regroupées dans le tableau III.1.

Tableau III.1. Propriétés physico-chimiques de iPP [3].

Nomenclature	Polypropylène isotactique (ipp) ou Poly (1-méthyle éthylène)
Formule chimique	$(C_3H_6)_n$
Masse volumique	0,9 (g/cm ³)
Température de fusion	145 à 175°C
Température de transition	-10 °C
Module d' Young	1500 (MPa)
Déformation de traction	9%
Contrainte à la rupture	34 (MPa)

III.1.2. Fibre de verre

La fibre de verre est une fibre minérale proposant de nombreux avantages pour des applications industrielles spécifiques. La fibre de verre est un filament de verre.



Figure III.2. Fibre de verre

Le tableau III.2. Présente la composition chimique de fibre de verre

Tableau III.2. Composition chimique de fibre de verre [4].

Composition Chimique %	53-55	12-16	17-23	1	0,8	0-8	0,3
Composés	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	Na ₂ CO ₃	B ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃

D'après la composition chimique de fibre de verre nous constatons que le dioxyde de silicium est présent avec un pourcentage plus important d'ordre de 53 à 55% par rapport aux autres composés.

Le tableau III.3. Présente les caractéristiques physico-chimiques de fibre de verre.

Tableau III.3. Propriétés physico-chimiques de fibre de verre [4].

Renfort	Densité (g/cm ³)	Module de Young (MPa)	Contrainte (MPa)	Déformation (%)
Fibre de verre	2,58	72,3	3,445	4,8

III.1.3. Les matériaux composites

Au cours de cette étude, nous avons choisi le polypropylène comme matrice, un produit commercialisé sous une forme de granulés blanc (figure III.3). Le polypropylène vierge 100% a été utilisé comme référence pour comparaison. Deux formulations des matériaux composites ont été élaborées et étudiées. A savoir le polypropylène renforcé avec la fibre de verre à 15% et 30%.



PP vierge 100%



PP (85%)+FV (15%)



PP (70%)+FV 30%

Figure III.3. Les matières étudiées

III.2. Méthodes

III.2.1. Formulation

Dans notre travail, nous avons utilisé le polypropylène isotactique (ipp) vierge 100% et deux formulations à différents pourcentages de fibre de verre 15 % et 30%. La composition des différentes formulations est reportée sur le tableau III.4.

Tableau III.4. Formulations utilisés

Echantillons	Formulations		
Polypropylène	100%	85%	70%
Fibre de verre	0%	15%	30%

L'appareillage utilisé pour la mise en œuvre des matériaux est une injection bi-vis connectée à une presse à injection de marque HAIPIAN. En sortie de la presse à injection, on obtient des articles (figure III.4) pour découper des éprouvettes de traction. Les conditions de travail sont :

- Température : **190 à 250°C**
- La matière injectée dans le moule à pression 2500 bars
- Température de moule : **50 à 80°C**.

Initialement le PP(85%)/FV(15%) ou le PP(70%)/FV (30%) (sous forme granulé) ont été mélangés en plastique puis introduit dans la trémie de la presse à injection. Le transport et le malaxage de la matière sont assurés par une vis tournante à **350 tr/min** se trouvant dans un fourreau (cylindre de plastification) dans les conditions opératoires suivantes:

- Température étuvage **70 °C**
- Température des quatre chambres **190°C -220°C- 240°C- 250°C**.
- Temps de séjour dans les quatre chambres **3 min**
- Pression d'injection **2500 bars**.

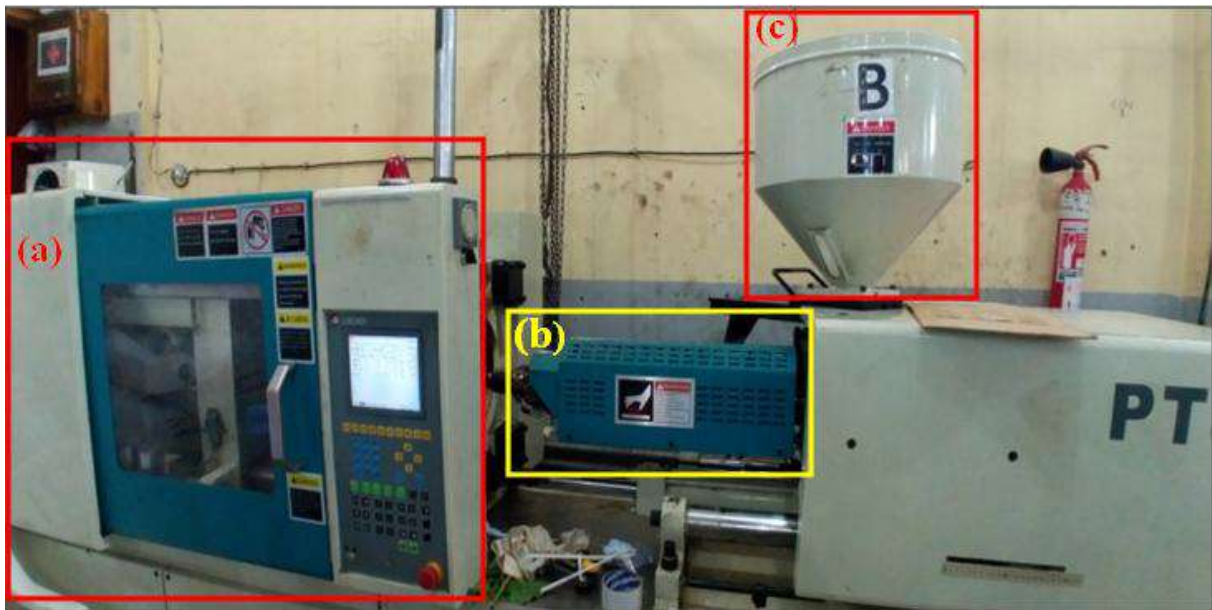


Figure III.4. Vue d'ensemble de la presse d'injection de marque HAIPIAN ((a) Vérine de fermeture, (b) Vice et fourreau, (c) Trémie).

III.2.2. Injection

La deuxième étape consiste à préparer la pièce présentée sur la figure III.5.

La figure III.5 présente les pièces injectées (cuve avant) d'une machine à laver préparée à partir de deux formulations : PP (70%)/FV (30%) ou PP (85%)/FV(15%).

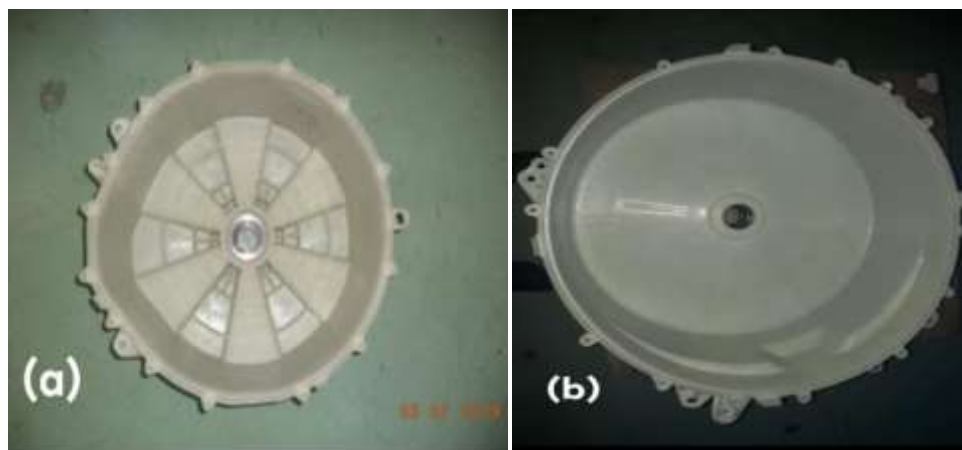


Figure III.5. Les pièces injectées (cuve avant)
a) PP (70%)/FV (30%), b) PP (85%)/FV (15%).

Les différentes étapes de moulage par injection sont présentées sur la figure III.6.

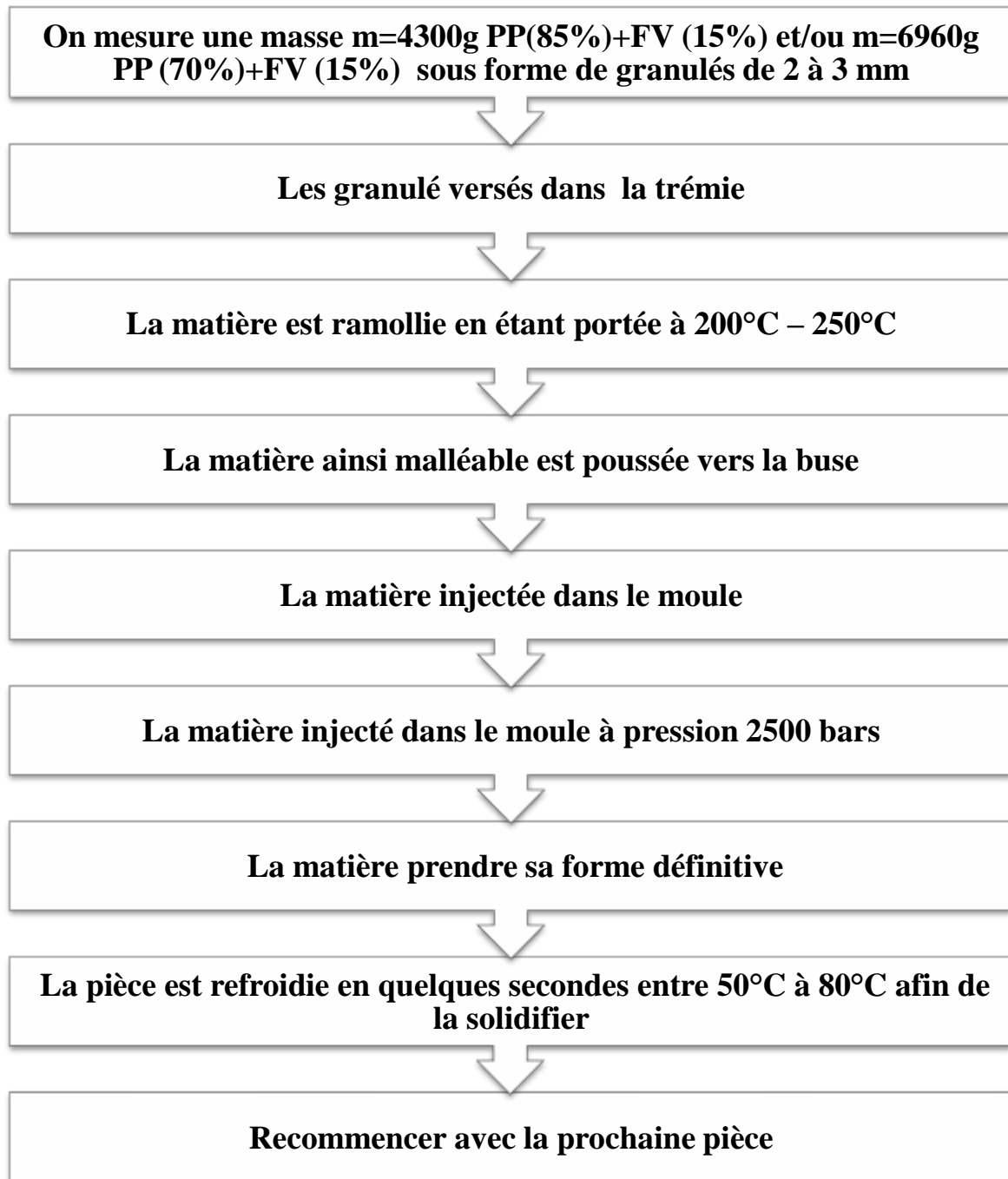


Figure III.6. Les différentes étapes de moulage par injection

III.3. Méthodes de caractérisation

III.3.1. Spectroscopie infrarouge en mode ATR

Réflectance Totale Atténuée (ATR) est une technique en spectroscopie infrarouge, ou plus précisément spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR), permettant de déterminer les liaisons chimiques d'un échantillon. Elle est basée sur le principe optique de la réflectance, phénomène optique bien connu. Cette méthode ne nécessite que très peu de préparation de l'échantillon, et permet d'analyser aussi bien les liquides que les solides [5].



Figure III.7. Appareil de Spectroscopie infrarouge en mode de Réflectance Totale Atténuée (ATR/FTIR).

La réflectance totale atténuée ATR comporte certains avantages par rapport aux autres techniques d'examen des échantillons, en infrarouge. Un échantillon peut être analysé directement dans leur état naturel, ne nécessitant pas de préparation préalable. L'ATR est idéal pour de nombreux échantillons, comme des échantillons épais, des échantillons très absorbants, des échantillons solides et liquides et pour les films minces. L'appareil utilisé est un spectrophotomètre à réflexion totale atténuée Perkin Elmer spectrumtwo (FTIR Spectrometer-UATR Two). Les spectres des échantillons ont été enregistrés à température ambiante, dans l'intervalle de longueur d'ondes de 4000 à 500 cm^{-1} .

III.3.2. Caractérisation rhéologique

III.3.2.1. Indice de fluidité

La connaissance de l'indice de fluidité est un moyen simple et rapide pour appréhender les différences de viscosité de plusieurs matériaux plastiques, fournissant ainsi une indication utile de leur fluidité lors de la transformation.

L'indice de fluidité est une mesure de la fluidité des plastiques fondus et constitue une valeur importante pour le contrôle qualité des thermoplastiques. La dénomination utilisée aujourd'hui est l'indice de fluidité en masse (ou MFR en anglais), qui est une masse écoulee exprimée, selon le système international, en g/10min. Alternativement, on mesure l'indice de fluidité en volume ou MVR, qui est mesuré en $\text{cm}^3/10\text{min}$. L'indice de fluidité en volume ou MVR multiplié par la densité du fondu donne l'indice de fluidité en masse ou MFR [6].

L'indice de fluidité mesure la masse de matière thermoplastique traversant une filière donnée sous l'action d'une pression fixée, pendant un temps donné et à une température fixée.

Afin d'étudier le comportement rhéologique des composites étudiés, des mesures de l'indice de fluidité des échantillons prélevés ont été faites à l'aide d'un appareil du type BMF-001 suivant la norme ISO 1133.

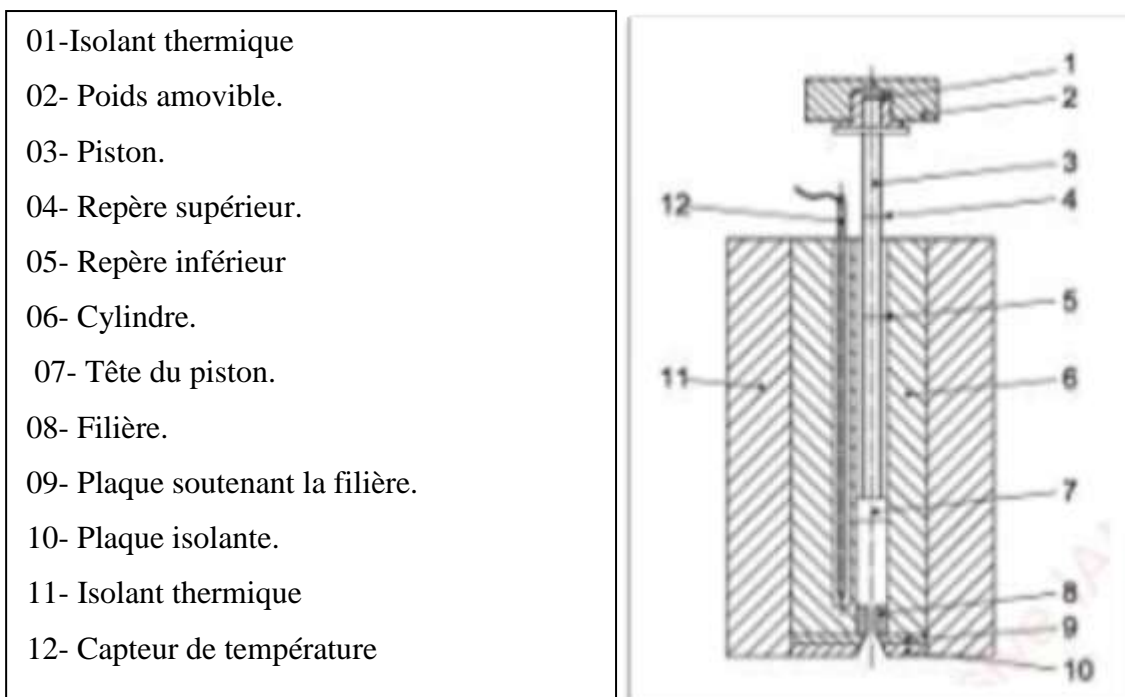


Figure III.8. Présentation schématique de l'appareil de mesure de l'indice de fluidité.

L'appareil utilisé pour mesurer l'indice de fluidité de type BMF-001 est présenté sur la figure III.9.



Figure III.9. L'appareil de mesure de l'indice de fluidité du type BMF-001

Afin de mesurer MFI (Melt flow index) ou indice de fluidité à chaud (IFC) ou indice de fluidité (IF). Nous avons passé par plusieurs étapes qui sont:

- Positionner la filière à l'intérieur de l'appareil,
- Attendre que l'appareil ait atteint la température de consigne,
- Peser 2,16kg de granulés (étuvage éventuel),
- Introduire les quelques grammes de matière dans le cylindre chauffé,
- Laisser la matière dans le cylindre pendant 4 minutes,
- Comprimer la matière à l'aide du piston (chargé ou non, selon le matériau),
- Poser la masse normalisée,
- Relâcher le piston,
- Couper les extrudés,
- Peser les extrudés.

L'indice de fluidité (IF) est calculé par la formule suivante :

$$\text{IF (T, M)} = \frac{M_{\text{moy}} \times S}{t_{\text{moy}}} \quad (\text{g/10min}) \quad (\text{III.1})$$

Avec

IF : Indice de fluidité,

T : Température d'essai 190 °C,

M : Charge réelle 2,16 kg,

M_{moy} : Masse moyenne des extrudats en grammes,

t_{moy} : Intervalle de temps entre deux coupes d'extrudât,

S : Temps de référence 600 sec.

L'indice de fluidité est la masse extrudée par unité de temps, indiquée en g/10 min.

III.3.2.2. Test de densité

La densité ou la masse volumique des échantillons est déterminée en utilisant une balance hydrostatique. Cette balance permet de déterminer la masse de l'échantillon dans l'air et dans un liquide auxiliaire comme l'éthanol. En connaissant la masse volumique de l'air et celle du liquide auxiliaire.

Pour mesurer la densité de nos matériaux, nous avons effectué les étapes suivantes:

- L'éprouvette doit d'abord être pesée dans l'air.
- Elle doit ensuite être fixée à un crochet approprié et le crochet avec l'éprouvette, doit être suspendue dans la balance.
- Puis l'éprouvette doit être immergée dans de l'éthanol.
- On doit faire attention à ce que l'éprouvette soit totalement recouverte par le liquide.
- La masse de l'éprouvette doit être comprise $1 < m < 5$ kg.

On calcule la masse volumique selon la formule suivante :

$$\rho = \frac{A}{A-B} (\rho_0 - \rho_L) + \rho_L \quad (\text{III.2})$$

Sachant que:

ρ est la masse volumique de l'échantillon.

ρ_0 est la masse volumique de l'air qui est égale à 0,0012 g/cm³.

ρ_L est la masse volumique du liquide auxiliaire utilisé.

A est le poids de l'échantillon dans l'air.

B est le poids de l'échantillon dans le liquide auxiliaire.



Figure III.10. Densimètre

III.3.3. Caractérisation mécanique

III.3.3.1. Essai de traction

L'essai de traction c'est le plus fréquemment utilisé afin de déterminer le comportement mécanique d'un matériau. Des éprouvettes sous forme d'haltères sont testées à l'aide d'une machine de traction de type WANCE (figure III.11), est une machine de haute technologie avec haute précision pilotée par un micro-ordinateur, selon la norme ISO 527, à la température ambiante et avec une vitesse de déplacement de 20 mm/min.

On exerce une force de traction sur un barreau de dimension standardisée, jusqu'à sa rupture, en suivant un processus de mise en charge à une vitesse de déformation constante.

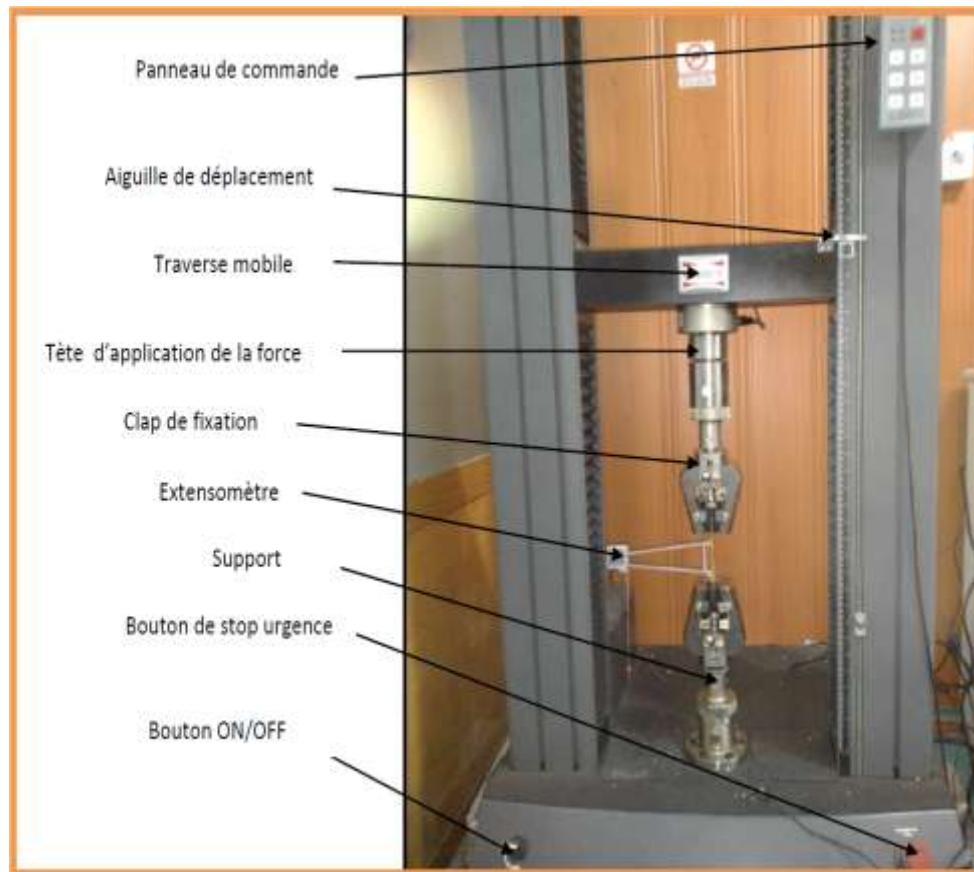


Figure III.11. Machine de l'essai de traction du type WANCE

Le test mécanique nous permet de mesurer la contrainte à la rupture (σ_r), l'allongement à la rupture (ε_r), le module d'Young (E), la résistance à la traction R_m , la limite d'élasticité R_e et coefficient de poisson [7].

a/ Contrainte

$$\sigma = \frac{F}{S} \quad (\text{III.3})$$

σ : Contrainte (MPa)

F : Force (N)

S : Section (mm^2).

La section est mesurée à partir des démentions de l'éprouvette (épaisseur et largeur).

b/ Allongement

$$\varepsilon = \frac{L-L_0}{L_0} \quad (\text{III.4})$$

L_0 et L sont respectivement, la longueur initiale et finale (mm) de l'éprouvette.

ε : Allongement ou déformation de l'éprouvette (sans unité)

c/ Module d'Young ou module d'élasticité

Le module d'Young, ou module d'élasticité longitudinale, E est le module tangent déterminé, à partir de la tangente à l'origine de la courbe contrainte-déformation, exprimé en (MPa) ou en (GPa).

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} \quad (\text{III.5})$$

$$R_e = \frac{F}{S} \quad (\text{III.6})$$

- R_e ou σ_e : La limite d'élasticité,

$$R_m = \frac{F_m}{S} \quad (\text{III.7})$$

- La résistance à la traction R_m ou σ_m , qui définit la limite à la rupture
- L'allongement à la rupture A , qui mesure la capacité d'un matériau à s'allonger sous charge avant sa rupture, propriété intéressante dans certaines applications.
- Le coefficient de Poisson, qui chiffre la variation de volume induite par la déformation des matériaux dans le domaine élastique.

d/ Diagramme contrainte-déformation en traction d'une éprouvette en plastique

L'application d'une force provoque initialement une déformation élastique de l'éprouvette. Cela se traduit sur le diagramme par une droite car la déformation est proportionnelle à la contrainte (loi de HOOKE). On calcule le module d'élasticité sur la première phase de la courbe expérimentale (phase élastique) (figure III.12).

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon}$$

Cette déformation élastique est réversible. Si la contrainte est annulée, l'éprouvette revient instantanément à sa forme initiale. Cette déformation élastique est suivie d'une déformation irréversible (permanente) appelée déformation plastique, qui se traduit sur le diagramme par une courbe qui se termine au moment de la rupture de l'éprouvette.



Figure III.12. Diagramme contrainte-déformation en traction d'une éprouvette en plastique [8].

Les différentes propriétés des comportements mécaniques sont présentées sur la figure III.13.

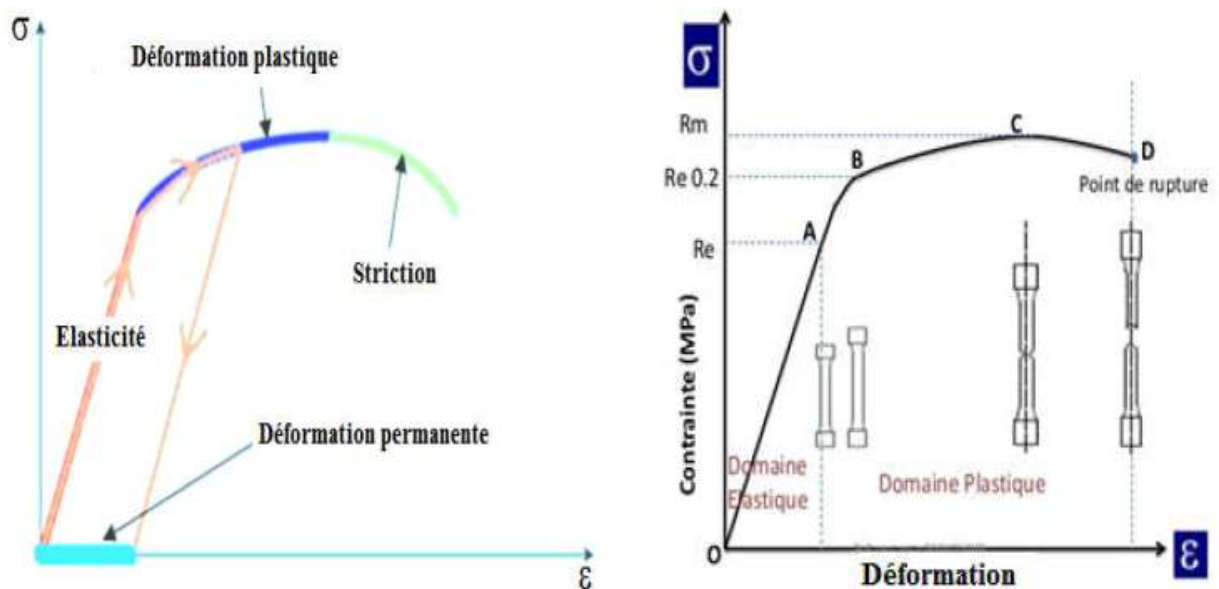


Figure III.13. Les différents comportements mécaniques d'un polymère lors du l'essai de la traction.

On observe les phases successives suivantes [9]:

Zone OA: domaine des déformations élastiques ou réversibles (zone parfois linéaire) si l'on cesse la charge, l'éprouvette retrouve ses dimensions initiales.

Zone AB: la déformation n'est plus complètement réversible. La déformation est plastique (ou permanente) homogène; appelée aussi déformation plastique répartie. Les allongements croissent plus vite que les charges. L'allongement a lieu avec une diminution régulière de la section tout au long de l'éprouvette.

Zone BC: la déformation plastique se localise dans une petite portion de l'éprouvette et n'est plus homogène, c'est la striction on aboutit à la rupture en C.

e/ Dimensionnement de l'éprouvette

L'éprouvette d'essai est prélevée dans le matériau a caractérisé et usiné à des dimensions normalisées, afin d'assurer une meilleure comparaison des essais effectués dans différents laboratoires.

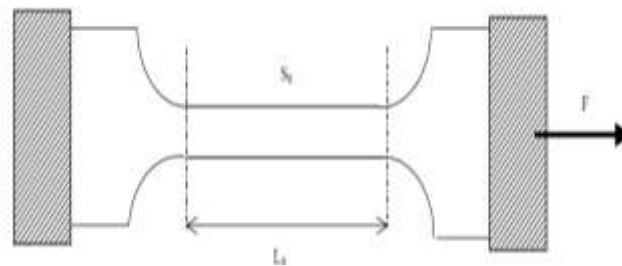


Figure III.14. L'éprouvette obtenue par découpage.

L_0 : longueur utile initiale de l'éprouvette.

S_0 : section initiale de l'éprouvette $S_0 = 8,26 \text{ mm}^2$

L : longueur utile de l'éprouvette (fonction de l'effort exercé).

F : force appliquée à l'extrémité de l'éprouvette.

L'essai est réalisé sur une éprouvette «plate sous forme d'haltère» en plastique (polypropylène + fibre de verre) à dimension (une épaisseur $e = 2,95 \text{ mm}$, une longueur $L_0 = 80 \text{ mm}$, et une largeur $l = 20 \text{ mm}$) (figure III.14).

Les différentes éprouvettes obtenues des différents matériaux sont présentées sur la figure III.15.

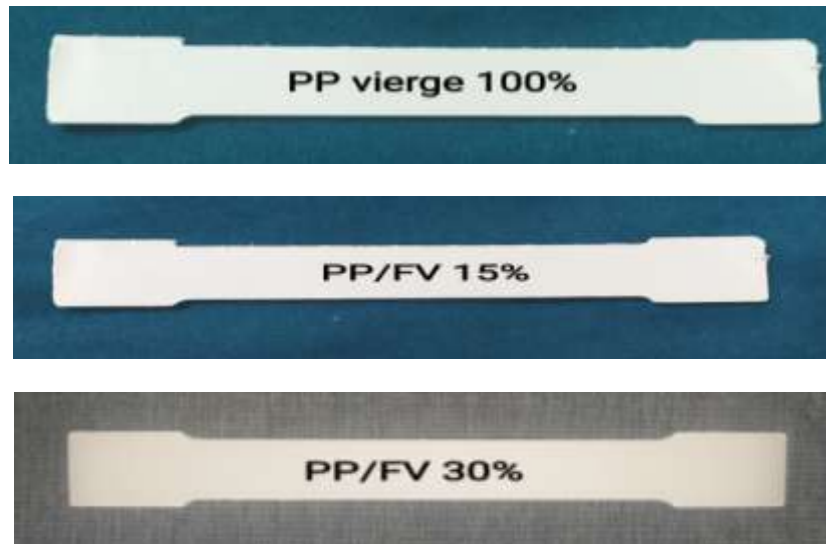


Figure III.15. Les différentes éprouvettes PP+FV

III.4. Caractérisation colorimétrique

La couleur et la brillance jouent un rôle prépondérant dans l'apparence d'un objet. Deux échantillons de même couleur, mais d'une brillance différente, ne vont pas être perçus de la même manière: la surface brillante paraît plus sombre et plus saturée. Pour parvenir à une apparence uniforme, il est donc nécessaire de contrôler ces deux effets. Le spectro-guide est le seul spectrophotomètre qui mesure en même temps la couleur et la brillance d'un matériau. Cela permet d'identifier clairement l'origine des différences d'aspect en toute situation. Les conditions de mesures de colorimétrie (45/0 ou sphère) et de brillance à 60° sont affichées simultanément [10] (figure III.16).



Figure III.16. Spectro colorimètre type spectro guide de BYK

La couleur du matériau est définie, par un spectrophotomètre de modèle BYK, par trois paramètres: L^* , a^* et b^* correspondant respectivement à la luminance (caractère plus ou moins clair de la couleur). Ces paramètres ont été mesurés par un spectromètre en surface du matériau au cours du vieillissement thermique. On définit ainsi les variations de ces trois paramètres : ΔL^* , Δa^* , Δb^* , comme étant la différence entre la valeur à un temps donné et la valeur initiale de L^* , a^* et b^* respectivement. On exprime la variation totale de couleur par ΔE^* définit comme suit :

L'évaluation d'une couleur est bien plus qu'une expression numérique. Le plus souvent c'est une évaluation de la différence de couleur (Δ) par rapport à un standard connu. Les systèmes utilisés **CIELAB** et **CIELAH**.

Avec :

CIE désigne la Commission Internationale de l'Eclairage.

LAB ($L^*a^*b^*$) et LAH ($L^*C^*h^*$) sont utilisés pour déterminer la couleur et la brillance des composites préparés à base de polypropylène chargé avec la fibre de verre.

Les expressions de ces différences de couleur sont ΔL^* , Δa^* , Δb^* ou ΔL^* ΔC^* ΔH^* .

Étant donné ΔL^* , Δa^* et Δb^* , ou ΔL^* , ΔC^* et ΔH^* sont la différence totale ou distance sur le diagramme CIELAB peut être exprimée sous forme d'une valeur unique, appelée ΔE^* .

Donc :

ΔL^* : différence de luminosité/assombrissement (+ = plus clair - = plus sombre)

Δa^* : différence sur l'axe rouge/vert (+ = plus rouge - = plus vert)

Δb^* : différence sur l'axe jaune/bleu (+ = plus jaune - = plus bleu)

ΔC^* : différence de saturation (+ = plus éclatant - = plus terne)

ΔH^* : différence de teinte

ΔE^* : valeur totale de différence de couleur

La coloration a été déterminée par rapport au polypropylène vierge présenté comme référence comme illustre la figure III.17.

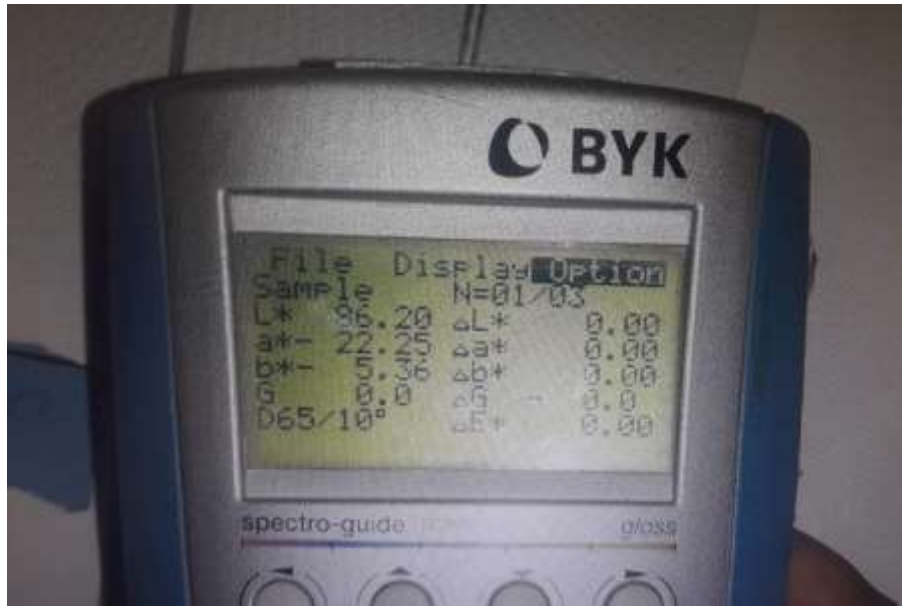


Figure III.17. Appareil spectro-guide

Pour obtenir ce qui est prévu de cette technique nous avons suivi les étapes suivantes :

- Positionné l'appareil de test colorimétrique (spectro-guide) sur l'échantillon de PP vierge.
- Appuie sur le bouton standard.
- Automatiquement l'appareil prend sa valeur comme référence.
- Nous prenons l'appareil à nouveau sur les échantillons étudiés.
- On note les résultats de ΔE^* (ΔE^* est la valeur totale de différence de couleur).

$$\Delta E^* = ((\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2)^{1/2} \quad (\text{III. 8})$$

Conclusion

Après le choix de la matière première, qui est le polypropylène qu'on a chargé avec différentes charges tel que la fibre de verre, l'extrusion puis l'injection des mélanges nous a permis d'avoir des éprouvettes normalisées que nous avons soumis à la caractérisation par les différentes techniques, nous permuterons d'analyser le comportement mécanique du polypropylène après les différentes charges que nous lui avons introduit, de cette caractérisation découlera un nombre de résultat à analyser.

Références Bibliographiques

- [1] R. B. Lieberman, P. C. Barbe. « Propylene Polymers », In: Encyclopedia of Polymer Science and Engineering, Wiley & Sons, New York, **1986**.
- [2] A. J. Peacock. « Handbook Of Polyethylene: Structures, Properties and Applications», Marcel. Dekker, New York, **2001**.
- [3] S.Fuzessery. « Polypropylène », Techniques de l'ingénieur, Paris, **1991**.
- [4] https://fr.wikipedia.org/wiki/Fibre_de_verre
- [5] J. D. Schuttlefield, V. H. Grassian, ATR–FTIR Spectroscopy in the Undergraduate Chemistry Laboratory: Part I: Fundamentals and Examples, Journal of Chemical Education, 85, 279-281, **2008**.
- [6] "Plastiques - Détermination de l'indice de fluidité à chaud des thermoplastiques, en masse (MFR) et en volume (MVR)" ISO 1133:**2005**
- [7] D. William, Jr. Callister, Science et Génie des matériaux, Modulo éditeur, **2001**.
- [8] Essais mécanique et lois de comportement /Dominique François Paris :Hermesscience publication, **2001**,
- [9] <https://fr.wikipedia.org/wiki/Essai-de-traction>.
- [10]H. Boulahia, Etude du comportement physico-mécanique de nouveaux bio composites poudre de liège – PVC, Thèse de Doctorat LMD, Université Boumerdes, **2016**.

Chapitre IV

Résultats et discussions

Introduction

Dans le présent chapitre, nous rapportons l'ensemble des résultats et discussions des différentes méthodes de caractérisations de composite du polypropylène renforcé par la fibre de verre. Les composites ont été caractérisés par différentes méthodes : spectroscopie infrarouge en mode ATR, test mécanique par l'essai de traction, test rhéologique par l'indice de fluidité, test de la densité et test colorimétrique.

Résultats de tests de caractérisations

IV.1 Spectroscopie infra rouge IR

La figure IV.1 présente le spectre FTIR du polypropylène vierge.

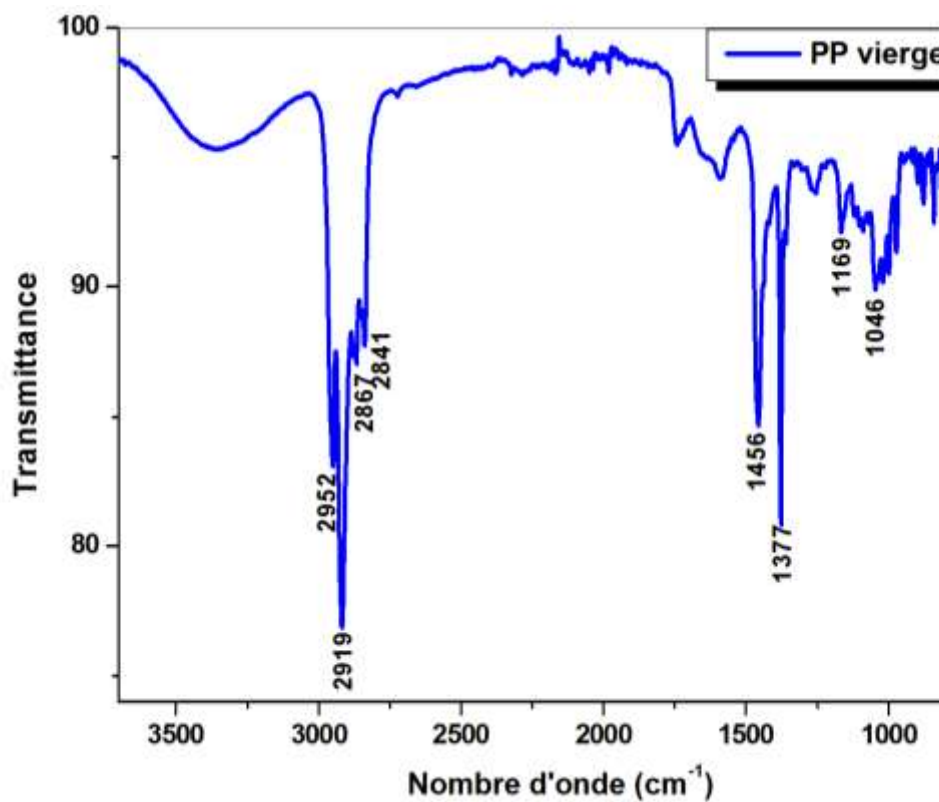


Figure IV.1. Spectre FTIR en mode ATR du PP vierge

En se basant sur les tables de données spectroscopiques [1-2], nous avons fait les attributions suivantes:

Les résultats de la caractérisation par spectroscopie infrarouge du polypropylène vierge sont regroupés dans le tableau IV.1.1 l'attribution des bandes caractéristiques ainsi la nature de vibration seront données.

Tableau IV.1. Principales bandes d'absorption infra rouge du polypropylène.

Nombre d'onde (cm^{-1})	Attribution	Nature
2952	Bande caractéristique du groupement méthyle CH_3	Elongation asymétrique
2919	Bande caractéristique du groupement méthylique CH et CH_2	Elongation asymétrique
2867	Bande caractéristique du groupement méthyle CH_3	Elongation symétrique
2841	Bande caractéristique du groupement méthylique CH_2	Elongation symétrique
1456	Bande caractéristique du groupement méthylique CH et CH_2	Déformation dans le plan
1377	Bande caractéristique du groupement méthyle CH_3	Déformation symétrique
1169	Bande caractéristique de la liaison C-C	Elongation
1046	Bande caractéristique du groupement - CH_2	Balancement

- Les bandes d'absorption caractéristique entre $2952\text{-}2919\text{ cm}^{-1}$ sont dues aux vibrations d'élongation symétrique et asymétrique de la liaison C-H du groupement méthyle.
- Les bandes d'absorption caractéristique dans l'intervalle compris entre 2876 et 2841cm^{-1} sont dues aux vibrations d'élongation des liaisons C-H symétrique et asymétrique et suggèrent la présence de structure aliphatique $-\text{CH}_2$ et CH_3 .
- Le pic 1456 cm^{-1} est généralement attribué aux vibrations de la déformation symétrique correspond à la liaison C-H du groupement $-\text{CH}_2$
- La bande d'absorption 1376 cm^{-1} est due aux vibrations d'élongation de la déformation CH_3 symétrique.
- Les bandes d'absorption autour 1046 cm^{-1} est caractéristique des vibrations de déformation par balancement des C-H des groupements $(\text{CH}_2)_n$, quand n est supérieur à 4.

Les figures IV.2 Et IV.3 illustrent les spectres FTIR des matériaux composites le PP (85%)/FV (15%) et le PP (70%)/FV (30%) respectivement.

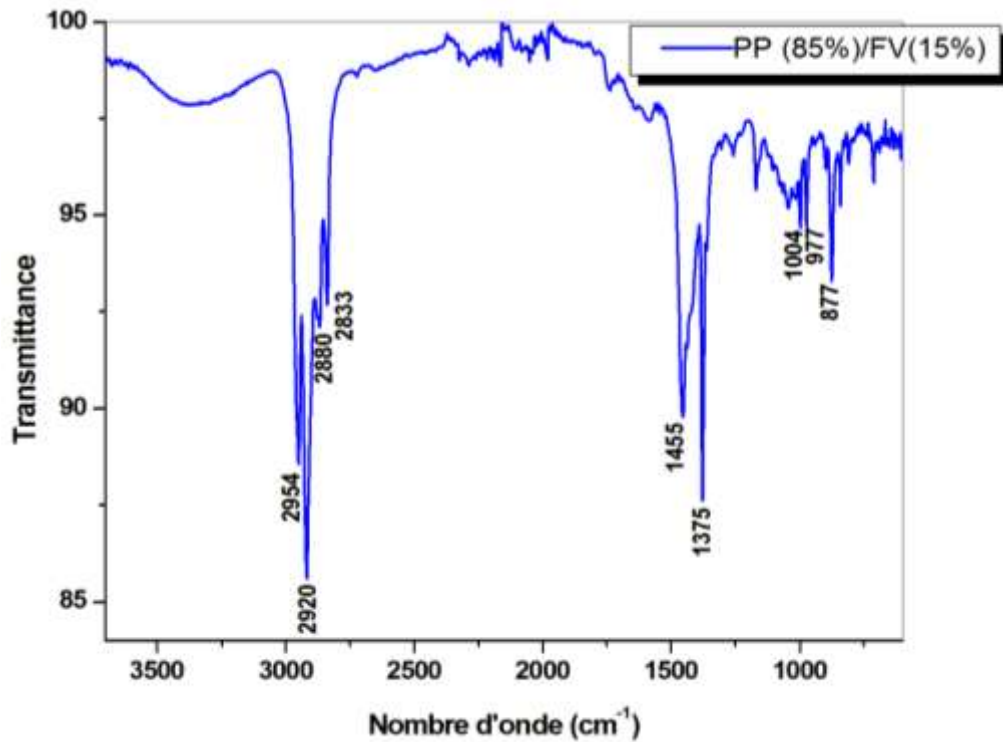


Figure IV.2. Spectre FTIR en mode ATR du PP (85%)/FV (15%).

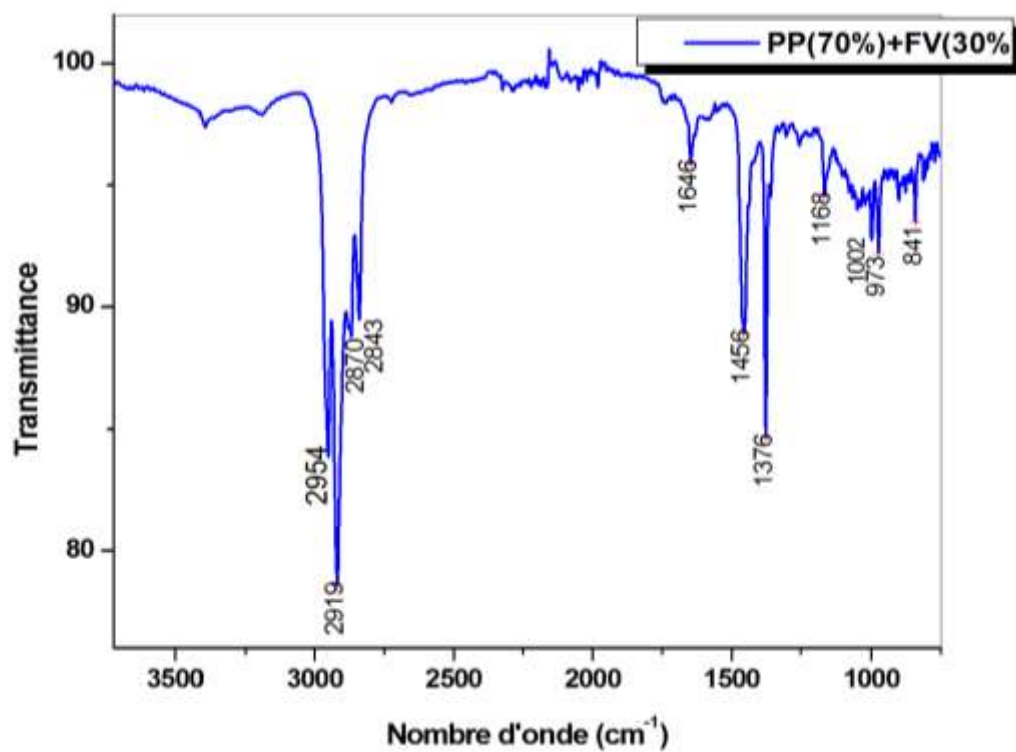


Figure IV.3. Spectre FTIR en mode ATR du PP (70%)/ FV (30%).

Les attributions de composite renforcé par la fibre de verre le PP (85%)/FV (15%) sont regroupées dans le tableau IV.1.2.

Tableau IV.2. Les attributions de composite renforcé par la fibre de verre le PP (85%)/FV (15%).

Nombre d'onde (cm ⁻¹)	Attribution	Nature
2954	Bande caractéristique du groupement méthyle CH ₃	Elongation asymétrique
2920	Bande caractéristique du groupement méthylique CH et CH ₂	Elongation asymétrique
2880	Bande caractéristique du groupement méthyle CH ₃	Elongation symétrique
2833	Bande caractéristique du groupement méthylique CH et CH ₂	Elongation symétrique
1455	Bande caractéristique du groupement méthylique CH et CH ₂	Déformation dans le plan
1376	Bande caractéristique du groupement méthyle CH ₃	Déformation symétrique
1004-977	Pic est attribué à la liaison oxygène-silicium dans le groupe Si-O-Si de la fibre de verre	Elongation
877	Bande est attribué a la liaison Si-O-C de la fibre de verre	Elongation

Les attributions du matériau composite renforcé par la fibre de verre le PP (70%)/ FV (30%) sont regroupées dans le tableau IV.3.

Tableau IV.3. Les attributions du matériau composite renforcé par la fibre de verre le PP (70%)/ FV (30%).

Nombre d'onde (cm ⁻¹)	Attribution	Nature
2954	Bande caractéristique du groupement méthyle CH ₃	Elongation asymétrique
2019	Bande caractéristique du groupement méthylique CH et CH ₂	Elongation asymétrique
2870	Bande caractéristique du groupement méthyle CH ₃	Elongation symétrique
2843	Bande caractéristique du groupement méthylique CH et CH ₂	Elongation symétrique
1456	Bande caractéristique du groupement méthylique CH et CH ₂	Déformation
1375	Bande caractéristique du groupement méthyle CH ₃	Déformation
1002-973	Pic est attribué à la liaison oxygène-silicium dans le groupe Si-O-Si de la fibre de verre	Elongation
841	Bande est attribué a la liaison Si-O-C de la fibre de verre	Elongation

La figure IV.4. Représente la superposition des spectres FTIR des différents matériaux étudiés PP vierge, PP 70%/ FV 30% et PP (85%)/ FV (15%).

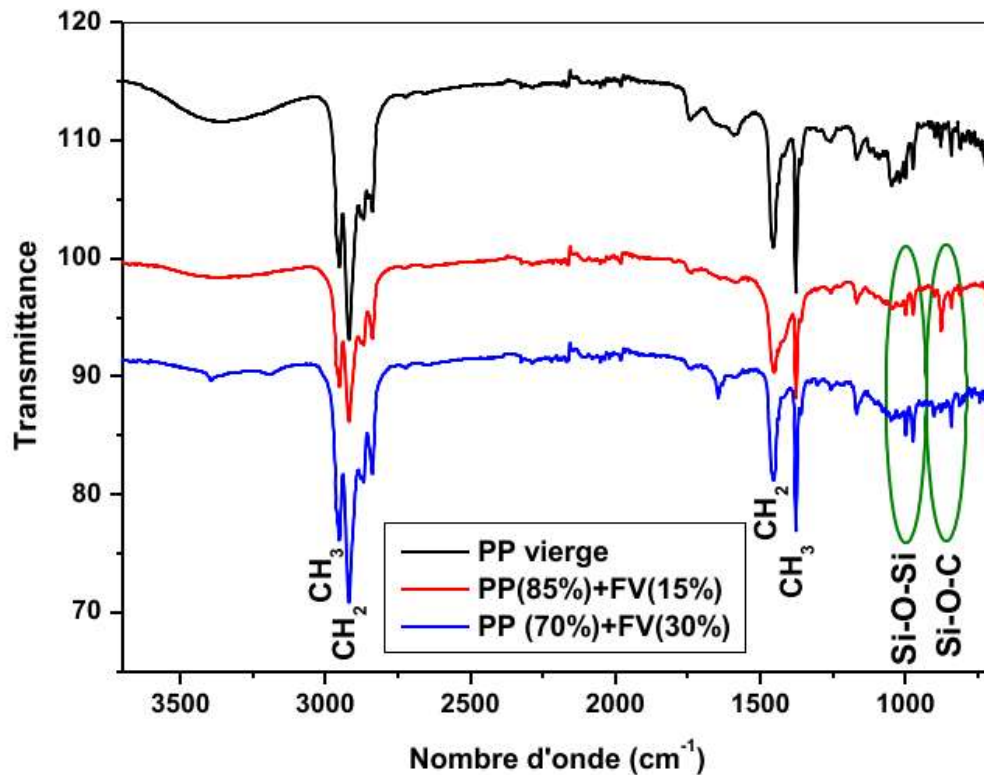


Figure IV.4. Spectres FTIR superposés des différents matériaux étudiés.

Nous constatons l'apparition des bandes correspondent aux liaisons Si-O-Si et la liaison Si-O-C à environ $1002-841\text{cm}^{-1}$ confirmant ainsi la présence de la fibre de verre.

IV.2. Caractérisation rhéologique- Indice de fluidité

Les résultats obtenus de l'indice de fluidité des différentes formulations sont reportés dans le tableau IV.4.

Tableau IV.4. Variations de l'indice de fluidité de différents matériaux.

Matériaux	Indice de fluidité (g / 10min)
PP vierge	6,8
PP (85%)+ fibre de verre (15%)	5,06
PP (70%)+ fibre de verre (30%)	3,84

L'indice de fluidité peut aussi nous renseigner sur la viscosité d'un matériau. D'après les résultats de l'indice de fluidité, nous remarquons clairement que PP vierge à la valeur la plus élevée qui peut s'expliquer par sa grande masse macromoléculaire, qui est à l'origine de diminution de la viscosité du matériau. Cependant, nous constatons qu'en augmentant le taux de fibre de verre 30%, une diminution significative de l'indice de fluidité des composites est notée. Ceci peut être dû au fait que la possibilité d'enchevêtrements de fibre de verre s'accroît en augmentant leur taux dans le composite. Les sites engendrés par les fibres emmêlées opposent une résistance notable à l'écoulement, ce qui a été à l'origine de l'abaissement de l'indice de fluidité.

Donc, une diminution de l'indice de fluidité avec l'ajout de la charge 15% et 30% de fibre de verre engendre des matériaux avec une masse macromoléculaire basse qui a résulté une grande viscosité.

En conclusion, L'indice de fluidité plus élevée constitue des obstacles aux mouvements libres de la chaîne polymérique et empêche l'écoulement du matériau.

La figure IV.5. Présente les histogrammes de l'indice de fluidité en fonction des différentes formulations.

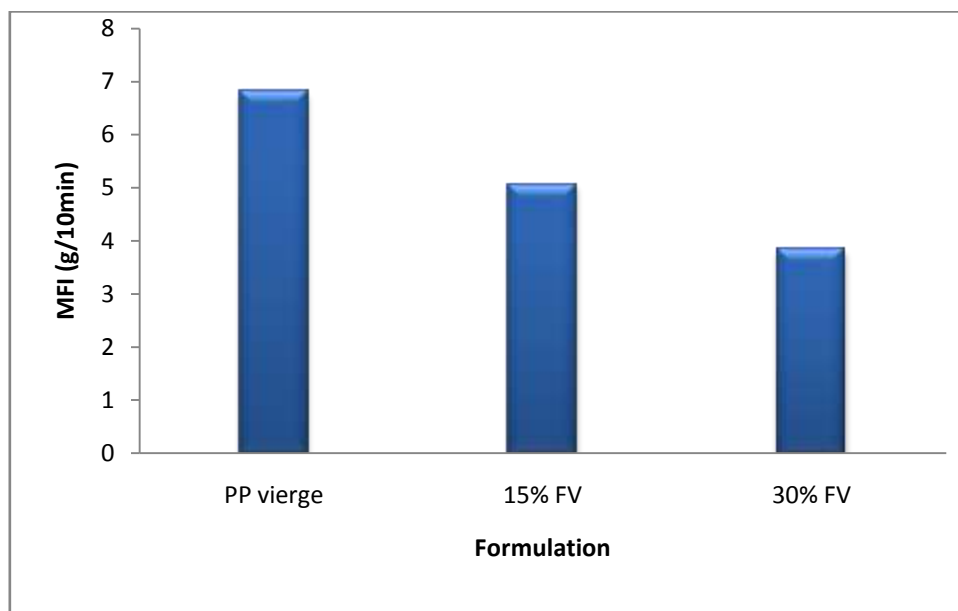


Figure IV.5. Variation de l'indice de fluidité en fonction du taux de fibre de verre.

IV.3. Mesure de la densité

Les variations de la densité des matériaux étudiés sont données dans le tableau VI.5.

Tableau IV.5. Variations de la densité de différents matériaux.

Matériaux	Densité moyenne (g /cm ³)
PP vierge	0,9
Fibre de verre	2,6
PP + 15% fibre de verre	1,112
PP + 30% fibre de verre	1,135

D'après les résultats obtenus on déduit que, le matériau composite le plus dense est le polypropylène renforcé avec les deux pourcentages 15 % ou 30% de fibre de verre, par rapport au polypropylène vierge. L'ajout de 30% de fibre de verre dans la matrice PP engendre une densité la plus élevée d'ordre de 1,135 g/cm³. La faible masse volumique du PP vierge 0,9 g/cm³ est dû au faible poids atomique des principaux atomes de leurs chaînes (principalement l'hydrogène et le carbone).

L'évolution de la densité en fonction du taux de la fibre de verre est illustrée sur la figure IV.6.

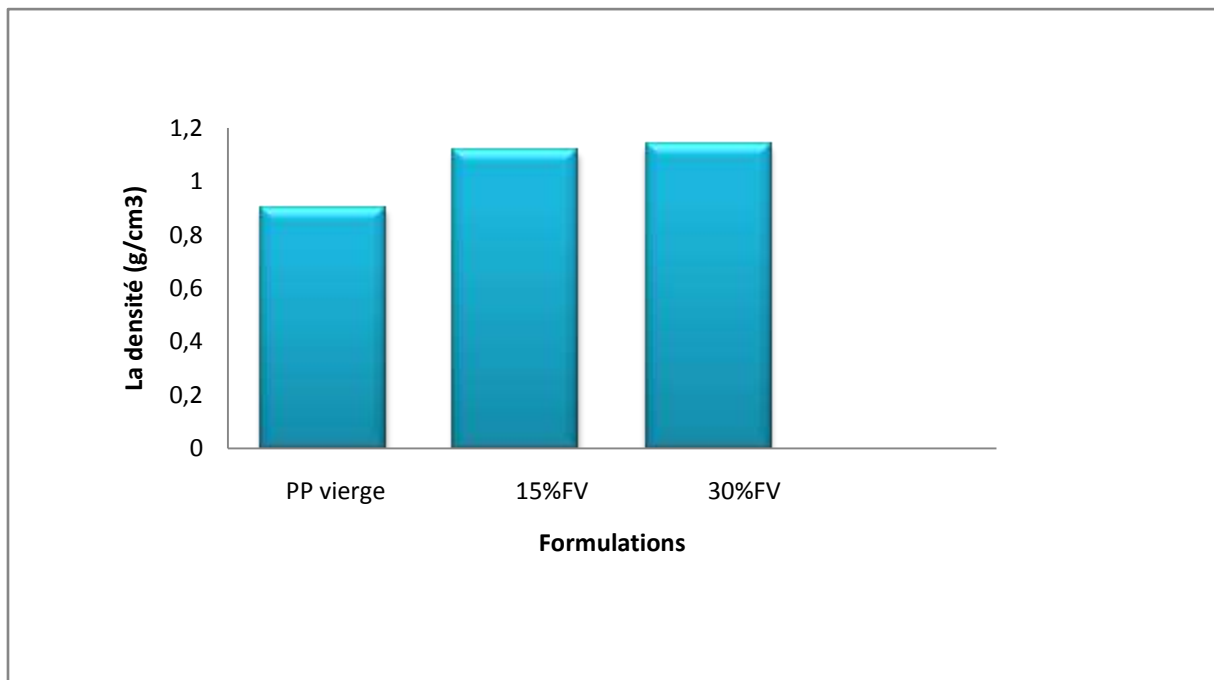


Figure IV.6. Variation de la densité en fonction du taux de fibre de verre.

IV.4. Caractérisation mécanique

IV.4.1. Essai de traction

L'essai de traction a été réalisé pour évaluer les propriétés mécaniques en présence et en absence de fibre de verre.

La figure IV.7 présente la courbe de comportement mécanique expérimental du PP vierge.

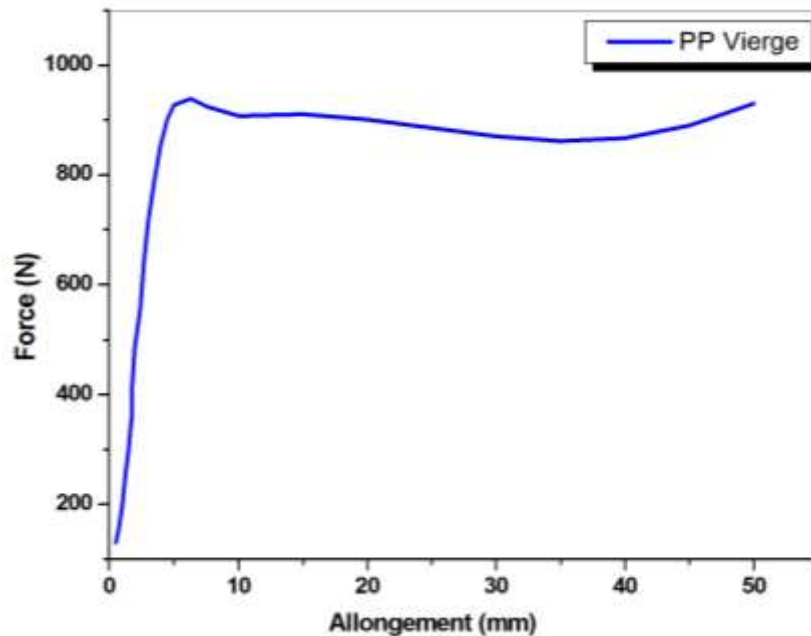


Figure IV.7. Courbe de traction du PP vierge.

Les figures IV.8 et IV.9 présentent des courbes de comportement mécanique expérimental (contrainte-déformation) des deux matériaux, l'un chargé à 15% de FV et l'autre à 30% de FV.

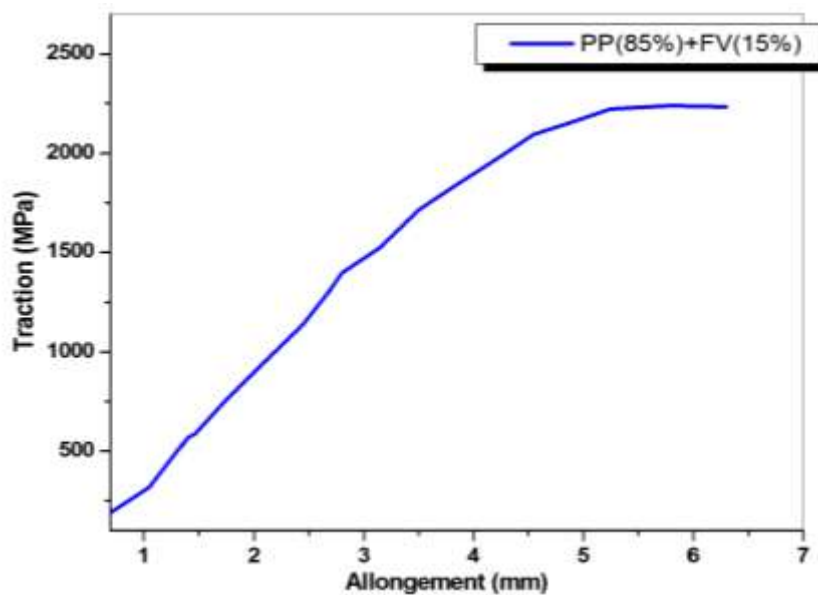


Figure IV.8. Courbe de traction du mélange PP (85%)+FV(15%).

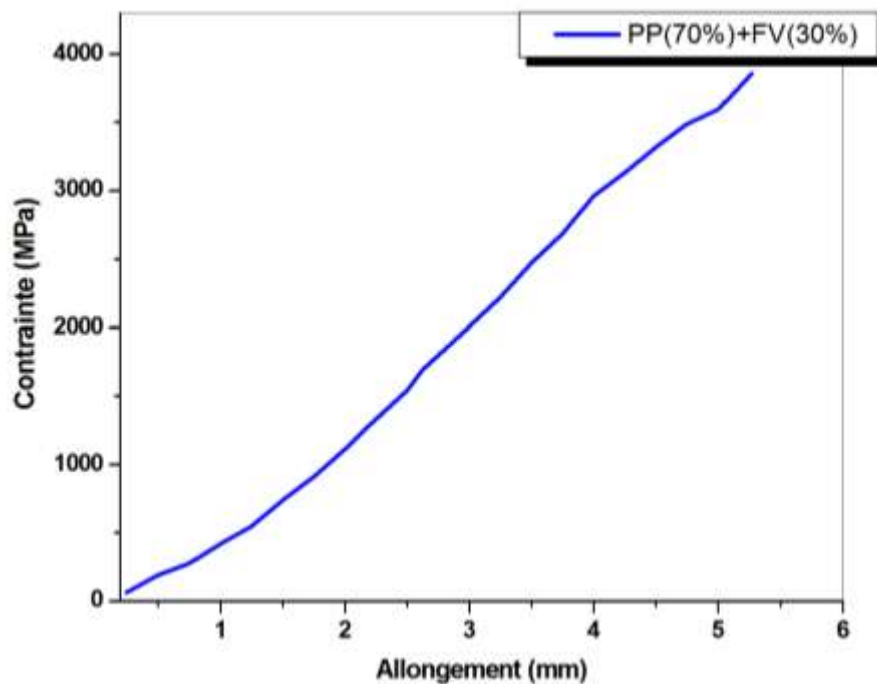


Figure IV.9 Courbe de traction du mélange PP (70%)+FV(30%).

Les courbes des composites ont un comportement élastique. Dans cette zone particulière, la contrainte est proportionnelle à la déformation avec pour coefficient de proportionnalité le module d'Young, en accord avec la loi de Hooke. Le module d'Young est alors défini comme la pente à l'origine de la courbe.

L'allure de ces courbes est la même dans les deux cas de figures IV.8 et IV.9 sauf que la pente servant à déterminer le module d'élasticité (ou le module d'Young) est légèrement plus raide dans la figure IV.8, ce qui dénote un module légèrement plus élevé. Ceci est expliqué par la différence de concentration de la fibre de verre.

Quant à comparer le comportement mécanique de ces courbes par rapport au comportement mécanique du PP vierge, on remarque qu'il y a absence d'écoulement plastique dans les matériaux chargés en fibre de verre (FV). Le module des matériaux chargés s'avère plus élevé que celui du PP vierge.

Une première phase correspondant à une augmentation linéaire de la contrainte appliquée avec la déformation (phase élastique), la raideur de cette partie de courbe permet de définir la rigidité du matériau.

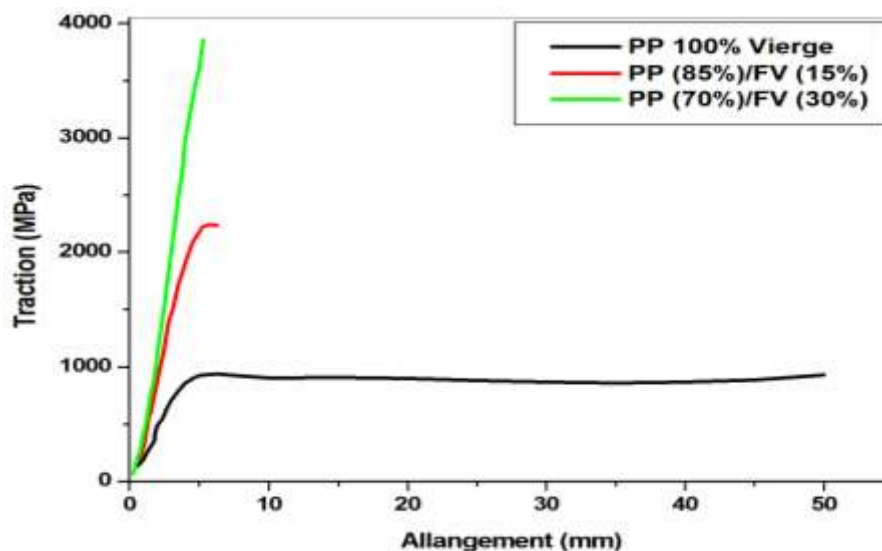
Les résultats de l'essai de traction sont regroupés dans le tableau IV.6.

Tableau IV.6. Les résultats de l'essai de traction.

Matériaux	Contrainte maximale (MPa)	Déformation maximale (mm)	Module d'Young (MPa)
PP vierge	21,8	6,30	5,30
FV	3,45	4,80	72,3
PP(85%)/FV(15 %)	38,00	5,80	10,00
PP(70%)/FV(30 %)	69,20	3,90	16,30

D'après les résultats, nous constatons que l'augmentation en teneur de fibre de verre (30%) dans la matrice PP engendre une augmentation importante de la contrainte maximale de 69,2 MPa par rapport à l'ajout de 15 % de fibre de verre 38MPa. Par contre l'ajout de 30% de fibre de verre dans la matrice PP engendre une déformation maximale la plus faible de 3,9mm. On constate aussi le raidissement de la tangente à la partie élastique qui laisse prévoir une augmentation du module d'élasticité avec une augmentation de la rigidité. Le matériau qui présente la déformation la plus élevée est le PP vierge donc est le matériau, le plus ductile.

La figure IV.10 présente la superposition des courbes de la contrainte-déformation des matériaux étudiés PP (85%) +FV (15%), PP (70%) + FV (30%) et PP vierge que nous avons étudié.

**Figure IV.10.** La variation de contrainte de traction en fonction de L'allongement

La figure IV.10 montre que l'ajout de 15 et 30% de fibres de verre au polypropylène PP engendre une diminution importante de l'allongement à la rupture et l'augmentation de la contrainte maximale. L'ajout de 15% ou 30% de fibres de verre au polypropylène PP engendre des matériaux plus rigides avec un comportement élastique.

La figure IV.11 présente un histogramme du module d'élasticité en fonction du taux de fibre de verre.

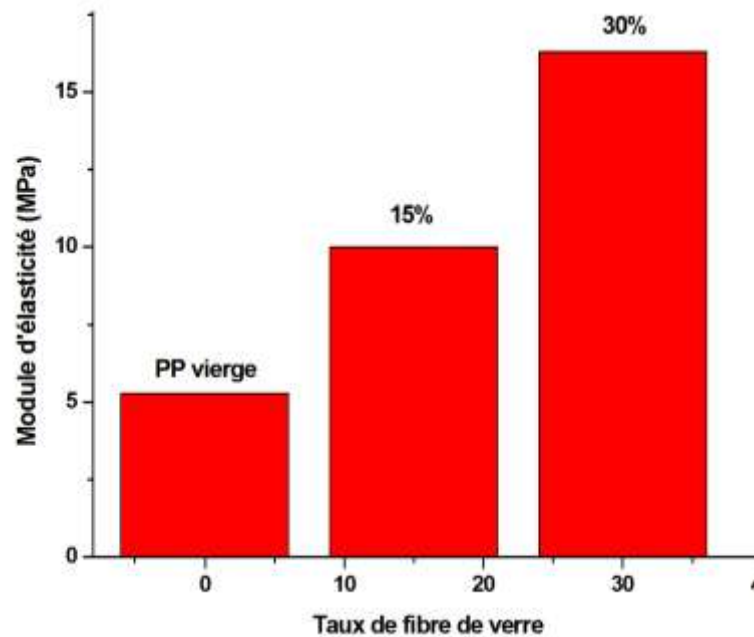


Figure IV.11. Module d'élasticité en fonction du taux de fibre de verre

La teneur en fibre de verre de 0% à 30% augmente le module d'élasticité augmente, ce qui implique la rigidité augmente.

IV.5 .Test colorimétrique

L'aspect de surface (couleur, rugosité) représente un point important pour mesurer la détérioration d'un matériau. L'esthétique doit pouvoir être garantie dans le temps, tout comme les propriétés mécaniques. Plusieurs études de la littérature se sont intéressées à l'étude des changements de couleur de différents matériaux [4-6]. Un des systèmes qui est le plus couramment employé pour décrire ces changements de couleur est le système de la Commission Internationale de l'éclairage (CIE) qui englobe les paramètres L^* , a^* et b^* , Ce système datant de 1976 est également appelé CIELAB et englobe premièrement la clarté L^* qui s'étend du noir (valeur de 0) au blanc (valeur de 100) [3]. Le paramètre a^* représente l'axe s'étirant du vert (valeur négative) au rouge (valeur positive).

La couleur du matériau est définie, dans le modèle CIE Lab, par trois paramètres : L^* , a^* et b^* correspondant respectivement à la luminance (caractère plus ou moins clair de la couleur), à la gamme de couleur allant du vert au rouge et à la gamme de couleur allant du bleu au jaune. On définit ainsi les variations de ces trois paramètres: ΔL^* , Δa^* , Δb^* , comme étant la différence entre la valeur à un temps donné et la valeur initiale de L^* , a^* et b^* respectivement. Les résultats obtenus de la variation de test de couleur des différents matériaux sont regroupés dans le tableau IV.7.

Tableau IV.7. Les résultats du test de colorimétrie

Echantillon	ΔL^*	Δa^*	Δb^*	ΔE^*	NBS
PP vierge	00	00	00	00	00
PP (85%)/FV(15%)	-15,70	-0,17	6,28	13	12
PP (70%)/ FV(30%)	-11,27	-0,51	5,92	17	16

Les résultats obtenus sont représentés sur l'afficheur d'un appareil spectro-guide BYK (figure IV.12).



Figure IV.12. Variations de couleur des différents matériaux composites de **a/** PP vierge, **b/** PP85%/FV15% et **c/** PP70%/FV 30%.

D'après les résultats des variations de couleur regroupés dans le tableau IV.7. Les valeurs de ΔL^* nous donnent l'information sur la luminosité/assombrissement des matériaux. Les deux composites ont ΔL^* négatifs, donc présentent des propriétés sombres. Notons que, le matériau PP (85%)/FV(15%) $\Delta L^* = -15,70$ est plus sombre par rapport au matériau PP (70%)/ FV(30%) $\Delta L^* = -11,27$.

On constate que les variations de couleur de Δb^* trouvé sur l'axe jaune/bleu des matériaux composites étudiée (polypropylène renforcé avec la fibre de verre 15 % et 30 %). Le paramètre Δb^* , quant à lui, des données allant du bleu (valeur négative) au jaune (valeur positive)[4-5]. Les valeurs de Δb^* des composites étudiés sont positives donc la couleur bleue est prédominante. D'après les valeurs des variations de couleur des matériaux de Δa^* sont sur l'axe rouge/vert. Le paramètre Δa^* représente l'axe s'étirant du vert (valeur négative) au rouge (valeur positive) et comme les valeurs trouvées pour les matériaux réalisés renforcés par la fibre de verre (15% et 30%) sont négatives, donc la couleur verte est prédominante. Le changement de couleur est exprimé par la variation totale de couleur ΔE^* est souvent calculé via l'équation suivante :

$$\Delta E^* = \sqrt{(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2}$$

Le ΔE^* correspond donc à la formule mathématique nous permettant d'obtenir une représentation quantitative d'une différence de teinte entre deux échantillons colorés sous des conditions expérimentales déterminées [6]. Cela correspond donc à une distance euclidienne, c'est-à-dire la distance qui relie deux points dans un espace multidimensionnel.

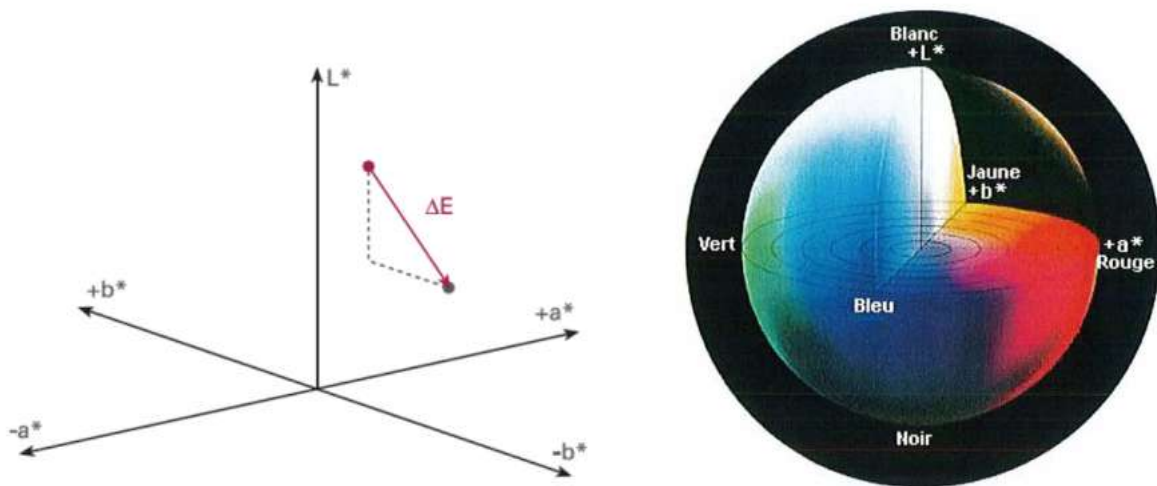


Figure IV.13. Représentation en 3D de l'espace colorimétrique L^* , a^* et b^* [8,9].

Ces valeurs de delta E peuvent ensuite être converties en unités du National bureau of standards (NBS) en employant la formule suivante (3,7) :

$$\text{NBS} = \Delta E^* \times 0,92$$

Ces valeurs permettent de mieux décrire au niveau clinique les degrés de couleurs perceptibles visuellement. Il est possible de se référer au tableau IV.8 pour interpréter les valeurs obtenues.

Tableau IV.8. Les variations de delta E (NBS) et signification du changement de couleur [9].

Delta E	Signification du changement de couleur
0-1	Changement extrêmement léger, une différence normalement invisible (trace)
1-2	Changement léger
2 - 3.5	Changement notable, qui peut être observé
3,5-5	Changement appréciable, qui est marqué
>6	Changement important et très important, qui correspond à un changement de couleur.

En conclusion, les valeurs de ΔE^* des deux formulations le polypropylène renforcé avec la fibre de verre 15 % et 30 % sont d'ordre de 12 et 16 respectivement. Ces valeurs nous informent que les matériaux étudiés ont un changement de couleur très important. Le PP vierge sans renfort est le matériau plus clair.

Références Bibliographiques

- [1] J.D. Schuttlefield, V. H. Grassian, ATR–FTIR Spectroscopy in the Undergraduate Chemistry Laboratory: Part I: Fundamentals and Examples, *Journal of Chemical Education*, 85, 279, **2008**.
- [2] R. M. Silverstein, G. C. Bassler, T. C. Morrill; *Spectrometric Identification of Organic Compounds*, fifth edition, John Wiley & sons, **1991**.
- [3] Liu CL, Sun WT, Liao W, Lu WX, Li QW, Jeong Y, et al. Colour stabilities of three types of orthodontic clear aligners exposed to staining agents. *Int J Oral Sci*.8 (4):246, **2016**.
- [4] Wasilewski Mde S, Takahashi MK, Kirsten GA, de Souza EM. Effect of cigarette smoke and whiskey on the color stability of dental composites. *Am J Dent*.23 (1):4, **2010**.
- [5] Karakoca Nemli S, Bankoglu Gungor M, Bagkur M, Turhan Bal B, Kasko Arici Y. In vitro evaluation of color and translucency reproduction of maxillofacial prostheses using a computerized system. *The journal of advanced prosthodontics*.10 (6):422, **2018**.
- [6] Photoshop Buzz. What Is Lab Color? -Photoshop Colour Mode. <http://www.photoshopbuzz.com/what-is-lab-color-photoshop/>, 2017.
- [7] Perez Mdel M, Saleh A, Yebra A, Pulgar R. Study of the variation between CIELAB delta E* and CIEDE2000 color-differences of resin composites. *Dent Mater J*. 26(1):21, **2007**.
- [8] Delta E, Delta H, Delta T: What does it mean?
- [9] <http://www4.konicaminolta.eu/pcc/frlpart1/06.html>

Conclusion générale

Au cours de ce travail nous avons réalisé une étude sur l'élaboration et la caractérisation de composites à matrice de polypropylène avec un taux de charge de 15% ou 30 % de fibres de verre. L'injection des mélanges nous a permis d'avoir des éprouvettes normalisées que nous avons soumis à la caractérisation par les différentes techniques: une étude structurale par FTIR, les propriétés mécaniques, les propriétés rhéologiques, les propriétés physiques et colorimétrique des composites.

Au terme de cette étude, on peut conclure que le procédé de transformation et la composition du mélange influent sur les propriétés du produit fini, en effet les résultats ont montré:

- L'analyse par spectroscopie IRTF des échantillons composites a permis l'apparition des bandes correspondent aux liaisons Si-O-Si et la liaison Si-O-C à environ $1002-841\text{cm}^{-1}$ confirmant ainsi la présence de la fibre de verre.
- L'indice de fluidité diminué avec l'ajout de la charge 15% et 30% de fibre de verre engendre des matériaux avec une masse macromoléculaire basse qui a résulté une grande viscosité.
- Le matériau composite le plus dense est le polypropylène renforcé avec les deux pourcentages 15 % et 30% de fibre de verre, par rapport au polypropylène vierge. L'ajout de 30% de fibre de verre dans la matrice PP engendre une densité la plus élevée.
- La caractérisation mécanique des échantillons a montré que les composites renforcés par la fibre de verre engendrent une diminution importante de la ductilité et une augmentation de la rigidité. Nous avons aussi montré que la fibre de verre engendre l'augmentation du module d'élasticité. L'addition de la fibre de verre provoque une amélioration de la contrainte maximale par rapport au polypropylène vierge.
- Les valeurs de ΔE^* des deux formulations le polypropylène renforcé avec la fibre de verre 15 % et 30 % sont d'ordre de 12 et 16 respectivement. Ces valeurs nous informent que les matériaux étudiés ont un changement de couleur très important. Le PP vierge sans renfort est le matériau le plus clair.

En perspectives

Effectuer d'autres méthodes de caractérisations par exemple la fluorescence X pour déterminer la composition exacte des composites, de faire la microscopie à balayage pour confirmer les morphologies et la dispersion des fibres de verre ainsi une étude de vieillissement des composites.

Résumé

Cette étude porte sur l'élaboration et la caractérisation de composites à matrice polypropylène chargé de 15% ou 30 % de fibre de verre. L'injection des mélanges nous a permis d'avoir des éprouvettes normalisées que nous avons soumis à la caractérisation par les différentes techniques: une étude structurale par FTIR, les propriétés mécaniques, les propriétés rhéologiques, les propriétés physiques et colorimétrique des composites. L'indice de fluidité diminué avec l'ajout de la charge 15% et 30% de fibre de verre engendre des matériaux avec une masse macromoléculaire basse qui a résulté une grande viscosité. Le matériau composite le plus dense est le polypropylène renforcé avec les deux pourcentages 15 % ou 30% de fibre de verre, par rapport au polypropylène vierge. La caractérisation mécanique des échantillons a montré que les composites renforcées par la fibre de verre engendre l'augmentation du module d'élasticité. L'étude de la coloration des composites des deux formulations 15 % et 30 % de fibre de verre que les valeurs de ΔE^* est d'ordre de 12 et 16 respectivement. Ces résultats nous informent que les matériaux étudiés ont un changement de couleur très important. Le PP vierge sans renfort est le matériau le plus clair.

Mots clés: Polypropylène, fibre de verre, plastique, matrice.

Abstract

This study concerns the development and characterization of composites with a polypropylene matrix reinforced with 15% or 30% of glass fiber. The injection of the mixtures allowed us to have standardized test specimens that we subjected to characterization by the various techniques: a structural study by FTIR, mechanical properties, rheological properties, physical properties and colorimetric properties of the composites. The decreased melt index with the addition of the 15% and 30% of glass fiber resulted in materials with low macromolecular weight which resulted in high viscosity. The densest composite material is polypropylene reinforced with either 15% or 30% of glass fiber, compared to virgin polypropylene. The mechanical characterization of the samples showed that the glass fiber reinforced composites resulted in an increase in the modulus of elasticity. The study of the coloring of the composites of the two formulations 15% and 30% of glass fiber that the values of ΔE^* are the order of 12 and 16 respectively. These results inform us that the materials studied have a very significant color change. The virgin PP without reinforcement is the lightest material.

Keywords: Polypropylene, glass fiber, plastic, matrix.

ملخص

تتعلق هذه الدراسة بتطوير وتوصيف المركبات باستخدام مصفوفة بولي بروبيلين مقواة بنسبة 15% أو 30% من الألياف الزجاجية سمح لنا حقن المخاليط بالحصول على عينات اختبار معيارية خضناها للتوصيف من خلال التقنيات المختلفة: دراسة هيكلية بواسطة FTIR ، الخواص الميكانيكية ، الخواص الريولوجية ، الخواص الفيزيائية والخصائص اللونية للمركبات. أدى انخفاض معامل الذوبان بإضافة 15% و 30% من الألياف الزجاجية إلى مواد ذات وزن جزيئي منخفض مما أدى إلى لزوجة عالية. أكثر المواد المركبة كثافة هي مادة البولي بروبيلين المقواة بنسبة 15% أو 30% من الألياف الزجاجية ، مقارنة بالبولي بروبيلين البكر. أظهر التوصيف الميكانيكي للعينات أن المركبات المقواة بالألياف الزجاجية أدت إلى زيادة معامل المرونة. أما دراسة تلوين المركبين من الصيغتين 15% و 30% من الألياف الزجاجية فتكون قيم ΔE^* بترتيب 12 و 16 على التوالي. تخبرنا هذه النتائج أن المواد المدروسة لها تغير كبير في اللون. مادة PP العذراء بدون تقوية هي أخف مادة.

الكلمات المفتاحية: بولي بروبيلين ، ألياف زجاجية ، بلاستيك ، ماتريكس.