

T  
N° d'ordre:

juin 2000/309  
50376  
1996  
408

# THESE DE DOCTORAT

présentée à



L'UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE LILLE

en vue de l'obtention du titre de

**DOCTEUR**

en

**CHIMIE ORGANIQUE ET MACROMOLECULAIRE**

Spécialité Polymères à l'état solide

par

**Eric LAFRANCHE**

Ingénieur CNAM

**Influence du couplage des orientations et des  
contraintes internes sur la stabilité dimensionnelle  
des pièces injectées.**

Soutenue le 05 décembre 1996

<b>Jury:</b>	<b>Président:</b>	<b>M. X. COQUERET</b>
	<b>Rapporteurs:</b>	<b>M. R. MULLER</b>
		<b>M. J.P. TROTIGNON</b>
	<b>Examineurs:</b>	<b>Melle M.F. LACRAMPE</b>
		<b>M. P. LORY</b>
		<b>M. J. PABIOT</b>

**Laboratoire d'accueil:**

**Département Technologie des Polymères et Composites de l'Ecole des Mines de Douai**

**Directeur de thèse:**

**J. PABIOT, Professeur et Responsable du laboratoire d'accueil**

## **REMERCIEMENTS :**

*Cette étude a été réalisée aux laboratoires de technologie des polymères et composites de l'Ecole des Mines de Douai.*

*Je tiens à exprimer ma reconnaissance à Monsieur José Pabiot, Professeur Responsable du Laboratoire d'accueil, pour l'encadrement qu'il m'a apporté pour la réalisation de ce travail et à Melle Marie-France Lacrampe pour sa participation au jury.*

*J'adresse tous mes remerciements à Monsieur Xavier Coqueret, Professeur à l'Université Flandre Artois de Lille d'avoir accepté de présider le jury.*

*Je suis sensible à l'intérêt que Messieurs René Muller, Professeur à l'Ecole Européenne de Chimie de l'Université Louis Pasteur de Strasbourg, et Jean Pierre Trotignon, Professeur à l'ENSAM de Paris, ont porté à ce travail en acceptant d'être rapporteurs de ce mémoire.*

*J'exprime toute ma gratitude à Monsieur Pierre Lory et Thierry Chavert ainsi qu'à toute l'équipe du centre de recherche Matériaux de RENAULT pour leur collaboration et leur implication active tout au long de cette étude.*

*Je tiens à exprimer ma reconnaissance à Madame Catherine Holuigue et Monsieur Philippe Lebon, Enseignants Chercheurs de l'Ecole des Mines de Douai, également à Monsieur Thierry Herbin, Ingenieur des Mines de Douai, pour leur participation active à cette recherche.*

*J'exprime enfin mes remerciements aux membres du personnel du laboratoire de Technologie des Polymers et Composites, en particulier à Monsieur Lionel Prevors, compagnon de ce long périple, pour leur soutien lors de la préparation de la thèse.*

## **SOMMAIRE**

<b>SOMMAIRE</b> .....	1
<b>GLOSSAIRE</b> .....	5
<b>INTRODUCTION</b> .....	7
<b>CHAPITRE 1 : SITUATION ET OBJECTIFS DE LA RECHERCHE</b> .....	13
1. Les principes du procédé d'injection des thermoplastiques.....	13
2. Définition de la précision et de la stabilité dimensionnelle.....	15
3. La précision dimensionnelle dans le cycle d'injection.....	17
3.1. La phase de remplissage du moule.....	17
3.1.1. Equations générales et hypothèses.....	17
3.1.2. L'orientation moléculaire dans un écoulement.....	19
3.1.2.1. Approche théorique de la formation des contraintes résiduelles d'écoulement.....	19
3.1.2.2. Les mécanismes de formation de l'orientation moléculaire.....	21
3.1.3. Conclusion sur l'orientation moléculaire.....	26
3.2. La phase de compactage/maintien.....	26
3.2.1. Equations générales et hypothèses.....	26
3.2.2. <del>Les retraits thermiques et les contraintes associées</del> .....	28
3.2.2.1. Approche phénoménologique.....	28
3.2.2.2. Approche théorique des mécanismes générateurs des contraintes thermiques.....	30
3.3. Le refroidissement.....	34
4. Les paramètres d'influence du retrait thermique.....	35
4.1. Influence de la morphologie.....	36
4.2. Les polymères chargés ou renforcés.....	39
4.3. Influence de la géométrie des pièces.....	40
4.4. Influence de l'outillage.....	43
4.5. Influence des paramètres de transformation.....	44
5. Synthèse sur la précision dimensionnelle en injection.....	45
6. Les mesures expérimentales des retraits et contraintes résiduelles.....	46
6.1. Les moyens de mesure du retrait.....	46
6.2. Les mesures expérimentales de l'orientation moléculaire.....	47
6.2.1. Les méthodes optiques de caractérisation de l'orientation moléculaire.....	48

6.2.1.1.	Description de l'orientation moléculaire.....	48
6.2.1.2.	La diffraction des rayons X .....	49
6.2.1.3.	La biréfringence optique.....	50
6.2.1.4.	Le dichroïsme infra-rouge .....	54
6.2.2.	Les méthodes dilatométriques .....	57
6.2.3.	Les méthodes thermomécaniques.....	58
6.2.4.	Autres méthodes de mesure de l'orientation moléculaire .....	59
6.2.4.1.	Les modules soniques.....	59
6.2.4.2.	L'anisotropie thermique .....	60
6.2.4.3.	La triréfringence .....	61
6.2.4.4.	La mesure par DSC.....	61
6.3.	Les méthodes de mesure des contraintes de refroidissement .....	62
6.3.1.	Le pelage de couche .....	63
6.3.2.	La méthode du trou.....	64
6.3.3.	La méthode de relaxation de contrainte .....	65
6.3.4.	La méthode du refroidissement dissymétrique.....	66
6.3.5.	Dilatométrie par analyse d'image .....	68
6.4.	Conclusion sur les mesures expérimentales.....	70
7.	Le calcul de la précision dimensionnelle .....	70
7.1.	Les méthodes d'approximation du retrait et gauchissement.....	70
7.2.	La modélisation informatique des contraintes résiduelles .....	75
7.2.1.	Position du problème dans un cycle d'injection .....	75
7.2.2.	Les codes de calcul des contraintes résiduelles.....	77
8.	Conclusion générale et objectifs .....	78
<b>CHAPITRE 2 : PROGRAMME DE RECHERCHE .....</b>		<b>81</b>
<b>CHAPITRE 3 :</b>		
<b>MOYENS GENERAUX ET CONDITIONS EXPERIMENTALES .....</b>		<b>91</b>
3.1.	Définition du matériel expérimental de transformation .....	91
3.1.1.	Les presses d'injection des thermoplastiques .....	91
3.1.2.	L'outillage et son instrumentation .....	92
3.1.3.	Les matériels et configurations de la régulation thermique du moule .....	94
3.1.4.	Les systèmes d'acquisition de données.....	96
3.2.	Les principes du dépouillement .....	97
3.2.1.	Analyse des enregistrements de températures.....	97
3.2.2.	Analyse des enregistrements de pressions.....	98

3.2.2.1. Détermination des temps de fin de remplissage .....	98
3.2.2.2. Détermination des temps de passage devant les différents capteurs .....	99
3.2.2.3. Détermination des débits volumiques. ....	100
3.2.2.4. Détermination des pressions de fin de remplissage.....	100
3.2.2.5. Détermination des temps de figeage.....	100
3.3. Définition du matériel de mesures dimensionnelles et géométriques.....	101
3.3.1. Description du matériel et méthodes de mesure de l'étude préliminaire .....	101
3.3.1.1. Mesure des retraits et post - retraits.....	101
3.3.1.2. Mesure des déformations.....	102
3.3.2. Description générale du matériel et des méthodes de mesure.....	105
3.3.2.1. Mesure des retraits et post-retraits.....	105
3.3.2.2. Mesure des déformations.....	106
3.4. Définition du matériel de mesure des tensions locales .....	109
3.4.1. Mesure de l'orientation moléculaire par dichroïsme IR .....	109
3.4.2. Mesure des contraintes d'origine thermique par DAI.....	111
3.5. Choix des conditions opératoires et des grandeurs caractéristiques .....	112
3.5.1. Choix du matériau transformé.....	112
3.5.2. Choix des grandeurs expérimentales.....	113
<b>CHAPITRE 4 : RESULTATS EXPERIMENTAUX.....</b>	<b>123</b>
4.1. Introduction .....	123
4.2. Comportement du boîtier ouvert avec alimentation en nappe .....	123
4.2.1. Analyse dimensionnelle après moulage .....	123
4.2.2. Analyse géométrique après moulage.....	129
4.2.3. Analyse dimensionnelle après recuit.....	131
4.2.4. Analyse géométrique après recuit. ....	134
4.3. Influence du type d'alimentation du boîtier ouvert.....	136
4.3.1. Etude dimensionnelle après moulage .....	136
4.3.2. Etude géométrique après moulage .....	140
4.3.3. Etudes dimensionnelle et géométrique après recuit .....	141
4.4. Influence d'une modification géométrique (boîtier fermé).....	143
4.4.1. Etudes dimensionnelle et géométrique après moulage.....	143
4.4.2. Etudes dimensionnelle et géométrique après recuit .....	146
4.5. Synthèse générale des résultats expérimentaux .....	148

<b>CHAPITRE 5 : INTERPRETATIONS</b> .....	155
5.1. Introduction .....	155
5.2. Etude du retrait par une analyse thermodynamique des boîtiers injectés.....	155
5.2.1. Analyse thermodynamique .....	156
5.2.2. Analyse structurale .....	165
5.3. Analyse des mécanismes de déformation des pièces .....	166
5.3.1. Quantification des contraintes de refroidissement .....	167
5.3.2. Quantification de l'orientation moléculaire. ....	170
5.3.2.1. Profil d'orientation dans les boîtiers injectés .....	170
5.3.2.2. Approche théorique de l'orientation moléculaire dans le boîtier .....	174
5.3.2.3. Influence d'une dissymétrie thermique de refroidissement .....	180
5.3.3. Incidence de la structure locale sur les propriétés du polymère .....	182
5.3.3.1. Etude de la rigidité locale du polymère .....	182
5.3.3.2. Etude des propriétés dilatométriques locales .....	184
5.3.4. Influence du couplage des orientations et des contraintes de refroidissement.....	186
5.3.4.1. Incidence du gradient de structure sur la flèche .....	186
5.3.4.2. Incidence des contraintes de refroidissement sur la flèche .....	190
5.3.4.3. Vérification expérimentale appliquée à un cas de dissymétrie de refroidissement .....	193
5.3.5. Incidence du recuit à 120°C sur la déformation des pièces.....	197
5.4. Application à un code de calcul .....	201
5.4.1. Présentation du code de calcul .....	201
5.4.2. Les données du calcul.....	201
5.4.3. Résultats du calcul et comparaison avec l'expérimentation .....	203
5.5. Analyse des écarts simulation/expérience et conclusion.....	204
 <b>CONCLUSION GENERALE</b> .....	 207
<b>BIBLIOGRAPHIE</b> .....	211
<b>ANNEXE</b> .....	221

## GLOSSAIRE :

- $\vec{u}$  : champ de vitesse  
 $u, v, w$  : constantes des vecteurs vitesses  
 $\langle V \rangle$  : vitesse moyenne  
 $\dot{\alpha}$  : taux d'élongation  
 $[\sigma]$  : tenseur des contraintes  
 $[I]$  : tenseur identité  
 $[\nabla \vec{u}]$  : tenseur des gradients de déplacement  
 $[\vec{u} \nabla]$  : transposé du tenseur des gradients de déplacement  
 $\frac{\delta[\ ]}{dt}$  : dérivation convective  
 $\frac{d}{dt}$  : dérivée particulaire  
 $\frac{d}{dx}$  : dérivée totale  
 $div$  : divergence  
 $tr$  : trace  
 $\vec{F}$  : force de masse  
 $\vec{\gamma}$  : force d'inertie  
 $\tau$  : contrainte de cisaillement  
 $\tau_w$  : contrainte de cisaillement à la paroi  
 $N_1$  : première différence de contraintes normales  
 $\delta$  : épaisseur de la couche solide  
 $U$  : énergie interne  
 $k$  : conductivité thermique  
 $c$  : capacité calorifique  
 $a$  : diffusivité thermique  
 $b$  : effusivité thermique  
 $C_a$  : nombre de Cameron  
 $B_r$  : nombre de Brinkman  
 $\eta$  : viscosité  
 $K$  : consistance  
 $m$  : indice de pseudoplasticité  
 $\dot{\gamma}$  : taux de cisaillement  
 $R$  : constante des gaz parfaits  
 $E_a$  : énergie d'activation  
 $\alpha$  : coefficient de dilatation thermique  
 $T$  : température  
 $T_g$  : température de transition vitreuse  
 $\Delta H_c$  : enthalpie de cristallisation

*Influence du couplage des orientations et des contraintes internes sur la stabilité dimensionnelle des pièces injectées.*

---

$\langle r^2 \rangle$  : carré moyen de la distance bout à bout des chaînes

G : module de relaxation

E : module d'élasticité

I : moment d'inertie

F : force

P : pression

Q : débit

V : volume spécifique

$\rho$  : masse volumique

$\sigma$  : contrainte de traction

M : moment

R : rayon de courbure

$\Phi$  : courbure

$\nu$  : coefficient de Poisson

$X_c$  : taux de cristallinité

$P(\theta)$  : fonction de distribution des orientations

A : absorbance

D : rapport dichroïque

$\lambda$  : longueur d'onde

$t_m$  : temps de post-remplissage

$t_r$  : temps de refroidissement hors pression

## INTRODUCTION

C'est après la seconde guerre mondiale que les matériaux polymères ont réellement pris leur essor. Ils se sont très vite affirmés comme des matériaux de substitution aux matériaux traditionnels pour la confection d'objets courants dans de nombreux domaines grâce à leurs propriétés spécifiques (chimiques, physiques, mécaniques ...) qui les rendent particulièrement performants dans certaines applications.

Leur développement rapide dans les années 1950 à 1970 fut un peu désordonné ce qui leur a valu auprès des consommateurs l'image de matériaux de basse qualité. L'apparition dans les années 1970 à 1980 des polymères techniques, des alliages, et grâce à une plus grande rationalisation dans les applications de chaque type de polymères associée à une connaissance sans cesse approfondie de leur structure et de leur comportement tant du point de vue de leurs transformations que de leurs propriétés sur site, ils ont très vite acquis leur titre de noblesse.

Parmi les modes de transformation des polymères, l'injection passe après l'extrusion pour la technique de mise en forme la plus utilisée avec plus de 20 % du tonnage consommé. Elle occupe plus de 50 % du parc machine français avec un chiffre d'affaire s'élevant à plus de 40 % du poids économique de la profession. Adaptée de la mise en oeuvre des métaux légers à la plasturgie dans les années 1950, l'injection est de loin la technique de transformation la plus productive en terme de diversité des pièces. Elle offre de nombreux avantages tels que des cadences élevées, l'obtention de formes complexes sur une large gamme de poids allant de quelques grammes à plusieurs kilogrammes dans un large éventail de matières. Mais le nombre important de paramètres d'entrée susceptibles d'agir sur le procédé en le perturbant et en le déstabilisant en font un procédé complexe où il est difficile de maintenir une qualité constante.

La notion de qualité des pièces injectées peut se définir à l'aide de trois composantes principales :

- l'aspect,
- les propriétés d'usage,
- la précision et la stabilité dimensionnelle.

Les coûts prohibitifs du manque de qualité ( rebuts de fabrication, vieillissement prématuré des pièces, défauts de conception... ) impliquent l'ensemble des industriels de la profession. Ainsi un grand nombre de travaux se sont développés autour de laboratoires de recherche universitaires, écoles d'ingénieurs, producteurs de matières premières et groupes industriels. Les thèmes principaux abordés concernent l'amélioration des formulations, la

rationalisation des réglages par une meilleure connaissance des lois de comportement à l'état fondu ou solide allée aux progrès techniques des matériels de transformation en particulier en ce qui concerne les commandes des presses, le développement d'outils informatiques d'aide à la conception des pièces et outillages.

Les contraintes économiques imposées par le développement des produits ont largement contribué à l'élaboration de ces outils de simulation pour réduire les temps de conception et optimiser la mise au point des outillages. Apparus sur le marché dans les années 1980, les logiciels de simulation traitaient pour l'essentiel de la modélisation informatique des écoulements pendant la phase de remplissage des outillages ( MOLDFLOW en 1984, FILL2 en 1988 ). Une seconde génération de logiciels a utilisé une description tridimensionnelle de la phase de remplissage ( C FLOW, PROCOP F3D,...) pour inclure ensuite à la modélisation les phases de compactage et de post-remplissage. Plus récemment Structural Dynamics Research Corporation ( SDRC ) a mis sur le marché un code de calcul capable de traiter des contraintes résiduelles et d'aborder les phénomènes de déformation des pièces de façon à pouvoir déterminer la géométrie finale. Créé en 1988, le CLIP, club des logiciels de l'industrie plastique marque déposée par RENAULT [1] est un projet visant à réaliser un superviseur destiné à fournir une aide à la conception des pièces plastiques et outillages. Plusieurs partenaires nationaux dont le ministère de la recherche se sont associés pour mener ce projet dont l'objectif est de modéliser finement la déformée des pièces à l'état final ( tableau 1 ).

<b>Producteurs</b>	<b>Mouliste</b>	<b>Transformateurs</b>	<b>Centres de recherche</b>
ATO CHEM	SEVA	LEGRAND	CEMEF
ORKEM		PSA	CISI ingénierie
RHONE POULENC		RENAULT	EAHP
			ENSAM

Tab 1.1 : Les partenaires du CLIP

Le travail présenté ici s'inscrit dans le cadre du développement des codes de calculs dans le but d'affiner la modélisation de la déformée des pièces en thermoplastiques. Il s'agit d'analyser et de comparer les données expérimentales obtenues sur un polypropylène avec les résultats d'un calcul informatisé sur la base d'une géométrie complexe d'un boîtier. La finalité de l'étude étant de mesurer l'incidence de l'anisotropie et de l'hétérogénéité de structure (cristallinité, orientations moléculaires) sur la déformation des pièces du fait des tensions internes de refroidissement par comparaison avec les modèles de calcul actuels.

---

**CHAPITRE 1 :**

***SITUATION ET OBJECTIFS  
DE LA RECHERCHE***

---



<b>CHAPITRE 1 : SITUATION ET OBJECTIFS DE LA RECHERCHE</b> .....	13
1. Les principes du procédé d'injection des thermoplastiques .....	13
2. Définition de la précision et de la stabilité dimensionnelle .....	15
3. La précision dimensionnelle dans le cycle d'injection .....	17
3.1. La phase de remplissage du moule.....	17
3.1.1. Equations générales et hypothèses .....	17
3.1.2. L'orientation moléculaire dans un écoulement.....	19
3.1.2.1. Approche théorique de la formation des contraintes résiduelles d'écoulement.....	19
3.1.2.2. Les mécanismes de formation de l'orientation moléculaire .....	21
3.1.3. Conclusion sur l'orientation moléculaire.....	26
3.2. La phase de compactage/maintien.....	26
3.2.1. Equations générales et hypothèses .....	26
3.2.2. Les retraits thermiques et les contraintes associées.....	28
3.2.2.1. Approche phénoménologique.....	28
3.2.2.2. Approche théorique des mécanismes générateurs des contraintes thermiques.....	30
3.3. Le refroidissement.....	34
4. Les paramètres d'influence du retrait thermique .....	35
4.1. Influence de la morphologie.....	36
4.2. Les polymères chargés ou renforcés.....	39
4.3. Influence de la géométrie des pièces.....	40
4.4. Influence de l'outillage .....	43
4.5. Influence des paramètres de transformation.....	44
5. Synthèse sur la précision dimensionnelle en injection.....	45
6. Les mesures expérimentales des retraits et contraintes résiduelles.....	46
6.1. Les moyens de mesure du retrait.....	46
6.2. Les mesures expérimentales de l'orientation moléculaire .....	47
6.2.1. Les méthodes optiques de caractérisation de l'orientation moléculaire .....	48
6.2.1.1. Description de l'orientation moléculaire.....	48
6.2.1.2. La diffraction des rayons X .....	49
6.2.1.3. La biréfringence optique.....	50
6.2.1.4. Le dichroïsme infra-rouge .....	54
6.2.2. Les méthodes dilatométriques .....	57
6.2.3. Les méthodes thermomécaniques.....	58

6.2.4.	Autres méthodes de mesure de l'orientation moléculaire .....	59
6.2.4.1.	Les modules soniques .....	59
6.2.4.2.	L'anisotropie thermique .....	60
6.2.4.3.	La biréfringence .....	61
6.2.4.4.	La mesure par DSC.....	61
6.3.	Les méthodes de mesure des contraintes de refroidissement .....	62
6.3.1.	Le pelage de couche .....	63
6.3.2.	La méthode du trou.....	64
6.3.3.	La méthode de relaxation de contrainte.....	65
6.3.4.	La méthode du refroidissement dissymétrique.....	66
6.3.5.	Dilatométrie par analyse d'image .....	68
6.4.	Conclusion sur les mesures expérimentales .....	70
7.	Le calcul de la précision dimensionnelle .....	70
7.1.	Les méthodes d'approximation du retrait et gauchissement.....	70
7.2.	La modélisation informatique des contraintes résiduelles.....	75
7.2.1.	Position du problème dans un cycle d'injection .....	75
7.2.2.	Les codes de calcul des contraintes résiduelles .....	77
8.	Conclusion générale et objectifs .....	78

## **CHAPITRE 1 : SITUATION ET OBJECTIFS DE LA RECHERCHE**

La précision et la stabilité dimensionnelles sont deux composantes majeures de la qualité des pièces injectées. Il est important de prévoir dès la conception leurs variations géométriques et dimensionnelles pour mieux maîtriser l'ensemble du procédé et accéder aux critères de qualité exigés. Il est donc nécessaire de mettre en évidence l'ensemble des phénomènes mis en jeu afin de comprendre les mécanismes qui dirigent les déformations des pièces lors de la mise en forme.

Après une description générale du procédé de mise en oeuvre par injection rappelant les différentes étapes de la transformation physique du polymère, nous analyserons les mécanismes générateurs d'instabilités dimensionnelle et géométrique dans chaque phase du cycle de moulage. Nous passerons en revue les différentes méthodes expérimentales de mesure des contraintes résiduelles pour terminer sur un examen général des moyens de calculs permettant d'accéder à la quantification des grandeurs.

### **1. Les principes du procédé d'injection des thermoplastiques**

Le moulage par injection des polymères thermoplastiques est un procédé discontinu de mise en forme de pièces de géométries complexes, en grande série, pour une gamme étendue de matériaux. Il consiste à transférer sous haute pression dans un moule fermé et refroidi, une résine thermoplastique préalablement chauffée pour lui donner la consistance d'un liquide visqueux. Au contact des parois de l'outillage, le polymère se solidifie pour donner le produit fini en reproduisant aussi fidèlement que possible la forme et les dimensions de (des) l'empreinte (s).

Une presse à injecter est constituée de trois groupes principaux :

- un groupe de fermeture qui supporte et assure les mouvements de l'outillage,
- un groupe d'injection-plastification,
- un ensemble de commande de la presse.

La mise en oeuvre du polymère se déroule en trois étapes :

- **La plastification du polymère** : elle s'opère dans un système vis-fourreau qui assure la fusion du polymère en lui apportant les calories nécessaires par chauffage d'une part et par cisaillement d'autre part.(figure1) L'énergie mécanique représente à elle seule près de 60 % du

besoin énergétique de la plastification. La vis de l'ensemble de plastification est animée d'un mouvement de rotation et est mobile en translation. Le polymère solide tombe par gravité dans les filets de la zone d'alimentation de la vis et se compacte rapidement sous l'action de la chaleur et de la pression en un solide indéformable de forme hélicoïdale dans l'espace vis fourreau [2]. La plastification s'effectue dans la zone de compression de la vis sous l'action combinée de la température et de l'autoéchauffement par dissipation visqueuse du polymère provoqué par le malaxage intense. Le polymère fondu est stocké à l'avant du fourreau grâce au recul de la vis directement lié à la montée en pression de la zone de stockage. C'est l'étape du dosage.

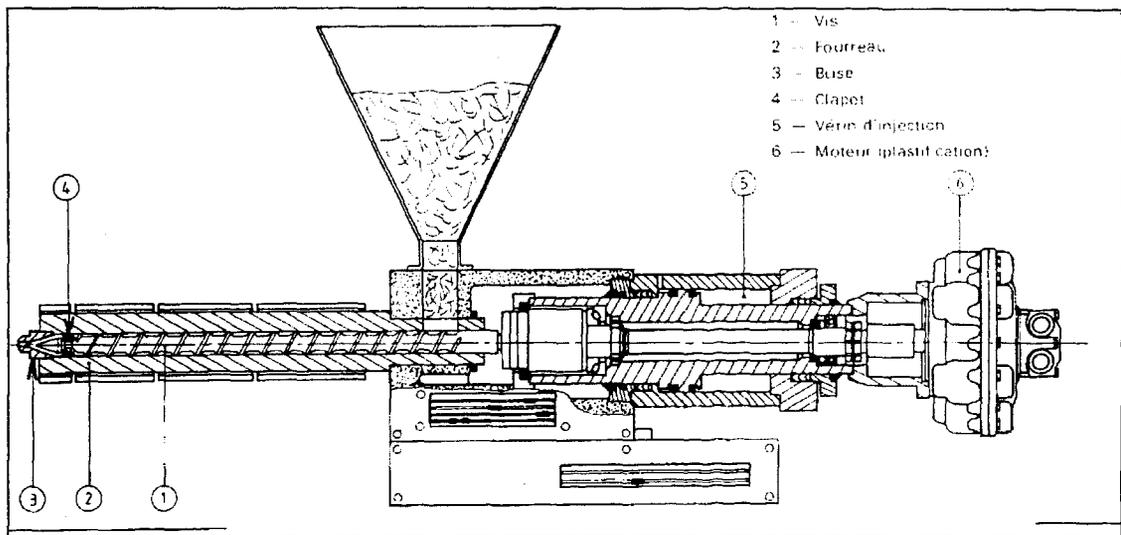


Fig 1.1 : Groupe de plastification d'une presse moderne.

- **L'injection du polymère** : c'est la phase dynamique d'injection. La vis est mise en translation généralement sous le contrôle d'un asservissement de vitesse et exerce l'action d'un piston sur la matière plastifiée. C'est pendant cette phase que s'effectue 90 % du remplissage volumique de la pièce. Son temps d'action est très court, quelques dixièmes de seconde à quelques secondes, la pression exercée sur la matière augmente rapidement de la pression atmosphérique (ou une pression proche) jusqu'à une valeur qui dépend de la résistance à l'écoulement d'un fluide visqueux non newtonien (100 à 10000 Pa.s) dans la buse, les canaux d'alimentation, les empreintes. L'augmentation de pression dans la phase de remplissage dépend de nombreux paramètres de réglage de la presse [3] notamment les vitesses d'injection, les températures de la matière (viscosité) et de l'outillage, de la géométrie des seuils et de la pièce, de la précision et du type d'asservissement utilisé pour la translation de la vis.

Lorsque le front de matière atteint le fond de l'empreinte, sa progression est stoppée brutalement. Il en résulte une forte augmentation de la pression hydraulique en un instant très bref d'autant plus forte que l'on continue à introduire de la matière plastifiée dans la pièce.

C'est la phase de compactage où le polymère fondu est comprimée dans son enveloppe solidifiée.

- **La solidification du polymère** : à la fin de la phase dynamique d'injection la (les) pièce (s) s'apparente (nt) à un matériau "sandwich" constitué d'une peau solide et d'une âme compactée de polymère liquide. C'est à partir de cet état initial que la phase de post-remplissage est appliquée. La solidification s'effectue en deux temps : tout d'abord sous pression pour limiter la contraction volumique (retrait) et conserver les formes et dimensions de l'empreinte ; puis à pression atmosphérique lorsque les seuils d'alimentation sont figés et jusqu'à ce que la pièce soit suffisamment rigide pour supporter l'éjection. C'est la phase de maintien-refroidissement.

Ces différentes étapes de la transformation du polymère mettent en jeu des phénomènes thermiques et mécaniques complexes et indépendants directement liés aux paramètres d'entrée du processus et qui définissent les qualités terminales de la pièce (fig 1.2).

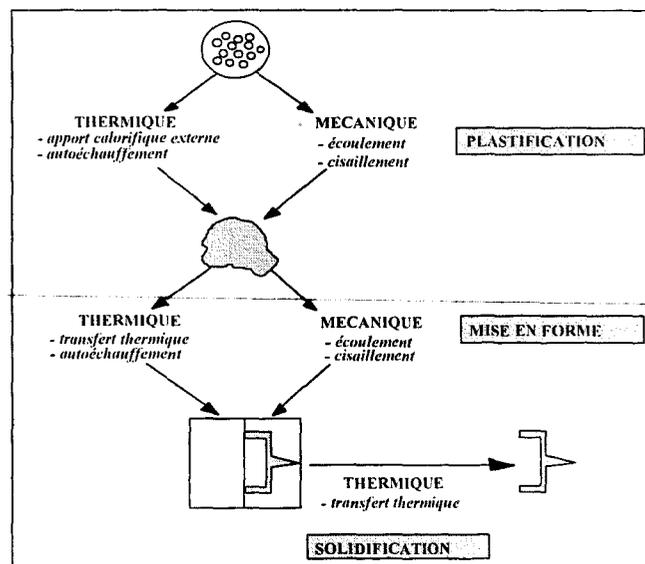


Fig 1.2 : Schéma de principe de la mise en oeuvre par injection.

## **2. Définition de la précision et de la stabilité dimensionnelle**

La précision dimensionnelle est caractérisée par deux grandeurs : le retrait au moulage qui représente l'écart dimensionnel entre la pièce et son modèle à savoir l'empreinte, et le gauchissement qui est la manifestation de retraits locaux différentiels se traduisant par une déformation géométrique.

La stabilité dimensionnelle est l'aptitude de la pièce à conserver ses dimensions et formes au cours du temps et de l'utilisation.

Par abus de langage le retrait est souvent désigné d'une manière générale comme la différence entre les dimensions de la pièce et celles de l'empreinte. En réalité il faut dissocier deux notions [26] :

Le retrait au moulage (  $R_m$  ) qui est la différence relative entre les dimensions de la pièce moulée (  $D_p$  ) et les dimensions du moule (  $D_m$  ), mesurées après 24 ou 48 h à 23° C et 50 % d'humidité relative selon la norme ISO 2577 [5].

On a alors 
$$R_m = 1 - \frac{D_p}{D_m} \quad \{1\}$$

Le post-retrait (  $Pr$  ) qui est la différence relative entre les dimensions de la pièce après refroidissement (  $D_{av}$  ) et les dimensions de la même pièce soumise à un traitement thermique (  $D_{ap}$  ) dans une étuve à une température et pendant un temps définis par des spécifications du matériau testé selon la norme AFNOR NFT-53035 [6].

$$Pr = 1 - \frac{D_{ap}}{D_{av}} \quad \{2\}$$

Le retrait total d'une pièce s'exprime par la somme algébrique du retrait et du post-retrait.

Ces grandeurs ne concernent que des mesures unidirectionnelles qui sont généralement prises en compte lors des calculs sur une, voire deux dimensions. On peut également s'intéresser au retrait volumique (  $R_v$  ) qui s'exprime comme la différence relative entre le volume de la pièce moulée (  $V_p$  ) et celui de l'empreinte (  $V_m$  ) mesuré après 24 ou 48 heures à 23 ° C et 50 % HR.

$$R_v = 1 - \frac{V_p}{V_m} \quad \{3\}$$

et peut s'exprimer en fonction des retraits unidirectionnels  $R_i$ ,

$$R_v = 1 - (1 - R_1) * (1 - R_2) * (1 - R_3) \quad \{4\}$$

Les retraits dépendent de nombreux paramètres classés en trois catégories :

- les paramètres morphologiques liés à la nature et à la structure du polymère,
- les paramètres géométriques liés à la conception des pièces et outillages,
- les paramètres technologiques liés aux conditions de transformation.

### 3. La précision dimensionnelle dans le cycle d'injection

D'une manière générale la précision dimensionnelle est directement liée à l'homogénéité de structure de la pièce, elle est fortement influencée par les retraits thermiques locaux et la présence de contraintes résiduelles induites par le processus de transformation. En d'autres termes, la qualité dimensionnelle et géométrique des pièces injectées dépend des histoires thermomécaniques locales subies par le polymère pendant les phases de remplissage-compactage, maintien et refroidissement dans le moule et hors du moule. L'objectif ici est de présenter les mécanismes qui conduisent directement ou indirectement à la formation des contraintes résiduelles à travers chaque étape du cycle d'injection.

#### 3.1. La phase de remplissage du moule

##### 3.1.1. Equations générales et hypothèses

La modélisation du remplissage d'une cavité par un polymère fondu se base sur les principes de la mécanique des milieux continus à savoir :

- ⇒ la conservation de masse,
- ⇒ la conservation de la quantité de mouvement,
- ⇒ la conservation d'énergie

Soit d'un point de vue mathématique par :

	Avec
L'équation de continuité :	$\rho$ : masse volumique
$\frac{\partial \rho}{\partial t} + \text{div}(\rho \vec{u}) = 0 \quad \{5\}$	$\vec{u}$ : champ de vitesses
Les équations de l'équilibre dynamique	$[\sigma]$ : tenseur des contraintes
$\text{div}[\sigma] + \rho(\vec{F} - \vec{\gamma}) = \vec{0} \quad \{6\}$	$\vec{F}$ : force de masse
L'équation de chaleur	$\vec{\gamma}$ : force d'inertie
$\rho c \left( \frac{\partial T}{\partial t} + \vec{u} \cdot \text{grad} T \right) = \text{div}(k \cdot \text{grad} T) + \dot{W} \quad \{7\}$	$\dot{W}$ : énergie interne
	$T$ : champ de températures
	$k$ : conductivité thermique
	$c$ : capacité calorifique

On admet généralement que :

- le polymère est incompressible (masse volumique constante), alors  $\text{div} \vec{u} = 0$ ,
- les forces de masse et d'inertie sont négligeables devant les forces de viscosité, l'équilibre dynamique se réduit alors à  $\text{div}[\sigma] = \vec{0}$ ,

- la conductivité thermique est constante. L'équation de chaleur se simplifie et devient :

$$\frac{\partial T}{\partial t} + \bar{u} \cdot \text{grad}T = a\Delta T + \frac{\dot{W}}{\rho c} \quad \{8\}$$

où :  $\Delta$  : Laplacien et  $a = \frac{k}{\rho c}$  : diffusivité thermique

Les deux types de lois de comportement les plus couramment admises sont :

- le comportement Newtonnien où la viscosité à température donnée est constante,
- le comportement pseudoplastique où la viscosité à température donnée décroît lorsque le taux de déformation augmente. Dans ce cas, le modèle le plus largement utilisé est la loi puissance :

$$\eta = K|\dot{\gamma}|^{m-1} \quad \{9\}$$

Avec

- $\eta$  : viscosité
- $K$  : consistance du polymère
- $\dot{\gamma}$  : taux de cisaillement
- $m$  : indice de pseudo - plasticité ( $0 \leq m \leq 1$ )

La consistance est thermodépendante, généralement modélisée par une loi de type Arrhénius :

$$K = K_0 \exp\left(\frac{\Delta E_a}{R} \left[\frac{1}{T} - \frac{1}{T_0}\right]\right) \quad \{10\}$$

- Avec  $K_0$  : consistance à la température de référence  $T_0$
- $\Delta E_a/R$  : énergie d'activation de la viscosité du polymère

Pour les polymères amorphes, on utilise généralement une loi WLF ( Williams, Landel, Ferry) qui représente la variation de la viscosité entre la température de transition vitreuse  $T_g$  et  $T_g+100^\circ\text{C}$  :

$$K = K_g \cdot aT \cdot \frac{T\rho}{T_g\rho_g} ; \text{Log}aT = -\frac{C_1^g(T - T_g)}{T - T_g + C_2^g} \quad \{11\}, \{12\}$$

$K_g$  et  $\rho_g$  sont la consistance et la masse volumique à la température de transition vitreuse  $T_g$ ,  $C_1^g$  et  $C_2^g$  sont deux paramètres caractérisant le polymère.

Les conditions limites généralement admises sont les suivantes :

- ⇒ vitesse nulle aux parois,
- ⇒ température constante et homogène à l'entrée du moule,
- ⇒ température imposée aux parois de l'outillage,
- ⇒ une symétrie par rapport à un axe ou un plan dans la plupart des cas.

### **3.1.2. L'orientation moléculaire dans un écoulement**

L'orientation moléculaire naît de l'action combinée de l'écoulement du polymère et de son refroidissement. Elle induit des contraintes internes et des variations de structure liées aux gradients de vitesses de refroidissement dans l'épaisseur. On distingue deux types d'écoulement :

- Un écoulement de cisaillement à l'interface entre la gaine solide et le polymère fondu en mouvement pour lequel les contraintes de cisaillement engendrent de fortes orientations figées par des vitesses de refroidissement élevées.

- Un écoulement élongationnel à coeur qui génère également de fortes orientations où les effets de relaxation restent important du fait des faibles vitesses de refroidissement rencontrées dans cette zone puisque les couches solidifiées proches des parois font office d'isolant thermique.

L'orientation moléculaire est largement influencée par le procédé de transformation (vitesses de remplissage, températures de l'outillage et de la matière). et génère une anisotropie des retraits.

#### **3.1.2.1. Approche théorique de la formation des contraintes résiduelles d'écoulement**

Les contraintes résiduelles d'écoulement sont issues pour l'essentiel de la phase de remplissage des empreintes mais aussi, pour partie, des phases de compactage et de maintien durant lesquelles naissent des contraintes relativement élevées qui sont attribuées à l'écoulement non-uniforme du polymère pendant la compensation partielle du retrait volumique de la pièce (cisaillements importants pour de faibles taux de déformation mais sous viscosité élevée), elles sont figées par le refroidissement et majoritairement localisées au niveau du seuil d'alimentation [59]. Elles créent des orientations moléculaires donnant lieu à un état d'entropie figée.

STRUİK [55] décrit l'état d'orientation moléculaire figée comme le résultat de la combinaison des effets d'anisotropie simples (anisotropie du module d'élasticité ou anisotropie

du coefficient de conductivité thermique) et des contraintes d'entropie figée produisant des effets réversibles tels que la dilatation thermique ou la biréfringence.

Les contraintes d'entropie figée sont mises en évidence expérimentalement par un essai de dilatation thermique. Sur certains matériaux orientés on observe qu'une augmentation de température correspond à une diminution du coefficient de dilatation thermique linéaire dans la direction parallèle à celle de l'orientation ( $\alpha //$ ). Ce coefficient peut s'annuler voire devenir négatif pour des polymères semi-cristallins (figure 1.3).

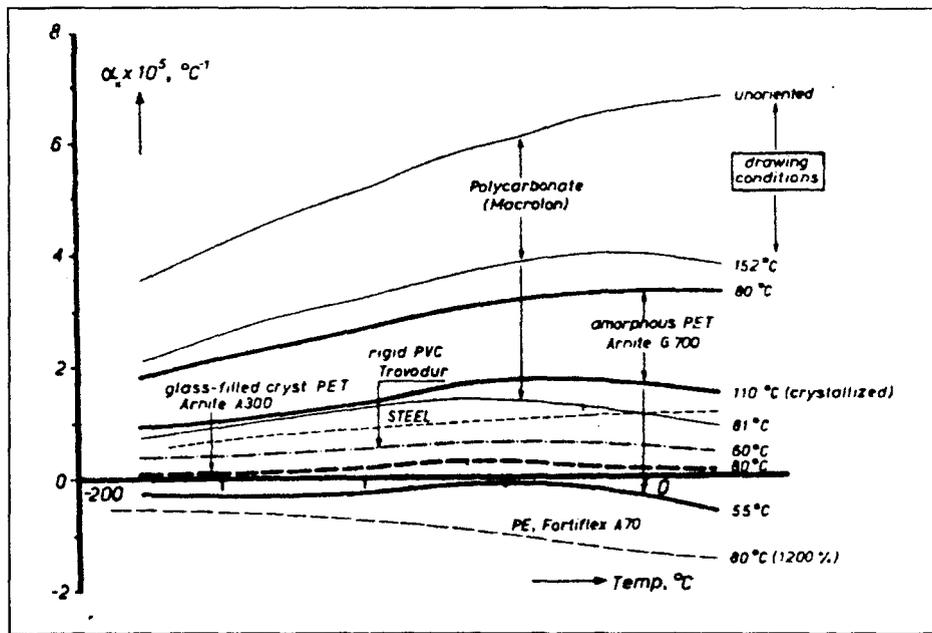


Fig 1.3 : Coefficient de dilatation linéaire pour des polymères mono-orientés, le PET étant amorphe avant l'essai, la cristallisation est obtenue soit par la température d'étiage, soit par l'étiage lui-même [55].

D'un point de vue théorique, ces contraintes peuvent être estimées par des modèles élastiques modifiés de FRENKEL. Considérons un matériau dont le module  $E_g$  est indépendant du temps et de la température, soumis à une contrainte réactive élastique  $\sigma_r$ , la déformation  $\varepsilon$  peut s'écrire :

$$\varepsilon = \frac{\sigma_r(T)}{E_g} = -\frac{\sigma_0}{E_g} \frac{T}{T_0} \quad \{13\}$$

où  $\sigma_0$  est la contrainte initiale à la température de référence  $T_0$

Lorsque la température décroît, l'effet de compression diminue et le matériau présente une dilatation apparente.

3.1.2.2. Les mécanismes de formation de l'orientation moléculaire

L'orientation moléculaire lors de l'écoulement du polymère découle d'une différence du profil de champ de vitesses entre le front de matière et l'arrière du front lors du remplissage (figure 1.4).

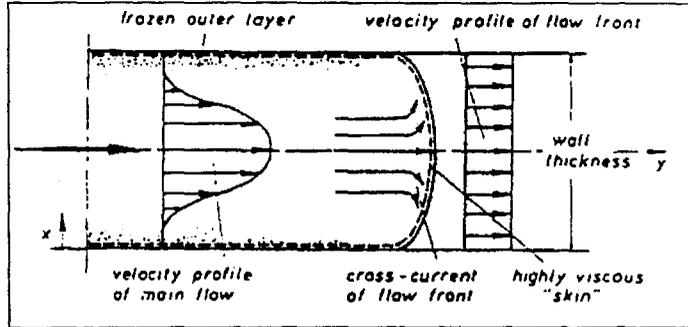


Fig 1.4 : Profil de vitesse lors de l'écoulement dans un plan semi-fini [44].

A l'arrière du front, la couche de surface solidifiée est fixe en position, les plus forts gradients de vitesses sont localisés sous cette gaine solide où le polymère fondu subit des cisaillements et des orientations intenses, les vecteurs vitesses sont parallèles à la direction de l'écoulement et la vitesse maximum est plus importante que celle du front de matière. En conséquence, une particule de matière venant de l'arrière du front le rattrape rapidement et s'écoule immédiatement dans les directions transverses. Le front d'écoulement hautement visqueux, est alors étiré dans une direction perpendiculaire à celle de l'écoulement et sera instantanément figé au contact de la paroi. Comme il n'existe pas de composantes de vitesses perpendiculairement à la direction du flux à l'arrière du front, l'orientation s'effectue préférentiellement dans la direction de l'écoulement. Les mesures d'orientations moléculaires, réalisées par MENGES et WUBKEN sur des coupes microtomes, confirment cette hypothèse (figure 1.5).

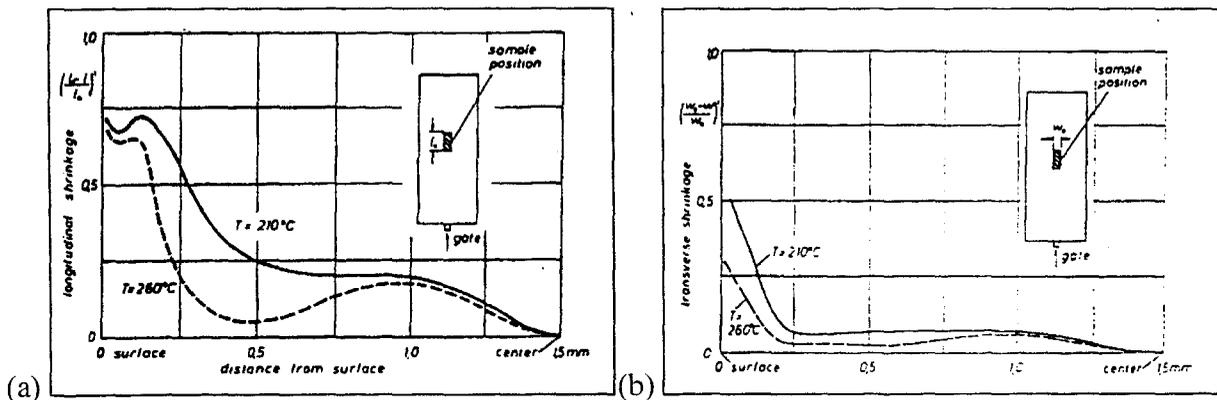


Fig 1.5 : Retrait relatif dans l'épaisseur d'une plaque ;(a) sens de l'écoulement, (b) sens transversal [44].

Cet effet avait été observé par ROSE [45] en 1961 lors de l'étude de l'interface fluide-fluide et désigné sous le nom "d'effet fontaine".

Une première approche théorique de l'effet fontaine a été proposée par TADMOR [4] pour expliquer les effets d'orientation. Il considère l'écoulement élongationnel stable d'un fluide incompressible entre deux plaques parallèles. Dans un système de coordonnées (x,y,z) placé au centre du front de matière se déplaçant dans la direction z avec l'écoulement (figure 1.6), le champ de vitesses bidimensionnel est donné par :

$$V_x = 0 \quad \{14\}$$

$$V_y = \dot{\alpha}y \quad \{15\}$$

$$V_z = -\dot{\alpha}z \quad \{16\}$$

où  $\dot{\alpha}$  est le taux d'élongation

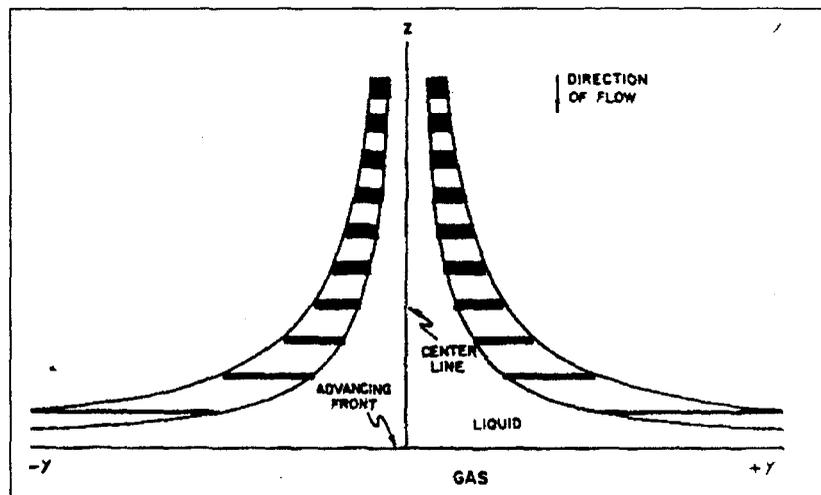


Fig 1.6 : Représentation schématique du front d'écoulement au centre du front.

les coordonnées du système se déplace dans la direction z avec le flux [4].

Une particule rectangulaire se déplaçant vers le front subit une extension à vitesse constante, perpendiculairement à la direction du flux. La distance sur laquelle s'effectue la décélération est supposée égale à la distance entre les deux plans. Le taux d'élongation est relié à la vitesse maximale en amont du front ( $V_{max}$ ) et à la vitesse moyenne  $\langle V \rangle$  par la relation :

$$-\dot{\alpha} = \frac{V_{max} - \langle V \rangle}{2B} \quad \{17\}$$

B étant la distance de l'axe d'écoulement par rapport à la paroi

Pour un écoulement isotherme d'un modèle de fluide pseudoplastique, la vitesse maximale s'exprime par :

$$V_{\max} = \frac{2m+1}{m+1} \langle V \rangle \quad \{18\}$$

où  $m$  représente l'indice de pseudo-plasticité

En substituant l'équation {17} dans l'expression {18} le taux d'élongation devient :

$$-\dot{\alpha} = \frac{m}{2B(m+1)} \langle V \rangle \quad \{20\}$$

Le taux d'élongation augmente avec la vitesse de remplissage et diminue lorsque l'épaisseur de la cavité augmente.

Ce modèle suggère une orientation perpendiculaire à l'écoulement principal or l'expérience [44] montre que l'orientation est dirigée dans le sens de l'écoulement. Ceci implique donc une forme semi-circulaire du front d'avancée où les particules suivent la surface libre du front jusqu'à atteindre les parois comme le montre le figure 1.7. Cette hypothèse a été confirmée expérimentalement par l'introduction de traceurs dans des écoulements isothermes et anisothermes [47,48].

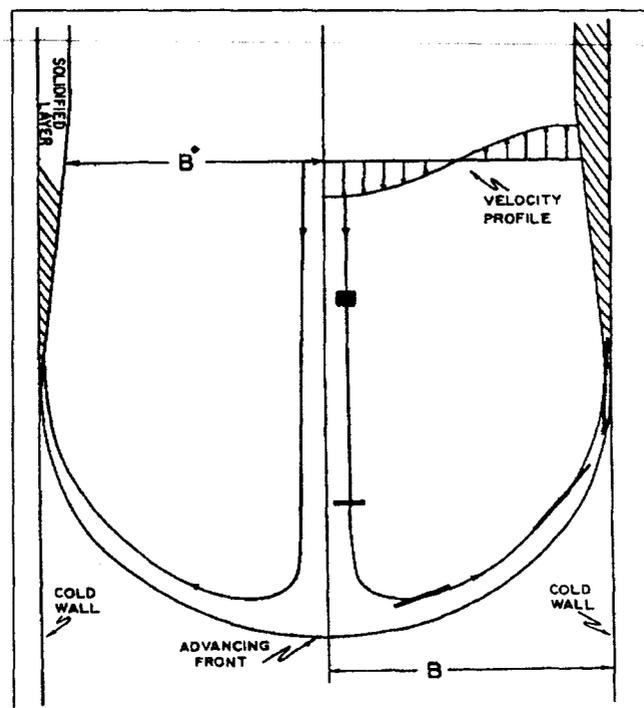


Fig 1.7 : Représentation schématique de l'effet fontaine entre deux plans parallèles et refroidis [4].

Au contact de la paroi froide la particule de fluide est immédiatement figée fixant ainsi l'orientation provoquée par l'écoulement élongationnel.

En arrière du front, la veine fluide s'écoule entre deux fines couches de polymère solidifié, le taux de cisaillement est nul à l'interface solide-liquide, passe par un maximum et chute à 0 au centre. L'écoulement de cisaillement dans cette zone induit également une orientation. Pour décrire son mécanisme de formation TADMOR utilise également une loi de comportement Newtonienne généralisée en supposant le cas isotherme. Il exprime la distribution du taux de cisaillement dans l'épaisseur de la veine fluide en fonction d'un paramètre ajustable J qui localise la position du maximum de vitesse de cisaillement :

$$\dot{\gamma} = \frac{dV_z}{dy} = -\frac{(J+1)(J+2)(J+3)}{2} \frac{\langle V \rangle}{B^*} \frac{y}{B^*} \left(1 - \frac{y}{B^*}\right)^J \quad \{20\}$$

où  $\langle V \rangle$  : vitesse moyenne

y : position suivant épaisseur (y = 0 au centre)

$B^*$  : demi-épaisseur de la veine fluide

L'orientation moléculaire est caractérisée par l'écart quadratique moyen d'une chaîne. Il a utilisé un modèle viscoélastique de Maxwell en régime stationnaire. Soit pour un écoulement élongationnel :

$$\langle r^2 \rangle = \frac{3k}{H} + \frac{8kT}{H} \frac{\theta^2 \dot{\alpha}^2}{(1-2\theta\dot{\alpha})(1+2\theta\dot{\alpha})} \quad \{21\}$$

où k est la constante de Boltzmann

T la température

H une constante de flexibilité exprimée en *dyne / molécule.cm*

$\theta$  le temps de relaxation

$\theta$  peut être évalué à partir de la viscosité :

$$\eta = n_0 k T \theta \quad \{22\}$$

Où  $n_0$  est le nombre de chaînes par unité de volume

Pour un écoulement de cisaillement le carré moyen de la distance bout à bout des chaînes prend la forme :

$$\langle r^2 \rangle = \frac{3k}{H} + \frac{2kT}{H} \theta^2 \dot{\gamma}^2 \quad \{23\}$$

Finalement l'orientation moléculaire supposée dépendante de la première différence des contraintes principales est obtenue par l'expression [49] :

$$\langle r^2 \rangle = \langle r^2 \rangle_0 + K(\sigma_{11} - \sigma_{22}) \quad \{24\}$$

$$(\sigma_{11} - \sigma_{22}) = \frac{G\theta^2\dot{\gamma}^2}{(1 - 2\theta\dot{\gamma})(1 + 2\theta\dot{\gamma})} \quad \{25\}$$

avec K : constante

$\langle r^2 \rangle_0$  : distance au temps 0

G : module de relaxation

L'épaisseur de la couche solidifiée  $y^*$  est obtenue en résolvant l'équation de la chaleur:

$$y^* = At^{1/2} \quad \{26\}$$

A est une constante qui dépend des températures d'outillage et de polymère, des propriétés thermiques du matériau. En pratique A est estimé en substituant la demie épaisseur B à  $y^*$  et le temps de refroidissement à t.

DIETZ, WHITE et CLARK [50] utilisent une loi de comportement pseudoplastique pour déterminer les champs de vitesses et contraintes générés durant le remplissage. La première différence de contraintes normales est reliée empiriquement à la contrainte de cisaillement. L'épaisseur de couche solidifiée est exprimée en fonction du temps de contact entre le polymère et la paroi. Le polymère fondu est supposé se relaxer suivant un modèle de Maxwell. Le champ de contraintes est relié à la biréfringence par une loi rhéologique-optique du type :

$$\Delta n = C(\sigma_i - \sigma_j) \quad \{27\}$$

où C est le coefficient photoélastique du polymère.

$\sigma_i$  et  $\sigma_j$  les contraintes principales

GREEN et PEARSON [54] introduisent un paramètre de modification structurale dans la loi de comportement du polymère, et obtiennent une bonne corrélation entre le calcul et les mesures expérimentales de biréfringence.

KAMAL et LAFLEUR [51 à 53] préfèrent un modèle de Maxwell modifié par WHITE-METZNER pour tenir compte de la dépendance de la viscosité et du temps de relaxation en fonction du gradient de vitesse.

### 3.1.3. Conclusion sur l'orientation moléculaire

L'orientation moléculaire et, d'une manière plus générale, l'ensemble des contraintes résiduelles d'écoulement vont fortement influencer la géométrie globale de la pièce en provoquant une anisotropie plus ou moins marquée des retraits, d'autant plus marquée qu'elle dépendra :

- de la morphologie du polymère (par la présence de charge ou de renfort), de la variation structurale dans le sens de l'orientation (notamment de la structure cristalline),
- de la géométrie de la pièce (en particulier la relation entre la forme de l'objet et son point d'alimentation),
- des paramètres de transformation où la thermique et les vitesses de remplissage influencent fortement l'état d'orientation et les effets de relaxation.

### 3.2. La phase de compactage/maintien

C'est elle qui détermine la qualité dimensionnelle des pièces injectées. Son rôle est de compenser des retraits thermiques, elle influence l'état de contraintes dans la pièce. Nous avons vu précédemment qu'il subsiste à la fin du remplissage de l'empreinte des contraintes de cisaillement figées par le refroidissement rapide en paroi alors que les contraintes de coeur ont la possibilité de se relaxer. La phase de compactage/maintien est une phase de solidification sous pression. A ce stade deux phénomènes interviennent : d'une part la création de contraintes dues aux retraits engendrés par le refroidissement, d'autre part la génération de contraintes de "pression figée", résultat de la transformation des pressions de compactage/maintien en contraintes [108].

#### 3.2.1. Equations générales et hypothèses

Le modèle de HUIILLIER et LENFANT, appliqué au compactage d'une plaque (figure 1.8) permet d'expliquer le principe général du calcul.

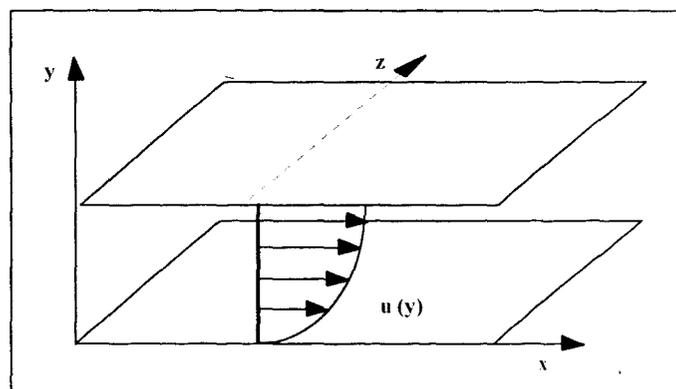


Fig 1.8 : Compactage d'une plaque entre deux plans parallèles

L'hypothèse cinématique est la suivante :

$$\vec{u} \begin{cases} u(y) \\ v = 0 \\ w = 0 \end{cases}$$

Les forces de masse et d'inertie sont négligeables devant les forces de viscosité. On suppose le matériau Newtonien. La pression ne dépend donc que de la position dans la direction de l'écoulement soit  $P=f(x)$  et l'équation de l'équilibre dynamique est réduite à :

$$\frac{du}{dy} = \frac{dP}{dx} \cdot \frac{y}{\eta(y,x)} \quad \{28\}$$

La condition limite de non glissement à la paroi s'écrit  $u(y)=0$  où  $y$  est l'ordonnée de l'interface solide-liquide qui varie avec le temps.

L'équation simplifiée de la chaleur s'écrit :

$$\rho c \left( \frac{\partial T}{\partial t} + u \frac{\partial T}{\partial x} \right) = k \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} + \dot{W} + \dot{W}(\Delta H) \quad \{29\}$$

où  $\dot{W}(\Delta H)$  est le dégagement de chaleur d'origine enthalpique due à la cristallisation pour les polymères semi-cristallins.

$$\dot{W}(\Delta H) = \rho_c \Delta H_c \left( \frac{d\tau}{dt} \right)_{T,P} \quad \{30\}$$

Avec  $\rho_c$  la densité de la phase cristalline

$\Delta H_c$  l'enthalpie de cristallisation par unité de masse

$\frac{d\tau}{dt}$  cinétique de cristallisation

le comportement thermodynamique est décrit par :

Une équation d'état  $P=f(V,T)$  qui permet de déterminer le champ de pressions à un instant donné :

$$V(P,T) = f(T) \left[ 1 - C \ln \left( 1 + \frac{P}{g(T)} \right) \right] \quad \{31\}$$

où  $V(P,T)$  est le volume spécifique de la phase amorphe

$f$  et  $g$  sont les fonctions de la température.

**3.2.2. Les retraits thermiques et les contraintes associées**

Les retraits thermiques sont une des composantes majeures de la génération des contraintes résiduelles dans les pièces injectées. Ils agissent depuis le remplissage de l'empreinte jusqu'au retour à la température de conditionnement (température ambiante) après éjection de la pièce et dépendent de nombreux facteurs interdépendants (morphologiques, géométriques et de mise en oeuvre).

**3.2.2.1. Approche phénoménologique**

Les contraintes d'origine thermiques sont attribuées au refroidissement rapide et hétérogène de la pièce. La solidification successive de couches superposées de polymère progressant de la paroi vers le coeur entraîne des contractions volumiques différentes qui, liées aux effets de la pression dans l'empreinte, aboutissent à la génération de contraintes internes.

Le retrait n'explique pas à lui seul la présence de contraintes après refroidissement. Il faut en effet prendre en considération les propriétés élastiques du matériau et leur dépendance avec le temps et la température pour convertir des contraintes thermiques temporaires qui n'agissent que durant le refroidissement de la pièce en contraintes permanentes.

Le processus peut être mis en évidence par une trempe de la pièce ou encore en ignorant son compactage. A la fin du remplissage on relève dans l'épaisseur de la pièce un champ de températures de forme parabolique (figure 1.9a). Si on décompose l'élément chaque élément en couches superposables chacune située sur une isotherme de refroidissement et que l'on considère les couches indépendantes les unes par rapport aux autres, on obtient un profil de retraits parabolique (figure 1.9b). En réalité, le couplage mécanique des couches entraîne, lorsque l'on admet que l'épaisseur est très petite devant les autres dimensions, un retrait plus ou moins uniforme de l'ensemble des couches, avec apparition d'un profil parabolique de contraintes (figure 1.9c) avec une composante compressive en peau et extensive en coeur [46].

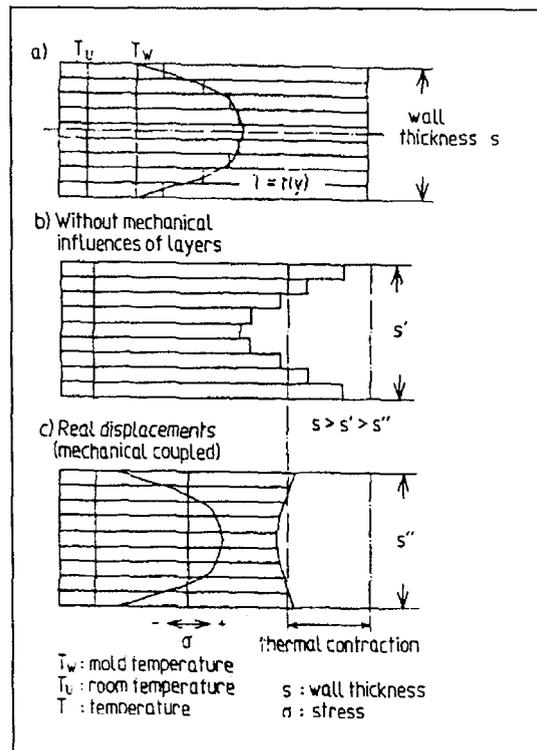


Fig 1.9 : Développement des contraintes thermiques d'après [101].

Pour les polymères amorphes, le domaine de solidification est généralement caractérisé par une température voisine ou égale à la température de transition vitreuse ( $T_g$ ) [99]. Le cas des polymères semi-cristallins est plus complexe puisqu'il faut considérer les températures de cristallisation qui dépendent directement des vitesses de refroidissement. Le retrait est alors nécessairement hétérogène mais on obtient toutefois le même genre de distribution des contraintes. Ce type d'analyse manque néanmoins de rigueur lorsqu'il est appliqué au procédé d'injection, il ne rend en effet pas compte des effets de la pression de compactage et de maintien qui se forcent à appliquer la gaine solide de peau contre les parois de l'empreinte empêchant ainsi tout retrait libre. D'autre part, il serait nécessaire de considérer les effets de relaxation et de densification qui apparaissent dès le début de la solidification du polymère.

L'ordre de grandeur des contraintes résiduelles est généralement de 1 à 10 MPa, par exemple des mesures réalisées sur un polyamide 6 dans des conditions standards de transformation montrèrent des valeurs comprises entre -6,5 MPa en peau et 3,5 MPa en coeur [43]. En fonction des conditions de mise en oeuvre ces grandeurs peuvent augmenter considérablement, voire modifier leur distribution par un changement de signe entre la peau et le coeur comme le montrent SIGMANN et al [102-104]

Le niveau de contraintes est largement affecté par le couple temps-température qui agit directement sur les effets de relaxation, IACOPI et WHITE [105,106] ont montré sur un PS (polystyrène) et un PC (polycarbonate), une diminution des contraintes avec le temps de

stockage, le phénomène s'accélérateur au dessus de la température de transition vitreuse, en particulier lors d'un recuit ou d'un essai de fatigue (figure 1.10).

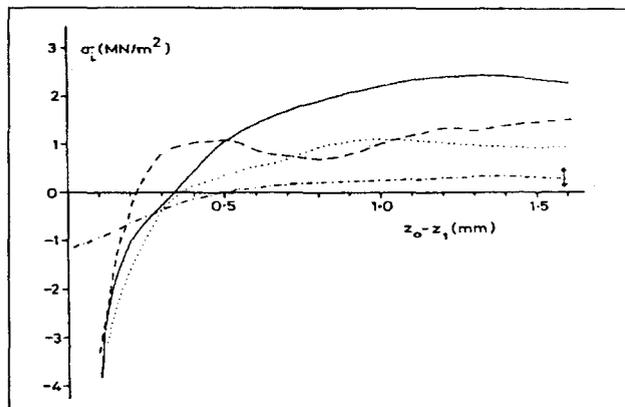


Fig 1.10 : Distribution des contraintes résiduelles dans un échantillon de polystyrène [105]

— stocké à -85°C puis testé dès retour à température ambiante.

..... stocké à -85°C et testé après 16 h à 23°C,

- - stocké à -85°C et testé après un recuit de 5 h à 82°C et refroidissement lent.

---- stocké à -85°C et testé après fatigue cyclique à 23°C  $\Delta\sigma$  8 MPa pendant 16 h.

### 3.2.2.2. Approche théorique des mécanismes générateurs des contraintes thermiques

Les premières approches théoriques sont basées sur le calcul des contraintes de refroidissement dans la technologie de transformation de feuilles de verre. Ainsi, AGGARWALA et SAIBEL [122] adaptent en 1961 un modèle viscoélastique au problème posé par les contraintes de solidification dans les matières plastiques pour le cas des polymères amorphes. Ils supposent une thermoélasticité constante, des paramètres de conduction constants aussi bien au dessus qu'en dessous de  $T_g$  avec seul un changement à  $T_g$  négligeant ainsi les modifications volumiques.

Puis, STRUIK [55] affine la méthode d'analyse en introduisant, la thermodépendance des propriétés mécaniques, les problèmes liés aux phénomènes de relaxation et la dilatation thermique. Ces grandeurs sont incorporées au modèle sous la forme de fonctions transitoires et valeurs locales.

TITOMANLIO et al s'intéressent aux mécanismes spécifiques du procédé d'injection en étudiant les effets de la pression sur la génération des contraintes. Ils mettent l'accent sur la phase de compactage en choisissant un comportement thermoélastique simple du matériau. A partir de la fin de la phase de remplissage, une pression interne (compactage et maintien) oblige la gaine solide à adhérer aux parois de l'empreinte. Il s'exerce alors dans le polymère

fondu une force proportionnelle à la pression interne et à la section de la veine fluide (figure 1.11).

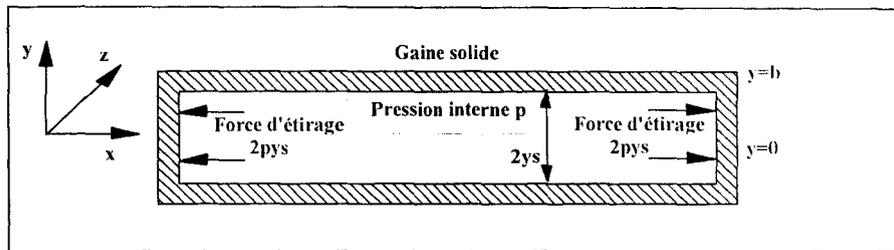


Fig 1.11 : Effet de la pression interne durant le refroidissement [100].

A chaque instant du refroidissement la distribution de contraintes des couches solidifiées doit être équilibrée avec les forces externes liées à :

- la pression interne du polymère,
- l'interaction entre la gaine solide et l'empreinte.

La distribution de contraintes dépend de la distribution de la déformation des différentes couches solidifiées qui pour un polymère amorphe, s'exprime de la façon suivante :

$$\varepsilon_x = \frac{1}{E} [(1 + \nu)\sigma_x - 3\nu\sigma] + \int_{T_s}^T \alpha(T) dT \quad \{32\}$$

où  $\alpha$  est le coefficient de dilatation linéaire

$\sigma_x$  la composante de contrainte normale locale dans la direction x

$\sigma$  est 1/3 de la trace du tenseur des contraintes

E le module d'Young

$\nu$  le coefficient de Poisson.

En considérant la contrainte normale suivant l'axe z équivalente à  $\sigma_x$  et en négligeant les contraintes normales dans le polymère fondu, on montre que :

$$\sigma = \frac{2\sigma_x - p}{3} \quad \{33\}$$

Avec p : pression dans la veine fluide

A l'interface solide - liquide la solidification s'établit sous une pression hydrostatique telle que les trois composantes de  $[\sigma]$  sont égales à -p.

Alors pour  $y = y_s$  position du front de solidification par rapport à l'axe moyen:

$$\varepsilon_x = \frac{2\nu-1}{E} p(t) \quad \{34\}$$

La distribution de contraintes évolue dans le temps pour maintenir les dimensions de la plaque indépendantes de l'épaisseur  $y$  :

$$\varepsilon_x(t, y) = (1 - \nu)S + \nu P + \varepsilon_T \quad \{35\}$$

$$S = \frac{\sigma_x}{E} \quad P = \frac{p}{E} \quad \varepsilon_T = \int_{T_s}^T \alpha(T) dT$$

A l'interface solide-liquide on a :

$$\varepsilon_x(t_y, y) = (2\nu - 1) \cdot P(t_y) \quad \{36\}$$

où  $t_y$  est le temps correspondant à la solidification à la cote  $y$ .

L'auteur décrit l'équilibre entre la distribution de contraintes internes et les forces nécessaires à plaquer la gaine solide sur les parois de l'empreinte pendant la phase de maintien par la relation :

$$\int_y^b \sigma_x(y) dy = py + \text{interactions polymère} \Leftrightarrow \text{moule} \quad \{37\}$$

Les interactions sont nulles lorsque le retrait agit, et s'établissent lorsque le polymère solide est en contact avec la paroi.

Le calcul s'effectue en couplant les relations {35} {36} et {37} aux équations de transfert thermique unidirectionnel par conduction et à l'histoire thermomécanique du matériau.

JANSEN [107] utilise une version légèrement simplifiée de ce modèle pour comparer les résultats du calcul avec des mesures expérimentales. Il exprime la déformation des couches solidifiées, appelée déformation figée, donnée par l'équation {34} en fonction d'une pression  $P_f$  égale à la pression à l'interface solide-liquide soit :

$$\varepsilon_{ii}(y) = -\frac{1-2\nu}{E} P_f(y) \quad \{38\}$$

Avec le couplage mécanique des différentes couches, on admet que la pièce supporte un retrait (ou expansion) uniforme après éjection, et proportionnel à la pression  $P_f$  moyennée de toutes les couches. Comme on peut considérer l'épaisseur très faible devant les autres

dimensions on conserve l'hypothèse que les contraintes dans cette direction peuvent être négligées ( $\sigma_{yy}=0$  et  $\sigma_{xx}=\sigma_{zz}$ ). Les contraintes résiduelles induites par la pression s'expriment donc par la relation :

$$\sigma_{xx}(y) = \sigma_{zz}(y) = -\frac{(1-2\nu)[P_f(y) - \bar{P}_f(y)]}{(1-\nu)} \quad \{39\}$$

Cette équation satisfait la condition d'équilibre  $\int \sigma_{ii} dy = 0$

On peut noter, comme dans le cas précédent, que les contraintes induites par la pression sont indépendantes du module d'élasticité E. On admet que le module de chaque couche qui vient de se solidifier est égal au module moyen lors de l'éjection.

Pour déterminer la pression d'interface  $P_f$ , on peut partir de courbes expérimentales ou de résultats de simulation que l'on découpe en trois phases :

$$P(t) \begin{cases} I: \text{Remplissage } 0 \leq t \leq t_0 \rightarrow P_0 \\ II: \text{Maintien } t_0 \leq t \leq t_1 \rightarrow P_m \\ III: \text{Refroidissement } t \geq t_1 \rightarrow P_\infty + (P_m - P_\infty) \cdot e^{-\pi^2(t-t_1)/4} \end{cases} \quad \{40\}$$

La pression  $P_f$  s'obtient en traçant les courbes de pressions en fonction des couches solidifiées issues des résultats expérimentaux ou d'un calcul thermique. Le profil de contraintes obtenu montre que l'effet de contrainte compressive apparaît sous la peau (figure 1.12), c'est à dire à la fin du remplissage délimité par la zone I, les contraintes d'écoulement n'étant pas prises en considération dans cette démarche.

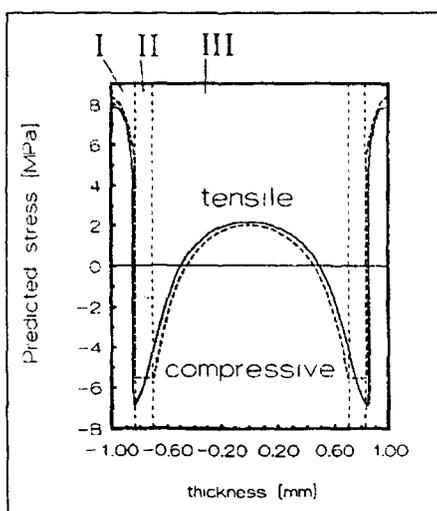


Fig 1.12 : Calcul de la distribution de contraintes dans l'épaisseur d'après [107].

Ligne pleine : pressions tirées de courbes expérimentales

Ligne pointillée : pression résultant d'un calcul

Le facteur  $(1-\nu)^{-1}$  n'est pas pris en compte.

Enfin, F. BOITOUT [99, 108] modélise le mécanisme de génération des contraintes en introduisant au modèle la déformation élastique de l'empreinte due au compactage et au maintien ainsi qu'à la réaction du système de verrouillage. Il montre l'influence de ces grandeurs sur les niveaux de contrainte.

### 3.3. Le refroidissement

On distingue à ce stade deux phases, le refroidissement dans le moule et le refroidissement hors du moule.

Le refroidissement dans le moule s'effectue en partie sous pression dans la phase de compactage/maintien jusqu'au figeage du seuil puis la pression interne dans la pièce chute rapidement jusqu'au moment de l'éjection.(figure 1.14).

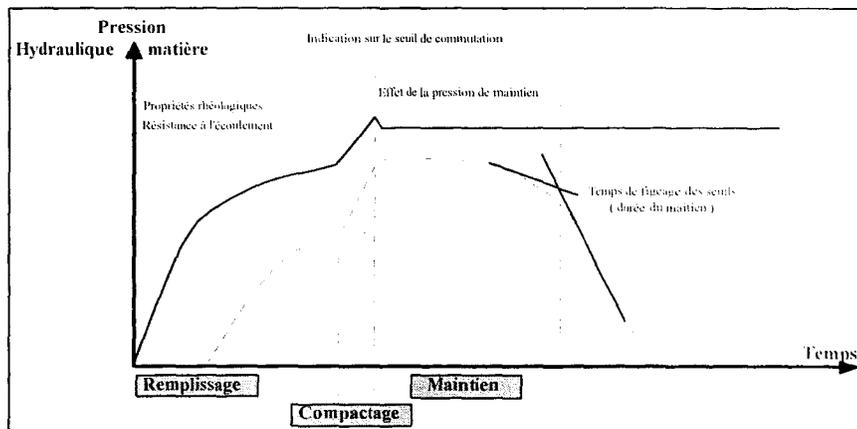


Fig 1.13 : Analyse du cycle de moulage par les graphes de pressions

On considère généralement que la pièce maintient un contact collant avec l'empreinte jusqu'au moment de l'éjection même si en réalité on a des décollements locaux qui modifient les transferts thermiques et induisent une dissymétrie locale de refroidissement.

Dans l'outillage, la phase de refroidissement (après cessation de la phase de maintien) de la pièce se limite à un échange thermique entre la pièce et l'outillage par conduction, soit pour un cas unidimensionnel :

$$\frac{\partial T}{\partial t} = a \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} ; \text{ avec } a = \frac{k}{\rho c} \quad \{41\}$$

et à un échange thermique entre l'acier et le liquide de refroidissement où la quantité de chaleur à évacuer entre chaque cycle peut être estimée à partir de la relation suivante :

$$Q = P_s c N (T_i - T_m) \quad \{42\}$$

avec :  $T_i$  : température injection,

$T_m$  température à l'éjection,

$N$  nombre de moulées à l'heure,  $P_s$  le poids de la moulée et  $c$  la chaleur spécifique

Le refroidissement hors du moule se limite à un échange convectif et radiatif dont le coefficient de transfert thermique est alors égal à la somme des coefficients de transfert thermique par rayonnement et par conduction. Le calcul des contraintes résiduelles s'effectue alors en utilisant des lois de comportement thermoélastiques de type [46.58]:

$$\begin{bmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} Q_{11} & Q_{12} & 0 \\ Q_{12} & Q_{22} & 0 \\ 0 & 0 & Q_{66} \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} \varepsilon_{11} - \alpha_{11}(T - T_0) \\ \varepsilon_{22} - \alpha_{22}(T - T_0) \\ 2\varepsilon_{12} \end{bmatrix} \quad \{43\}$$

où  $Q_{11} = \frac{E_1}{1 - \nu_{12}\nu_{21}}$      $Q_{22} = \frac{E_2}{1 - \nu_{12}\nu_{21}}$

$$Q_{12} = \frac{\nu_{12}E_2}{1 - \nu_{12}\nu_{21}} = \frac{\nu_{21}E_1}{1 - \nu_{12}\nu_{21}} \quad Q_{66} = G_{12}$$

Avec  $T$  la température du matériau

$T_0$  la température initiale

$\alpha_{ij}$  le vecteur de dilatation thermique

$\nu$  le coefficient de Poisson

$E_i$  module d'élasticité dans la direction  $i$

On utilise également des lois viscoélastiques de type BURGERS ( éléments de Maxwell et Voigt en série), WEICHERT (éléments de Maxwell en série) ou encore KELVIN-VOIGT, des lois thermoviscoélastiques avec l'introduction de la fonction de relaxation.

#### **4. Les paramètres d'influence du retrait thermique**

Les gradients thermiques développés lors du cycle d'injection sont responsables de retraites thermiques différentiels qui génèrent des contraintes résiduelles dans la pièce. Ces contraintes sont généralement supérieures d'une décade aux contraintes d'écoulement figées et participent en grande partie à la déformation. Comme pour les phénomènes d'orientation

moléculaire, l'anisotropie des retraits est fortement influencée par la morphologie du polymère, la géométrie de la pièce et la construction de l'outillage notamment la conception des circuits de refroidissement, et enfin par le procédé.

#### **4.1. Influence de la morphologie**

L'analyse du comportement thermique des polymères thermoplastiques montre un changement d'état autour d'une température de transition appelée température de transition vitreuse ( $T_g$ ). En deçà de cette température les polymères sont rigides tandis qu'au delà ils ont un comportement caoutchoucique voire très visqueux.

Ce changement d'état se caractérise par une discontinuité de la courbe de variation de volume spécifique avec la température comme le montre la figure 1.14. À l'état fondu les polymères thermoplastiques ont une structure amorphe. Les molécules peuvent se déplacer librement les unes par rapport aux autres sous l'influence de l'agitation thermique, c'est un mouvement appelé macrobrownien. Lorsque la température diminue, les possibilités d'extension et de repliement des chaînes deviennent de plus en plus limitées, les chaînes prennent un grand nombre de conformations mais sur un nombre limité de segments, c'est le mouvement microbrownien. La fréquence de ces changements de conformation varie très rapidement avec la température et au voisinage de  $T_g$  la probabilité d'un changement de conformation devient très faible ce qui explique la discontinuité de la courbe.

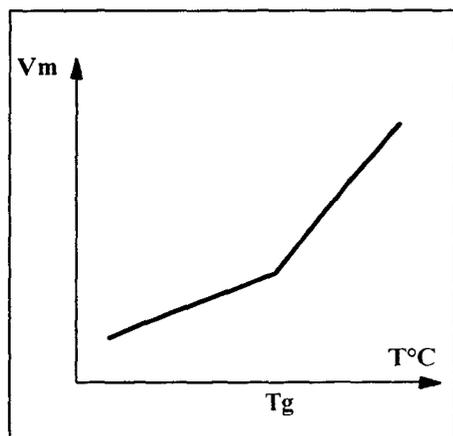


Fig 1.14 : Variation du volume spécifique avec la température : polymère amorphe.

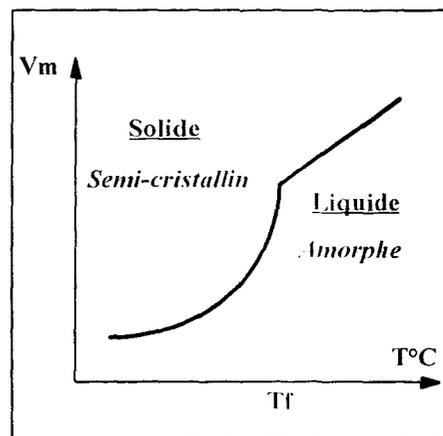


Fig 1.15 : Variation du volume spécifique avec la température : polymère semi-cristallin

Pour un polymère semi-cristallin le changement d'état est assimilable à la fusion des cristaux. Sous l'effet de la chaleur les zones cristallines subissent une désorganisation totale, les interactions moléculaires sont rompues lorsque l'énergie est suffisante. La cohésion entre

les chaînes disparaît brusquement, les petits cristallites fondent avant les gros donnant l'allure de courbe présentée sur la figure 1.15.

Il apparaît donc clairement que la nature, en particulier la structure des matériaux auront une grande influence sur la variation volumique de la pièce entre la température de transformation et la température d'utilisation. Le passage de l'état fondu à l'état solide d'un polymère amorphe ne s'accompagne alors d'aucune variation structurale. l'amplitude de l'écart de volume spécifique reste faible entre ces deux états. A l'inverse, les arrangements locaux des chaînes macromoléculaires des polymères semi-cristallins se traduisent par une différence importante du volume spécifique entre l'état fondu et l'état solide.

L'exemple des polymères semi-cristallins est particulièrement représentatif des problèmes posés. R. PAUKKERI [9,10] étudie l'influence de la morphologie d'un polypropylène sur sa cristallisation. Il montre que sa configuration stérique, notamment l'isotacticité, influence pleinement l'état cristallin et la température de cristallisation. En fait, la configuration stérique joue directement sur la taille du cristal, l'épaisseur des lamelles et le nombre de motifs dans le repliement des segments [11].

FRANBOURG et RIETSCH [25] remarquent que le nombre et la taille des sphérolites sont nettement influencés par la température du polymère. L'étude menée sur un POM (poly-oxy-méthylène) et un PEEK (poly-ether-ether-cétone) montre que pour une température de polymère inférieure à la température d'équilibre thermodynamique (température à laquelle fondrait un polymère 100 % cristallin) on obtient de petites sphérolites et inversement pour une température supérieure à  $T^{\circ}m$  on obtient des sphérolites de grosses tailles.

La masse moléculaire intervient sur la cristallinité mais l'effet est moins prononcé à l'exception des faibles masses [9].

Le procédé de transformation contribue largement à la construction de l'édifice cristallin d'une pièce injectée. Les écoulements (débits, contraintes de cisaillement), la thermique, les pressions (remplissage, compactage, maintien) et la géométrie des pièces (surfaces libres [17], état de surface des outillages) sont autant de paramètres fondamentaux agissant sur la structure des pièces. Ainsi, FLEISCHMANN et KOPPELMANN [18] mettent en évidence l'influence du taux de cisaillement et de la vitesse de refroidissement la structure d'un polypropylène isotactique . L'orientation moléculaire provoquée par un écoulement a pour effet [18] :

- ⇒ d'augmenter le nombre de germes et diminuer la taille des arrangements cristallins,
- ⇒ de disposer les germes parallèlement à l'écoulement,

⇒ d'entraîner une croissance anisotrope des cristaux [21].

Pour des écoulements d'intensité croissante, on observe les morphologies suivantes [20]:

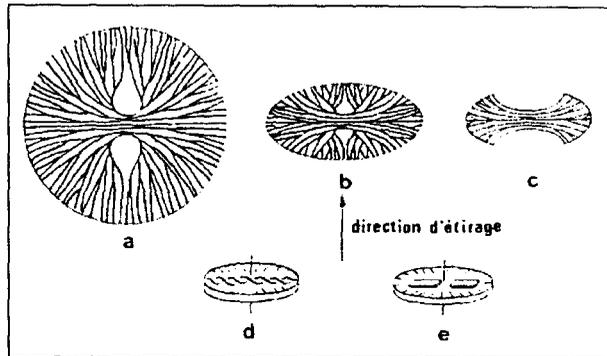


Fig 1.16 : Evolution des morphologies cristallines en fonction de l'intensité de l'écoulement [20].

Sphérolite (a), sphérolite plate en ellipsoïde (b), disque de section axiale en forme de gerbes (c).

modèle de KELLER aux contraintes moyennes (13d) aux fortes contraintes (13e)

Du point de vue thermique le procédé d'injection impose au polymère des vitesses de refroidissement élevées de l'ordre de 1 à 100 °C/s [12] et hétérogènes. Les cristaux en croissance rencontrent des gradients thermiques qui affecteront leur vitesse de croissance. Le couplage des effets mécaniques et thermiques complique encore les phénomènes morphologiques. BOWMAN [22] a notamment mis en évidence l'étroite relation entre les phénomènes thermomécaniques développés lors de l'injection et la microstructure et la texture cristalline sur un TPX (poly-4-méthyl pentène-1) de ICI sur des éprouvettes ISO.

L'influence du niveau de pression sur le taux de cristallinité d'une pièce injectée en polypropylène laisse apparaître deux effets [23,24] :

⇒ le taux global de cristallinité décroît avec le niveau de pression de maintien dans l'épaisseur de la pièce,

⇒ l'effet de trempe sous haute pression pendant le compactage confère un minimum de taux de cristallinité sous la peau (figure 1.17).

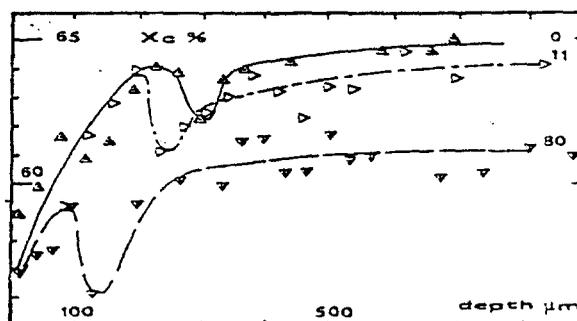


Fig 1.17 : Evolution du taux de cristallinité dans l'épaisseur d'une pièce en polypropylène injectée à différents niveaux de pression [23].

L'état de surface des empreintes joue également un rôle important sur la germination. Un grand nombre de germes est créé en surface, leur croissance est unidirectionnelle et perpendiculaire à cette surface [20].

#### **4.2. Les polymères chargés ou renforcés**

Dans un grand nombre d'applications industrielles les polymères thermoplastiques sont chargés ou renforcés dans le but d'améliorer leurs propriétés thermiques, mécaniques ou pour leur intérêt économique.

Selon la nature et la géométrie de la charge, selon son taux vis à vis du polymère, la structure même de la matière sera affectée.

Les renforts fibreux : Ce sont généralement de fibres de verre courtes (500 µm de long, 10 µm de diamètre) et sont incorporées à des taux massique de 20 à 40 %. La nature minérale des renforts et des charges en général les rend insensibles aux phénomènes thermiques de dilatation dans la gamme de températures considérée en injection. Ils ne sont donc pas affectés par un retrait et ont alors pour effet de diminuer celui du polymère dans une proportion directement liée au taux volumique incorporé. Dans le cas d'un matériau parfaitement isotrope, on peut estimer que le retrait volumique du polymère renforcé est directement proportionnel au taux de fibres en volume dans la matrice de polymère et au retrait volumique du polymère seul.

Cependant, la géométrie des renforts induit une forte anisotropie des retraits provenant de leur orientation influencée d'une part par la géométrie de la pièce et d'autre part par les conditions de transformation.

VINCENT [27] montre que l'orientation des fibres varie avec le type d'écoulement rencontré :

⇒ un écoulement élongationnel positif dans une géométrie convergente oriente les fibres parallèlement à la direction de l'écoulement,

⇒ un écoulement élongationnel négatif dans une géométrie divergente oriente les fibres perpendiculairement à l'écoulement,

⇒ l'écoulement de cisaillement contribue à une orientation dans la direction de l'écoulement.

L'étude menée sur des disques injectés en polypropylène renforcé révèle une structure symétrique multicouche de la pièce en cinq couches distinctes [27,28] :

- ⇒ une orientation des fibres aléatoire parallèlement à la surface en peau,
- ⇒ une orientation très marquée dans le sens de l'écoulement dans la zone sous peau,
- ⇒ une orientation perpendiculaire à la direction de l'écoulement à coeur.

L'anisotropie prononcée des retraits des polymères renforcés de fibres de verre courtes a été particulièrement mise en évidence par LEE et al [29] sur des barreaux injectés en Nylon 6 et PET. Elle est d'autant plus élevée que l'écoulement rencontrera des obstacles (inserts, nervures, changement de direction, ...) lors du remplissage de l'empreinte.

Les charges pulvérulentes : Elles sont insensibles aux dilatations thermiques et limitent le retrait volumique des pièces. On trouve :

Le talc ( $Mg_3 Si_4 O_{10} (OH)_2$ ) qui se présente sous la forme de plaquettes longues et fines. Elles ont tendance à s'orienter dans la direction du flux et parallèlement à la surface lors de l'injection. L'orientation la plus marquée se trouve dans la zone sous peau, la zone de coeur montrant une orientation plus aléatoire [30]. Très utilisé dans le polypropylène, il sert aussi d'agent de nucléation à des taux massiques de l'ordre de 0,5 %. Bien que l'orientation ne semble pas influencer le retrait, le polypropylène chargé talc présente une orientation préférentielle des cristallites dans la direction de l'épaisseur [30,31].

Le carbonate de calcium ( $Ca CO_3$ ) compte parmi les charges les plus utilisées car peu onéreuses. Il se présente sous la forme de poudre de 0,05 à 1,6  $\mu m$ .

Le Mica qui est un silicate de potassium et d'aluminium, il est utilisé avec un agent de couplage à base de silane pour améliorer les propriétés en flexion du polypropylène. Ces charges au même titre que le talc limitent le retrait volumique mais n'ont pas l'inconvénient d'influencer l'état d'orientation des cristallites dans le polypropylène [30].

Les poudres métalliques à base de cuivre ou de fer améliorent la conductivité thermique du polymère, elles diminuent fortement l'anisotropie du retrait. la diminution du retrait et du post-retrait dépend du taux de charges métalliques [32].

### **4.3. Influence de la géométrie des pièces**

La forme de l'objet, ses variations d'épaisseur, la géométrie et la position des seuils d'alimentation, les déformations de l'outillage, les sections et positions des canaux de refroidissement, la présence d'inserts ou de broches sont autant de facteurs qui influencent les retraits locaux et, par conséquent la géométrie de la pièce.

La diversité des formes rencontrées sur les pièces injectées et la forte dépendance vis à vis des conditions de transformation ne permettent pas de faire une étude exhaustive des paramètres d'influence. On peut toutefois dégager les tendances principales sur des géométries élémentaires pour expliquer les phénomènes rencontrés.

⇒ Un élément parallélépipédique : les variations dimensionnelles d'une plaque se définissent par le retrait libre sur ses trois dimensions.

⇒ Cas du quart de cercle : un élément injecté en quart de cercle subit un retrait dans les trois directions :

- $R_r$  : retrait radial,
- $R_t$  : retrait tangentiel,
- $R_e$  : retrait sur l'épaisseur.

Ces trois composantes agissent simultanément pour donner deux types de déformations :

- une variation de l'angle droit du quart de cercle sous l'effet de la variation de la longueur circonférentielle,

- un gauchissement de la surface provoqué par la différence entre le retrait radial et tangentiel.

⇒ Cas d'un disque : le cas d'un disque s'apparente à celui du quart de cercle, on peut néanmoins dissocier la position de l'alimentation et introduire la notion de retrait différentiel provoqué par les écoulements [33]. Dans le cas d'un retrait plus faible dans le sens de l'écoulement, pour un disque alimenté sur un bord, on observe une ovalisation (figure 1.18a).

Si l'attaque est centrale, l'angle formé par un élément de surface  $OMN$  se ferme, des tensions apparaissent dans le travers  $M'N'$ . Si le disque restait plan, une circonférence de rayon  $OA$  égal à la hauteur de l'élément triangulaire  $OM'N'$  deviendrait trop grande. On note alors une déformation du disque en calotte sphérique pour que la fibre circulaire corresponde au retrait dans le perpendiculaire à l'écoulement (sens radial). La fibre  $CDE$  doit alors s'incurver (figure 1.18b).

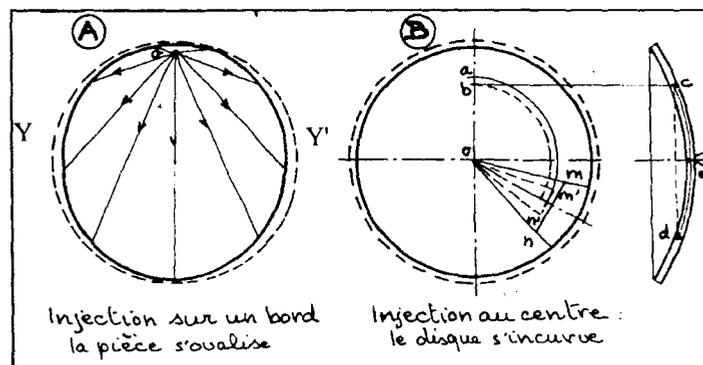


Fig 1.18 : Variation géométrique d'un disque, (a) alimenté sur un bord,

(b) alimenté au centre ; cas d'un retrait plus faible dans la sens de l'écoulement.

Le retrait est plus fort dans le sens de l'écoulement, ce qui est le cas le plus courant pour des polymères à structure cristalline où la masse volumique est plus élevée dans le sens de l'orientation des cristaux. L'alimentation sur un bord ovalise le disque suivant la direction  $XX'$  (figure 1.19b). L'alimentation centrale provoque un excédent de longueur d'arc  $OAB$ , il y a distorsion du disque (figure 1.19a)

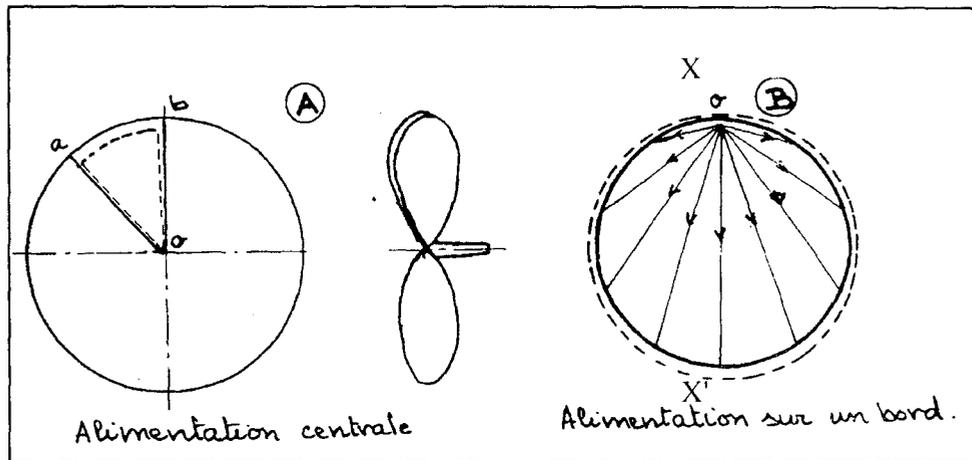


Fig 1.19 : Variation géométrique d'un disque, (a) alimenté au centre, (b) alimenté sur un bord ; Cas d'un retrait plus fort dans le sens de l'écoulement.

Les variations géométriques de ces éléments simples sont bien entendu fortement influencées par la nature du polymère, par la présence de charges, par les conditions de moulage, selon que les retraits sont libres ou non et sont fonction de l'épaisseur des pièces. En effet, le retrait au moulage correspond essentiellement à un écart de volume libre du matériau et varie donc en fonction de l'épaisseur locale de la pièce. Le retrait au moulage est une fonction croissante de l'épaisseur, son évolution dépend de la nature de la matière. Ainsi, pour un polymère semi-cristallin les cinétiques de cristallisation sont différentes selon les vitesses de refroidissement (zone peau ou zone coeur), plus la pièce est épaisse plus la zone de coeur est longue à refroidir et subit des variations volumiques importantes.

Ce comportement vis à vis de l'épaisseur justifie la règle principale de conception des pièces à savoir le maintien constant de l'épaisseur sur toute la pièce. Or il existe des cas incontournables où il y a risque d'avoir localement des sur-épaisseurs. C'est le cas d'un angle droit ou d'une nervure pour citer les deux principaux. Sur un angle droit la sur-épaisseur se situe dans l'axe de la diagonale suivant un rapport 1,4. La décomposition de l'angle en éléments de surface montre le déséquilibre de refroidissement qui résulte de cette géométrie (figure 1.20). Les retraits locaux sont donc déséquilibrés provoquant une fermeture de l'angle.

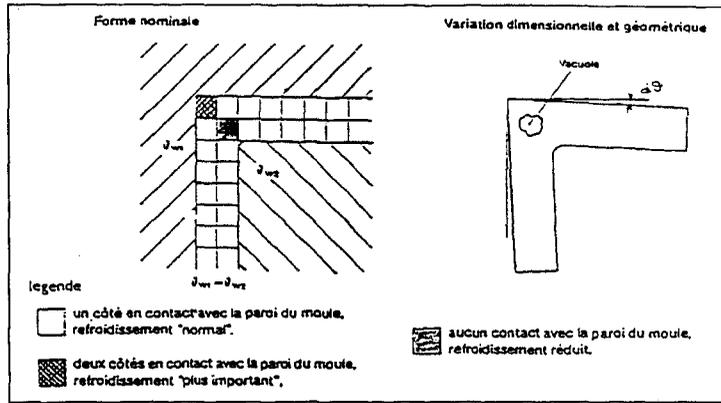


Fig 1.20 : Conséquence dimensionnelle des effets thermiques dans un angle (doc HOECHST)

La nervure crée localement une sur-épaisseur conduisant à des défauts assimilables aux précédents.

#### 4.4. Influence de l'outillage

La précision dimensionnelle des pièces dépend en grande partie de l'outillage. Le moule d'injection doit répondre aux fonctions technologiques suivantes :

- ⇒ mettre en forme le polymère fondu,
- ⇒ solidifier la masse fondue,
- ⇒ éjecter la pièce.

La conception du moule est une étape importante. La difficulté majeure réside dans la définition des tolérances d'usinage en tenant compte des nombreux paramètres d'influence du retrait. Pour obtenir une cote fonctionnelle de la pièce moulée, il est nécessaire de prendre en compte un certain nombre de variables et de suivre une démarche de conception décrite schématiquement sur la figure 1.21.

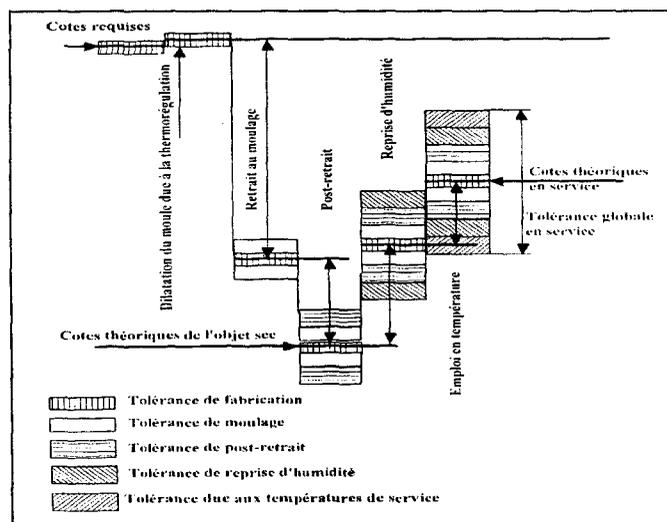


Fig 1.21 : Détermination de la cote fonctionnelle de l'outillage

Viennent s'ajouter aux défauts de conception :

- les défauts d'usure, en particulier lors de l'utilisation de polymères chargés,
- les déformations élastiques de l'outillage due à la déformation en flexion des plaques, broches, poinçons, provoquées par des pressions internes élevées et provoquant des variations locales d'épaisseur d'où des défauts d'écoulement et retraits différentiels,
- l'encrassement des circuits de refroidissement réduisant l'efficacité de la régulation thermique.

La présence d'inserts métalliques dans l'outillage contribue à modifier les retraits locaux. Ainsi, HERBERT [34] en étudiant la forme et la position des inserts sur le retrait d'un disque injecté en polyéthylène, montre que les inserts circulaires ou rectangulaires réduisent le retrait dans les zones immédiatement adjacentes aux inserts (R7, R2). Le retrait radial est bloqué par les inserts. Les inserts en forme de coin (A1, A2 figure 1.22) augmentent fortement le retrait sur une distance relativement éloignée de l'insert (R1, R3, R6).

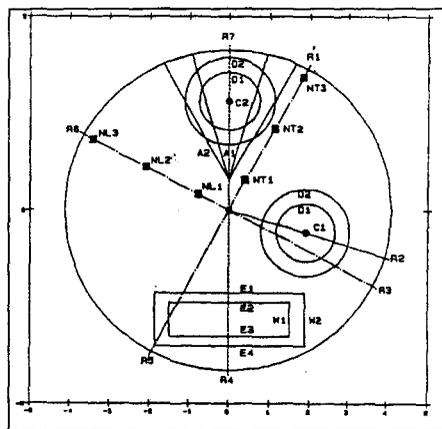


Fig 1.22 : Etude de l'effet des inserts sur un disque PE [34]

Les inserts créent par ailleurs des échanges thermiques différents du reste de l'outillage, zones chaudes pour des inserts fixes (broches de petit diamètre) sur de grandes cadences de moulage, zones froides dans le cas d'inserts en alliage de cuivre.

### 4.5. Influence des paramètres de transformation

Les paramètres de transformation sont les facteurs clés de la qualité dimensionnelle. Ils gouvernent le comportement thermodynamique de la matière pendant le moulage ainsi que la déformation des outillages. Chaque cas est un cas particulier qui dépend de la nature du matériau, de la géométrie de la pièce, de l'outillage. On peut toutefois dégager quelques tendances principales en fonction des paramètres principaux de réglage qui ont fait l'objet d'un grand nombre d'études [35 à 40].

⇒ La pression de maintien est le paramètre primordial sur le retrait. Il conditionne l'efficacité de la compensation de retrait. Il est associé au temps de maintien qui doit être suffisamment long pour compenser la diminution de volume dans l'outillage jusqu'au figeage du seuil [42].

⇒ La température de la matière a un rôle important dans la diminution du retrait car une baisse de la viscosité favorise la transmission de pression du système hydraulique (système de pilotage des presses) à l'empreinte. Elle allonge également le temps de figeage des seuils et permet de réduire les pressions de post-remplissage.

⇒ La vitesse d'injection a peu d'influence sur le retrait mais affecte les orientations moléculaires. Les polymères semi-cristallins y seront plus sensibles.

⇒ Une élévation de la température d'outillage tend à augmenter le retrait. En abaissant les vitesses de refroidissement, l'épaisseur de la couche solidifiée (liée à une variation de volume) diminue, pour un temps et une pression de maintien identiques la compensation volumique est moindre [39].

## **5. Synthèse sur la précision dimensionnelle en injection**

En résumé, les contraintes résiduelles générées lors de la mise en forme des pièces injectées sont directement liées aux paramètres de transformation et sont attribuées à deux phénomènes physiques principaux :

a) Les contraintes résiduelles d'écoulement qui naissent de l'action combinée de l'écoulement et du refroidissement, en grande partie lors de la phase de remplissage, mais également lors du compactage et du maintien. Elles induisent des orientations moléculaires qui ne participent pas directement à la déformation de la pièce mais qui se relaxent dans le temps ou lors d'un recuit. Elles génèrent une anisotropie parfois marquée des propriétés. Leur mécanisme de formation décrit par l'effet Fontaine est facilement mis en évidence par l'incorporation de traceurs dans le polymère fondu. L'orientation moléculaire dépend de la différence des contraintes principales et se modélise couramment par un modèle de Maxwell en régime stationnaire.

b) Les contraintes thermiques qui apparaissent lors du refroidissement successif des couches de polymère sont la conséquence de retraits thermiques locaux dans l'épaisseur qui sont influencés par un grand nombre de grandeurs d'entrée liées au processus. Elles dépendent des propriétés élastiques du matériau. Elles ont un profil parabolique avec une composante compressive en peau et extensive à coeur. Elles sont d'ordinaire supérieures d'une décade aux contraintes d'écoulement avec des valeurs comprises entre 1 et 10 MPa pour des conditions normales de moulage. Les modèles utilisés pour le calcul des contraintes thermiques sont

adaptés de ceux employés pour la transformation du verre. Les auteurs s'appuient en règle générale sur des lois de comportement thermoélastiques. Leur superposition avec les contraintes d'écoulement (figure 1.23) rend particulièrement complexe l'interprétation des calculs puisque la plupart des modèles ne permet pas d'analyser la contribution des phases de remplissage et compactage.

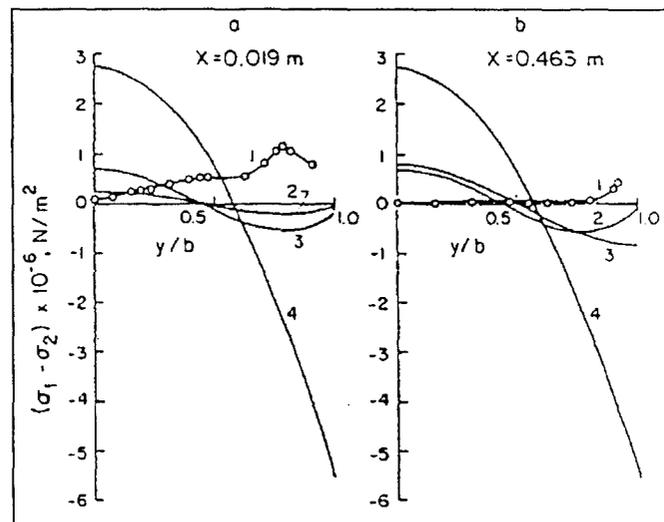


Fig 1.23 : Etat des différents niveaux de contraintes dans les pièces injectées, profil de contraintes résiduelles d'écoulement (1), contraintes résiduelles totales dans le sens parallèle à l'écoulement (2), et perpendiculaire à l'écoulement (3), profil de contraintes d'origine thermique dans un échantillon de PS trempé de 170 à 30°C (4) , près du seuil (courbe a) et loin du seuil (courbe b)

Une des difficultés majeures posée par le problème des contraintes résiduelles réside dans leur quantification expérimentale. Il existe de nombreuses méthodes d'analyse qui donnent avec plus ou moins de précision des grandeurs globales ou locales des retraits ou états de contraintes. Mais les mesures sont longues ou demandent un matériel onéreux ce qui rend difficilement transposable la validation des modèles aux cas industriels.

## 6. Les mesures expérimentales des retraits et contraintes résiduelles

Dans le chapitre suivant nous ferons une étude des principales méthodes de mesure des retraits et contraintes résiduelles afin de souligner les difficultés posées par la validation de codes de calcul informatiques pour des cas industriels.

### 6.1. Les moyens de mesure du retrait

Il n'existe pas de règles générales pour la mesure des retraits. On peut toutefois distinguer deux sous-ensembles :

- la mesure globale d'un retrait linéaire suivant une direction.
- la mesure locale d'un retrait sur un élément de volume d'une pièce.

Le premier cas fait généralement appel aux moyens métrologiques courants sélectionnés en fonction de la précision de mesure souhaitée. On peut citer pour les plus classiques les pieds à coulisse, micromètres de précision, comparateurs ...Le développement des moyens informatisés a généralisé l'utilisation d'outils de contrôle plus performants tels que les capteurs inductifs de position [56], de machines à mesurer tridimensionnelles équipées de micro palpeurs apportant une précision de l'ordre de  $10^{-5}$  mm/mm [57] ou de capteurs sans contact de type laser plus particulièrement utilisés pour la mesure de déformations [26]. Pour effectuer la mesure des grandeurs macroscopiques, les pièces sont montées sur des gabarits de contrôle spécialement adaptés à la forme de l'objet. Le montage s'effectue sur appuis fixes et la pièce est bloquée en translation par des poussoirs et plaquée sur son plan d'appui pour s'affranchir des effets de déformation.

Pour la mesure des retraits locaux, HECINI [58] a développé un méthode de mesure qui consiste à utiliser un moule gravé pour définir des fenêtres de mesure sur un plaque injectée (figure 1.24). La distance entre les gravures est mesurée grâce au déplacement d'une table à digitaliser avec une résolution de  $0,1 \mu\text{m}$ , la détection de la gravure est obtenue par un système de caméra vidéo couplée à un microscope (figure 1.25).

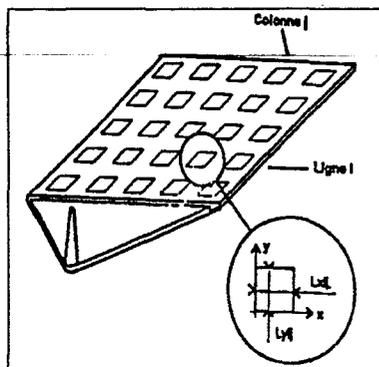


Fig 1.24 : Marquage de la plaque.

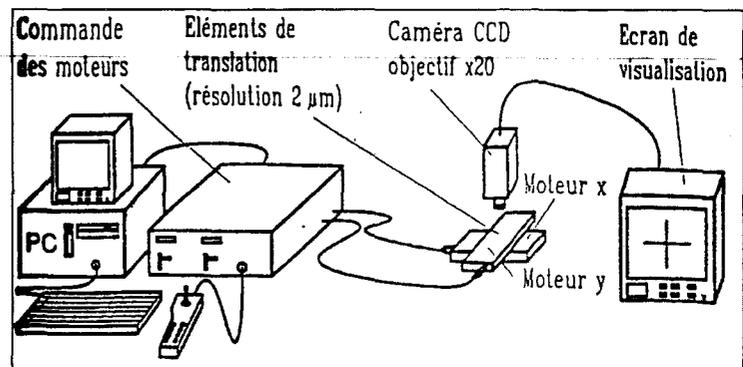


Fig 1.25 : Dispositif de mesure des retraits locaux [58].

### 6.2. Les mesures expérimentales de l'orientation moléculaire

Il existe de nombreuses méthodes de mesure de l'orientation moléculaire dans les polymères. On peut les classer en trois catégories principales selon leur principe de mesure :

- ⇒ Les méthodes optiques : dichroïsme infra-rouge, diffraction X, biréfringence,...
- ⇒ Les méthodes dilatométriques basées sur la mesure de retraits locaux.
- ⇒ Les méthodes mécaniques ou thermomécaniques.

6.2.1. Les méthodes optiques de caractérisation de l'orientation moléculaire

6.2.1.1. Description de l'orientation moléculaire

Un polymère orienté peut être assimilé à un ensemble d'unités structurales dont l'orientation est décrite par les trois angles d'EULER ( $\theta$ ,  $\phi$ ,  $\psi$ ) dans un repère orthogonal d'axes x,y,z où z représente la maille cristalline d'un polymère semi-cristallin ou l'axe de la chaîne pour un polymère amorphe (figure 1.26).

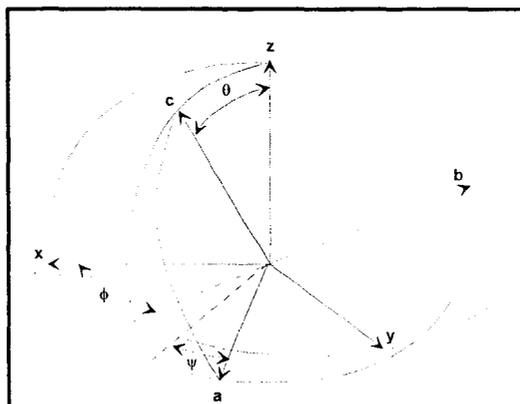


Fig 1.26 : Définition des angles d'EULER [60,61].

$\theta$  représente l'angle que font les axes c et z,  $\phi$  l'angle entre la projection de l'axe c dans le plan x,y et l'axe x,  $\psi$  décrit la rotation de la maille autour de l'axe d'étirage z. En considérant l'ensemble des unités structurales du polymère, l'orientation se traduit par une fonction de distribution  $P(\theta, \phi, \psi)$ . Dans le cas d'un étirage uniaxial, on estime que l'orientation s'effectue le long de l'axe d'étirage. Il n'y a pas d'orientation préférentielle dans le plan perpendiculaire à cette direction. La distribution des chaînes se fait de manière symétrique autour de cet axe et la fonction de distribution est ainsi réduite à la fonction  $P(\theta)$  qui rend compte de la fraction de chaînes orientées dans le sens de l'étirage [60 à 62].

Les méthodes spectroscopiques ne donnent généralement pas accès directement à la fonction de distribution  $P(\theta)$  mais donnent plus exactement des orientations moyennes. Elle s'exprime alors sous la forme polynomiale de Legendre [63] :

$$P(\theta) = \sum_{n=0}^{\infty} \left( n + \frac{1}{2} \right) \langle P_n(\cos\theta) \rangle P_n(\cos\theta) \quad \{44\}$$

où

$$P_2(\cos\theta) = \frac{1}{2} (3 \cos^2 \theta - 1) \quad \{45\}$$

$$P_4(\cos\theta) = \frac{1}{8} (35 \cos^4 \theta - 30 \cos^2 \theta + 3) \quad \{46\}$$

et les fonctions d'orientation par :

$$\langle P_n(\cos\theta) \rangle = \int_0^\pi \rho(\theta) P_n(\cos\theta) \sin\theta d\theta \quad \{47\}$$

Les termes  $P_n(\cos\theta)$  représentent les fonctions harmoniques sphériques, les coefficients  $\langle P_n(\cos\theta) \rangle$  caractérisent la distribution de l'orientation. L'ordre 0 correspond au cas isotrope, le coefficient d'ordre 2 est connu sous le nom de fonction d'orientation d'HERMANS :

$$\langle P_2(\cos\theta) \rangle = \frac{3\langle \cos^2 \theta \rangle - 1}{2} \quad \{48\}$$

$\langle P_2(\cos\theta) \rangle$  prend les valeurs comprises entre -0,5 et 1, selon que toutes les unités sont dirigées perpendiculairement ou parallèlement à la direction de l'étirage. Pour des étirages modérés ( $\lambda < 10$ ) le second ordre suffit à définir l'orientation [64,65]. Pour une orientation biaxiale il est nécessaire de définir la distribution des orientations d'un second angle généralement l'angle  $\psi$  qui décrit la rotation autour de l'axe d'étirage.

#### 6.2.1.2. La diffraction des rayons X

C'est une méthode de mesure particulièrement utilisée pour étudier la structure cristalline des polymères, en particulier l'orientation de la maille cristalline. On distingue deux méthodes d'analyse :

- La méthode des poudres définie par DEBYE et SCHERRER qui utilise un petit bâtonnet enduit du polymère réduit en poudre où chaque grain joue le rôle d'un petit cristal.

- La seconde méthode est celle du cliché de fibre. Un faisceau monochromatique de rayon X passe à travers un échantillon de film ou de fibre orienté. Sa trajectoire subit alors une déviation, le rayon résultant frappe une plaque photographique et y laisse son empreinte. La distance de réflexion R par rapport au centre de l'image est reliée à l'angle de diffraction  $\theta$  et à l'espace d entre les plans diffractants (figure 1.27) par la relation de BRAGG [62, 66,67] :

$$\lambda = 2d_{hkl} \sin\theta \quad \{49\}$$

Où  $\lambda$  est le longueur d'onde des rayons X.  $\theta$  peut être obtenu par la relation :

$$\tan\theta = R/L \quad \{50\}$$

Avec L la distance entre l'échantillon et la plaque photosensible

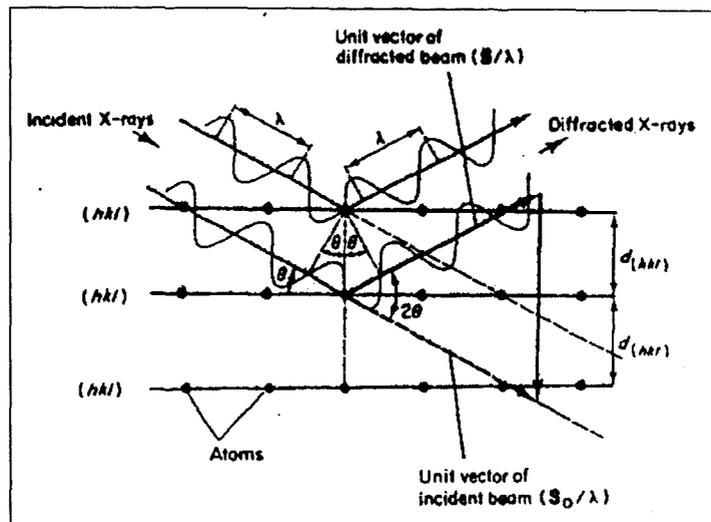


Fig 1.27 : Géométrie d'une diffraction de rayons X dans un cristal.

L'orientation moyenne de la maille cristalline élémentaire dans un repère de coordonnées X,Y,Z est traduite en terme de fonction d'orientation du plan h.k,l (indices de MILLER) par rapport à un axe principal i qui est généralement l'axe de déformation de l'échantillon.

$$f_{hkl,i} = \frac{3 \langle \cos^2 \theta \rangle_{hkl,i} - 1}{2} \quad \{51\}$$

### 6.2.1.3. La biréfringence optique.

C'est une méthode de mesure de l'orientation globale. La biréfringence peut être définie comme la différence des indices de réfraction d'un faisceau de lumière polarisée dans deux directions perpendiculaires. Elle est la manifestation de l'orientation préférentielle des molécules provenant de l'anisotropie de polarisabilité des différentes liaisons chimiques constituant la chaîne macromoléculaire. On peut déterminer la biréfringence optique par une mesure directe des indices de réfraction parallèle et perpendiculaire aux axes principaux de l'échantillon en utilisant un réfractomètre d'ABBE équipé de disques Polaroids placés sur les oculaires [85,86]. C'est une méthode rapide qui nécessite une différence d'indice de réfraction élevée pour obtenir une bonne précision. On distingue :

a) La méthode par transmission dont le principe est présenté sur la figure 1.28 qui permet de mesurer la biréfringence par la mesure d'un retard optique d'un rayon monochromatique traversant un échantillon.

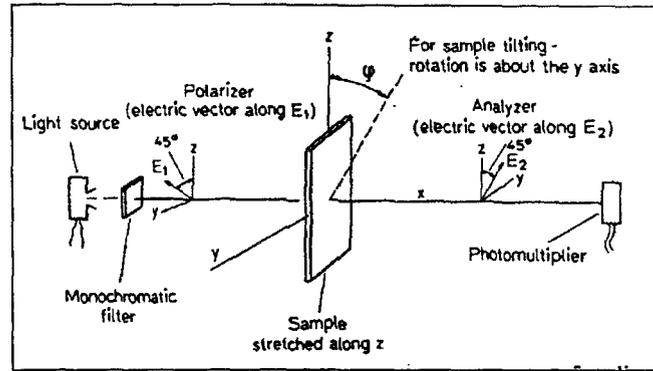


Fig 1.28 : Principe de mesure de la biréfringence par la méthode de transmission [67].

Le rayon est polarisé à 45° par rapport à l'axe de contrainte z de l'échantillon. La différence d'indice de réfraction  $\Delta n_{yz}$  s'exprime en fonction des longueurs d'onde  $\lambda_y$  et  $\lambda_z$  nécessaires à la propagation du rayon à travers l'échantillon.

$$n_y - n_z = \Delta n_{yz} = \lambda_0 \left( \frac{1}{\lambda_y} - \frac{1}{\lambda_z} \right) \quad \{52\}$$

où  $\lambda_0$  est la longueur d'onde à vide.

En considérant d, l'épaisseur de l'échantillon,  $R_{yz}$  le retard optique, la biréfringence  $\Delta n_{yz}$  se met alors sous la forme :

$$\Delta n_{yz} = \frac{R_{yz} \lambda_0}{d} \quad \{53\}$$

b) La méthode de compensation directeur (compensateur de BADINET) représentée sur la figure 1.29 est actuellement la plus utilisée. Un compensateur formé par un analyseur et une paire de coins composés d'un matériau biréfringent tel que le quartz est placé sur le trajet du faisceau lumineux et provoque un retard optique supplémentaire variable et connu qui compense celui provoqué par l'anisotropie de l'échantillon.

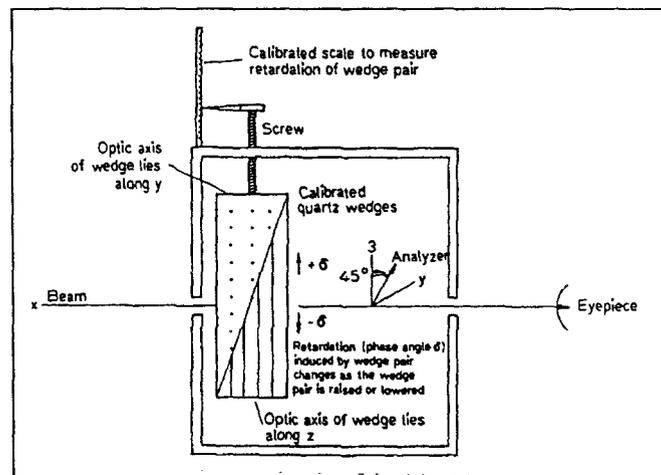


Fig 1.29 : Mesure de la biréfringence par la méthode de compensation avec compensateur de Badinet.

Si l'échantillon présente un retard optique  $+\delta$ , on obtient un décalage de compensation  $-\delta$  par la translation du compensateur calibré qui se traduit par une extinction lorsque l'on regarde suivant l'axe x. Connaissant le décalage angulaire  $\delta$ , on en déduit la valeur de biréfringence donnée par la relation {53} où le retard optique est  $R=\delta/2\pi$ .

Utilisée largement dans la mesure de l'orientation moléculaire des films extrudés [71,72], la biréfringence optique s'adapte parfaitement à l'étude de l'orientation moléculaire dans les pièces injectées lorsqu'il s'agit de caractériser des orientations de surface pour mettre en évidence des effets coeur-peau. Ainsi, BODIZAR et al [73] utilisent une méthode de mesure de biréfringence dans un rayonnement infra-rouge lointain (FIR biréfringence) qui s'adapte aux polymères cristallins opaques. Ils montrent qu'il existe une certaine corrélation entre les mesures de biréfringence pour un polyéthylène haute densité (PEHD) et les mesures d'orientation réalisées par diffraction des rayons X, les mesures de cristallinité obtenue par DTA (differential thermal analysis) et les mesures de post-retrait après traitement thermique.

FLEISCHMAN [74] emploie la méthode de compensation pour mettre en évidence l'orientation dans une plaque de polypropylène injectée. Les mesures réalisées sur des coupes microtomes de  $40 \mu\text{m}$  sont confrontés aux résultats d'essais mécaniques de traction sur des coupes de  $2\text{mm} \times 40\text{mm} \times 40 \mu\text{m}$  (allongement à la rupture). Il montre que les deux mesures permettent de quantifier en valeur relative l'orientation moléculaire (figure 1.30) : un maximum d'orientation correspondant à un minimum d'allongement.

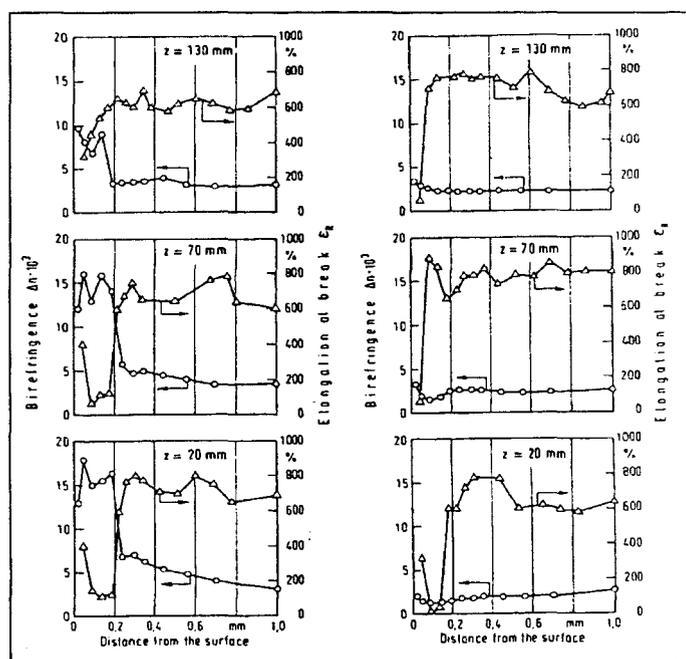


Fig 1.30 : Profils de biréfringence et allongements à la rupture de coupes microtomes d'une plaque PP injectée, à différentes distances du seuil ; (a) sens écoulement, (b) sens perpendiculaire.

R. G. LARSON et al [75] utilisent également des mesures de biréfringence pour déterminer les contraintes de cisaillement en milieu fondu dans un rhéomètre de Couette. A partir du retard optique R et de l'angle d'extinction  $\delta$ , ou plus exactement de  $\sin^2 R$  et  $\tan(2\delta)$ , on accède aux coefficients de contraintes de cisaillement et premières contraintes normales par la loi photoélastique:

$$\sigma_{12} = \frac{C^{-1}}{2} \Delta n \sin(2\delta) \quad \{54\}$$

$$\sigma_{11} - \sigma_{22} = C^{-1} \Delta n \cos(2\delta) \quad \{55\}$$

Le coefficient photoélastique C peut être déterminé par simple comparaison des contraintes mécaniques avec la biréfringence.

Une technique similaire est utilisée par WINBERGER et al [76] pour étudier l'orientation figée créée par les contraintes de refroidissement sur des échantillons de polycarbonate trempés. A partir d'un rhéomètre cone-plan modifié, ils déterminent le coefficient photoélastique du polymère fondu ( $C_m$ ) par mesure de biréfringence dans l'écoulement. A l'état vitreux, le coefficient photoélastique ( $C_g$ ) est obtenu par des essais mécaniques en extension uniaxiale sur une machine de traction placée sous un microscope polarisé rotatif.

Les techniques de biréfringence sont également appliquées à l'étude de l'orientation dans des alliages en particulier sur des mélanges de polycarbonates modifiés avec un copolymère styrène-acrylonitrile pour la confection de disques lasers ou CD ROM [77]. Dans ce cas le support doit répondre à un niveau de biréfringence pour accéder aux exigences d'écriture et lecture des disques. L'orientation moléculaire et les contraintes induites par le procédé d'injection, aussi bien que les mélanges (coefficients photoélastiques des différents composants) doivent obligatoirement être maîtrisés. Les auteurs ont montré que la biréfringence totale est la somme des biréfringences d'orientation et des contraintes liées au refroidissement en dessous de  $T_g$ .

$$\Delta n_{tot} = \Delta n_{or} + \Delta n_{st} \quad \{56\}$$

La biréfringence d'orientation :

$$\Delta n_{or} = K \Delta \sigma_{or} = K (\sigma_{11} - \sigma_{22})_{or} \quad \{57\}$$

La biréfringence de contrainte :

$$\Delta n_{st} = C \Delta \sigma_{st} = C (\sigma_{11} - \sigma_{22})_{st} \quad \{58\}$$

où K est la constante photoélastique ( $T > T_g$ )

C est la constante photoélastique à température ambiante

Ces constantes dépendent de la nature du matériau, et on considère que pour un alliage les constantes de chaque matériau s'ajoutent.

6.2.1.4. Le dichroïsme infra-rouge

La spectrométrie infra-rouge fournit d'abondantes informations quant à la structure, la nature et la morphologie des polymères. C'est une méthode de mesure très abordable tant par le coût des appareils que par la facilité d'emploi.

Le spectre d'absorption des polymères dans le domaine IR est compris entre 2 et 50 $\mu\text{m}$ . C'est un spectre de vibration, l'absorption du rayonnement électromagnétique est lié :

- d'une part à l'existence d'une condition de résonance entre la différence d'énergie entre les niveaux fondamental et excité et l'énergie du photon ,
- d'autre part à une règle de sélection qui implique un moment de transition d'absorption  $\bar{\mu}$ .

Un pic d'absorption caractérise l'énergie de la transmission liée à la fréquence  $\lambda$  mais aussi une absorbance donnée par l'intensité  $I$  telle que :

$$A = -\log_{10}\left(\frac{I}{I_0}\right) \quad \{59\}$$

Avec  $I$  : intensité transmise

$I_0$  : intensité du rayonnement incident

Lorsque les macromolécules sont orientées dans un échantillon, celui-ci présente un dichroïsme IR observable en lumière polarisée (figure 1.31). L'intensité de certaines bandes dépend de l'orientation du plan de polarisation par rapport à la direction principale d'orientation. L'intensité peut-être maximale lorsqu'un plan de polarisation et la direction d'orientation sont parallèles (dichroïsme  $\pi$ ) ou perpendiculaire (dichroïsme  $\sigma$ ). On définit alors le rapport dichroïque  $D$  tel que :

$$D = \frac{A_{//}}{A_{\perp}} \quad \{60\}$$

Avec  $A_{//}$  : absorbance de l'échantillon lorsque les directions d'étirage et de polarisation sont parallèles

$A_{\perp}$  : absorbance de l'échantillon lorsque les directions d'étirage et de polarisation sont perpendiculaires.

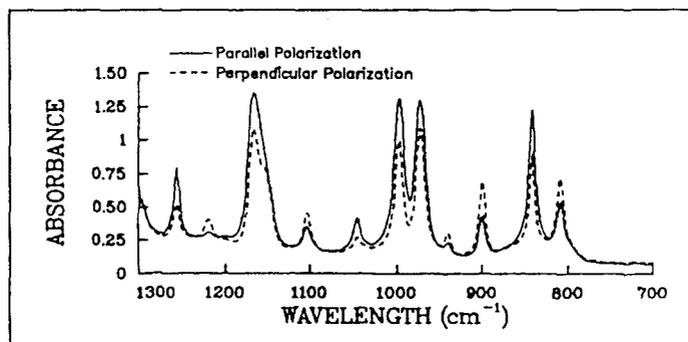


Fig 1.31 : Représentation d'un dichroïsme IR sur un polypropylène [85].

Les absorbances pour des ondes polarisées parallèlement et perpendiculairement à l'axe de déformation sont données par les équations suivantes [66] :

$$A_{//} \approx \mu^2 \langle \cos^2 \omega \rangle \quad \{61\}$$

$$A_{\perp} \approx \mu^2 \langle \sin^2 \omega \rangle \cdot \langle \cos^2 \phi \rangle \quad \{62\}$$

$\omega$  est l'angle du dipôle de transition avec l'axe parallèle à l'axe d'orientation (figure 1.32).

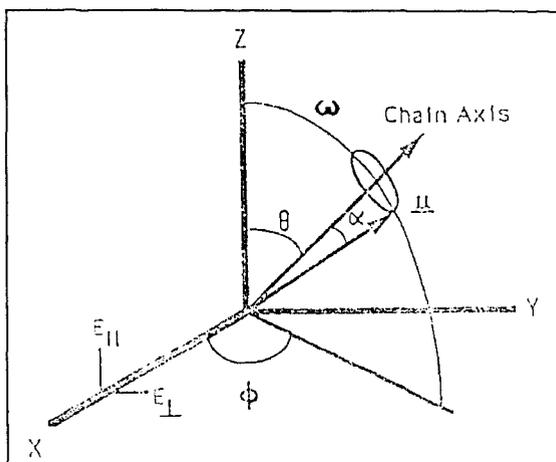


Fig 1.32 : Représentation schématique des angles définissant une orientation uniaxiale.

L'angle  $\alpha$  décrit la direction du moment de transition dipolaire par rapport à l'axe de la chaîne, le second angle  $\theta$  caractérise le degré d'anisotropie du polymère. Dans le cas d'un étirage uniaxial  $\theta$  est l'angle entre l'axe de la chaîne et la direction de l'étirage.

Dans le cas d'une isotropie transverse,  $\langle \cos^2 \phi \rangle = 1/2$ , on a :

$$A_{//} - A_{\perp} \approx \mu^2 \left( \frac{3 \langle \cos^2 \omega \rangle - 1}{2} \right) \quad \{63\}$$

La somme  $(A_{//} + 2A_{\perp})$  étant indépendante de l'orientation, on forme le rapport :

$$\frac{A_{//} - A_{\perp}}{A_{//} + 2A_{\perp}} = \frac{D-1}{D+2} = \frac{3 \langle \cos^2 \omega \rangle - 1}{2} \quad \{64\}$$

le rapport dichroïque D représente alors :

$$D = \frac{A_{//}}{A_{\perp}} = 2 \langle \cot^2 \omega \rangle \quad \{65\}$$

Lorsque l'axe d'étirage et l'axe de la chaîne correspondent, on définit le rapport dichroïque  $D_0$  :

$$D_0 = 2 \langle \cot^2 \alpha \rangle \quad \{66\}$$

Il n'existe plus de dichroïsme quand  $D_0=1$ , c'est à dire quand  $\alpha=\alpha_c=54,74^\circ$ . Pour  $\alpha<\alpha_c$  on aura  $D_0>1$  et pour un moment de transition parallèle à l'axe de la chaîne  $\alpha=0$ ,  $D_0 \rightarrow \infty$ , pour  $\alpha>\alpha_c$ ,  $D_0<1$  et si  $\alpha=90^\circ$ ,  $D_0=0$ .

Pour passer de  $\omega$  à  $\theta$ , on doit connaître l'angle  $\alpha$  que fait le moment de transition avec l'élément de structure. En connaissant la valeur de  $\alpha$ , on peut accéder au second moment de la fonction d'orientation par la relation [84] :

$$\langle P_2(\cos\theta) \rangle = \frac{3\langle \cos^2\theta \rangle - 1}{2} = \frac{D_0 + 2}{D_0 - 1} \frac{D - 1}{D + 2} \quad \{67\}$$

Le dichroïsme infra-rouge permet également, grâce aux bandes d'absorption caractéristiques de chaque polymère, d'observer l'orientation des phases amorphe et cristalline séparément [78,79] (figure 1.33). Il est ainsi possible de déterminer expérimentalement les taux de cristallinité par dosage quantitatif sur certaines bandes d'absorption qui n'apparaissent qu'en phase cristalline [80 à 82]. Un exemple typique est celui du polypropylène qui possède une bande d'absorption représentative de la phase cristalline à  $998 \text{ cm}^{-1}$  qui permet de calculer la fraction cristalline  $X_c$  par le rapport d'intensité entre les bandes  $998$  et  $974 \text{ cm}^{-1}$  (bande mixte amorphe et cristalline d'angle  $\alpha$  identique et égal à  $18^\circ$ ). La fraction de chaîne de la phase amorphe parfaitement orientée  $f_{am}$  est ensuite calculée par la formule [78,83] :

$$f_{am} = \frac{(f_{av} - X_c f_c)}{(1 - X_c)} \quad \{68\}$$

Avec  $f_c$  fraction de chaîne purement cristalline parfaitement orientée  
 $f_{av}$  fraction de chaîne parfaitement orienté moyenne

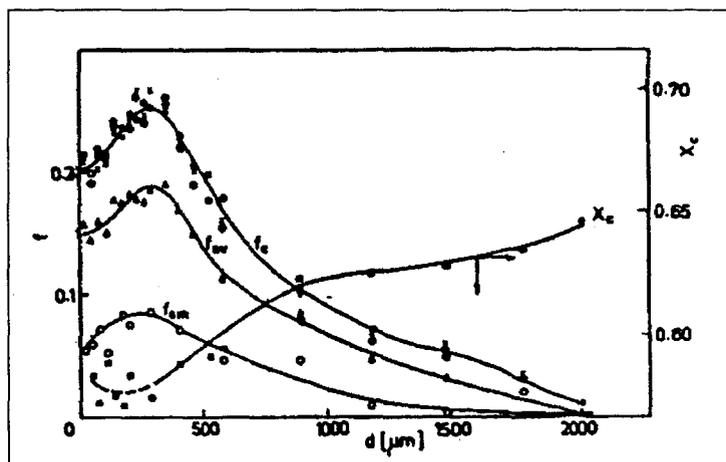


Fig 1.33 : Profil d'orientation des phases cristalline et amorphe sur des coupes microtomes de pièces injectées en PP [83].

La technique de mesure de l'orientation moléculaire par spectrométrie infra-rouge peut-être non destructive lorsqu'il s'agit des structures de surface. On utilise dans ce cas les méthodes de mesure par réflexion dites méthodes ATR (Attenuated Total Reflexion) qui donnent une caractérisation quantitative de l'orientation [85].

La méthode la plus classique reste néanmoins la mesure par transmission qui est généralement utilisée sur les films ou coupes microtomes prélevées dans l'épaisseur de l'échantillon. Cette technique demande une préparation particulièrement soignée des échantillons tant du point de vue de la position de la coupe par rapport au polariseur que du point de vue propreté de la découpe. On ressort de ces mesures des graphes montrant l'évolution du second moment de la fonction d'orientation par rapport à la position de mesure dans l'épaisseur. P. DELBARRE [26] étudie l'influence des conditions de transformation de disques en polypropylène sur l'orientation moléculaire. Les mesures infra-rouge permettent de mettre en évidence l'évolution de la dissymétrie d'orientation avec les températures des parois de l'outillage.

Pour conclure, on peut signaler qu'il existe des méthodes de mesures dynamiques à l'état solide [60, 88, 89] ou à l'état fondu [90] qui permettent de suivre l'évolution de l'orientation moléculaire ou de la cristallinité lors d'un processus de déformation.

### **6.2.2. Les méthodes dilatométriques**

Le refroidissement rapide d'un polymère déformé à l'état fondu bloque les mécanismes de relaxation des chaînes ce qui les empêche de reprendre leur configuration d'équilibre. Une orientation moléculaire figée par le procédé génère une anisotropie des propriétés physiques. Ainsi les coefficients de dilatation thermique dans les directions parallèle et perpendiculaire à l'axe d'étirement sont-ils différents du coefficient de dilatation isotrope et dépendent du taux d'étirage. Une mesure globale ou locale des retraits permet de définir le niveau moyen d'orientation ou la distribution de l'orientation moléculaire. D'un point de vue strictement physique, on ne peut toutefois pas relier directement le retrait à l'état d'orientation mais il est possible néanmoins d'estimer l'état d'orientation si les mesures sont suffisamment précises [91].

JORDON et al [92] emploient cette technique pour établir une relation entre le retrait et le taux de déformation sur de petits échantillons (tableau 2). Les écarts relevés entre les deux grandeurs sont attribués aux modifications structurales des polymères et aux phénomènes de relaxation directement liés aux vitesses de chauffage.

Sample	$T_m$	$\lambda_u$	$\lambda_s$
Polypropylene (PP 5225)	165	7.1	6.6
		7.1	9.5
		14.2	12.5-16.7
		15.0	13.1
HiPP*	165	7.05	6.7
Polybutylene (PB 0200)	150	2.5	2.2
		4.0	3.7
		8.0	6.7
PP/PB (95/5) (PE 8010)	160	3.2	3.5
		17.0-18.0	12.5-17.5
		25.0	15.0-18.0
		4.5	4.0
Low-Density Polyethylene (LDPE 4149)	104	4.5	4.0

\* HiPP is a rubber-modified polypropylene made by Shell Development.

Tab 1.2 : Relations entre le retrait et le taux d'étirage d'échantillons de polymères [92].

FRITCH [93] utilise une méthode similaire pour évaluer l'état d'orientation dans l'épaisseur d'éprouvettes en ABS et étudier l'incidence des effets coeur/peau sur les propriétés mécaniques.

### 6.2.3. Les méthodes thermomécaniques

Le traitement thermique d'un échantillon étiré (orienté) s'accompagne d'un phénomène de relaxation caractéristique du retour des macromolécules dans un état d'équilibre de moindre énergie. Ce phénomène de relaxation peut alors être utilisé pour définir l'état d'orientation d'un polymère.

La méthode de RAPRA [94] consiste à enregistrer la contraction d'un échantillon soumis à une élévation de température. L'éprouvette est placée entre des mors fixés sur deux bras dont l'un est solidaire du bâti et l'autre mobile en rotation autour d'un axe (figure 1.34). Un ressort aux caractéristiques mécaniques connues relie les deux éléments et se déforme lors du retrait de l'échantillon plongé dans un lit fluidisé chauffé constitué de micro sphères de verre. La déflexion est enregistrée par un comparateur de haute résolution.

La température maximale de relaxation est obtenue par une série de mesures en augmentant de 10°C la température entre chaque enregistrement, et est représentée par le pic de relaxation le plus prononcé. La valeur de contrainte de relaxation correspond au maximum de déflexion, elle est calculée à partir des caractéristiques du ressort utilisé.

Cette méthode donne des résultats comparables aux mesures de caractéristiques mécaniques. Elle est cohérente par rapport aux mesures de biréfringence ou de dilatométrie pour des matériaux amorphes comme le polystyrène ou l'ABS surtout pour de fortes orientations [94]. Elle permet de quantifier rapidement l'état d'orientation d'une pièce lors d'un contrôle de production.

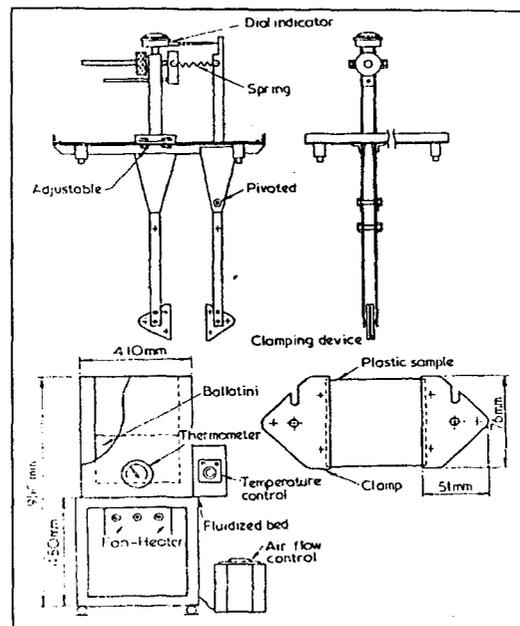


Fig 1.34 : Représentation schématique du relaxomètre de RAPRA [94].

FORGAS et al [95] lui préfèrent des méthodes thermodynamiques de fluage pour déterminer les orientations moléculaires sur les matériaux amorphes, notamment sur des échantillons de PVC extrudé. Les courbes thermomécaniques de déformation représentent la manifestation de l'orientation figée dans l'échantillon dans la direction de mesure.

#### 6.2.4. Autres méthodes de mesure de l'orientation moléculaire

##### 6.2.4.1. Les modules soniques

Cette méthode de caractérisation est basée sur l'hypothèse que la vitesse de propagation du son dans un milieu orienté dépend du module d'Young dans la direction de propagation [96]. La vitesse de propagation sonore est reliée par une relation semi-empirique à l'orientation moyenne des chaînes macromoléculaires sous la forme :

$$\frac{1}{C^2} = \frac{1 - \langle \cos^2 \theta \rangle}{C_{\perp}^2} + \frac{\langle \cos^2 \theta \rangle}{C_{//}^2} \quad \{69\}$$

$C$ ,  $C_{//}$ ,  $C_{\perp}$  sont les vitesses de propagation sonore pour une orientation moyenne  $\theta$ ,  $90^\circ$ ,  $0^\circ$ .

Ces grandeurs sont associées au module sonique (module d'Young) par la relation :

$$E = \rho C^2 \quad \{70\}$$

où  $\rho$  représente la densité du matériau.

D'où

$$\frac{1}{E} = \frac{1 - \langle \cos^2 \theta \rangle}{E_{\perp}} + \frac{\langle \cos^2 \theta \rangle}{E_{//}} \quad \{71\}$$

6.2.4.2. L'anisotropie thermique

On peut également établir une relation entre les propriétés thermiques du matériau (diffusivité, conductibilité thermique) et l'orientation moléculaire. TAVMAN [97] a mis en évidence une relation affine entre la diffusivité relative mesurée dans le sens de l'étirage ( $a//a_0$ ) et le taux d'orientation de polymères amorphes ou semi-cristallins monoétirés (figure 1.35).

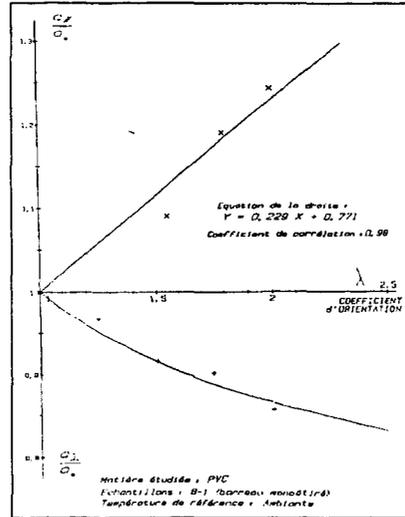


Fig 1.35 : Etude de la diffusivité relative  $a/a_0$  en fonction du taux d'étirage d'un PVC rigide monoétiré d'après [97].

La corrélation entre l'orientation moléculaire et les propriétés thermiques à l'état solide s'est également révélée à l'état liquide par des mesures de conductivité et de diffusivité radiale sur un rhéconductivimètre dans un écoulement de type Couette [97]. L'augmentation du taux de cisaillement  $\dot{\gamma}$  dans un écoulement de Couette provoque une augmentation de l'orientation à 45° par rapport à la direction de l'écoulement par un cisaillement simple. La fonction d'orientation  $f$  qui exprime l'orientation la plus probable d'une chaîne polymérique soumise à des forces externes peut s'exprimer par la relation :

$$f = f_1 + f_2 \cdot e^{-\dot{\gamma}(D_r \cdot C)} \quad \{72\}$$

où  $C$  est une constante

$D_r$  la diffusivité moléculaire rotationnelle

$\dot{\gamma}$  le taux de cisaillement

$f_1$  et  $f_2$  sont les composantes non-newtonienne et newtonienne de la fonction d'orientation.

L'effet de la température se traduit par deux relations empiriques établies pour le polymères amorphe et semi-cristallin par Michael Lubar [97].

L'étude de la variation de la diffusivité relative ( $a/a_0$ ) en fonction du taux de cisaillement  $\dot{\gamma}$  mesurée sur un PEbd radicalaire (figure 1.36) montre tout d'abord une décroissance à  $\dot{\gamma}$  faible attribuée à l'orientation des molécules dans le sens de l'écoulement, une augmentation accordée à la rotation d'agrégats sphériques de chaînes macromoléculaires sur eux-mêmes qui favorise la conductivité thermique et enfin une nouvelle décroissance provoquée par la déformation de ces agrégats en ellipsoïdes et leur alignement dans l'axe d'écoulement.

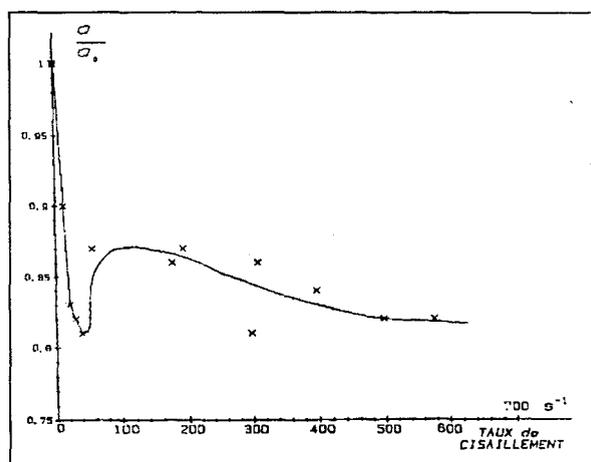


Fig 1.36 : Etude de la diffusivité relative  $a/a_0$  en fonction du taux de cisaillement pour un PEbd radicalaire d'après [97].

### 6.2.4.3. La triréfringence

C'est une méthode dérivée de la mesure de la différence des indices de réfraction par biréfringence, adaptée pour la mesure des orientations moléculaires dans les films fins. Il s'agit d'une mesure des indices de réfraction suivant les trois axes d'un repère cartésien avec un réfractomètre de ABBE.

### 6.2.4.4. La mesure par DSC

TAN et KAMAL [98] utilisent une mesure d'orientation basée sur l'étude en DSC des thermogrammes de fusion. Les résultats obtenus sur des coupes microtomes d'un polyéthylène montrent deux pics de fusion (figure 1.37), l'un correspondant à la température la plus élevée  $\dot{Q}_2$  est attribué à la fraction cristalline de polymère qui a cristallisé sous l'effet de l'orientation, l'autre à plus basse température  $\dot{Q}_1$  correspond à la fusion des cristallites formées lors du refroidissement sous pression. Le rapport  $\dot{Q}_2/\dot{Q}_1$  est par conséquent une mesure indirecte des orientations cristallines dont il est possible de tracer l'évolution dans l'épaisseur de l'échantillon (figure 1.38).

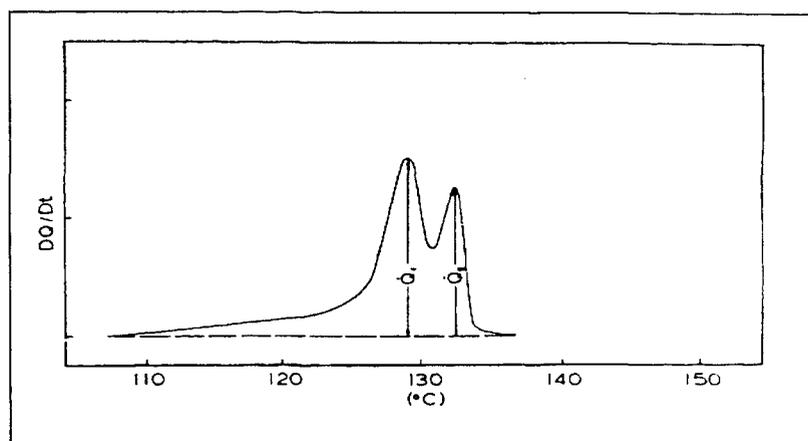


Fig 1.37 : Endotherme de fusion d'une coupe microtome de PE prélevée à la surface d'une plaque injectée [98].

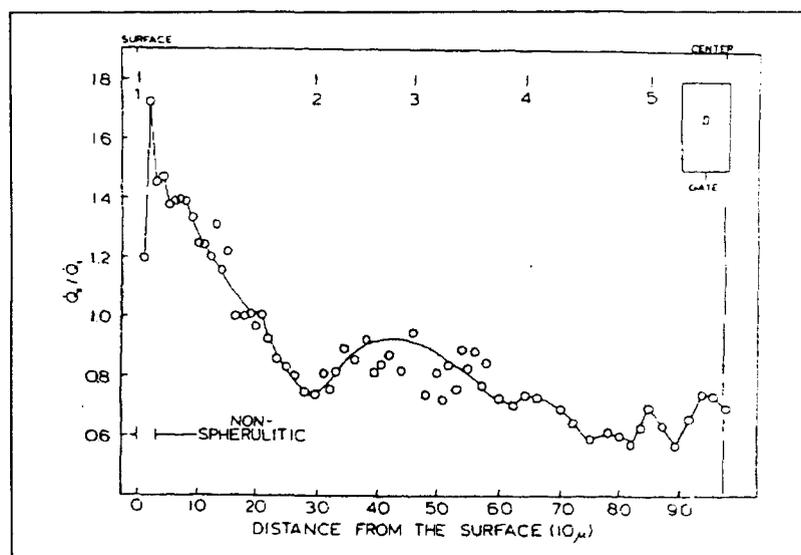


Fig 1.38 : Profil d'orientation dans l'épaisseur de l'échantillon [98].

Le profil obtenu montre deux maxima, l'un sous la peau caractérisant le maximum d'orientation apporté par l'effet Fontaine lors du remplissage, l'autre à une profondeur plus importante est associé à la phase de compactage qui induit des cisaillements intenses à l'interface solide - liquide provoquant de fortes orientations. Ces résultats corroborent les mesures de spectroscopie IR réalisées sur le même échantillon.

### 6.3. Les méthodes de mesure des contraintes de refroidissement

Si les contraintes résiduelles d'écoulement s'identifient aisément par de nombreuses méthodes de mesure de l'orientation moléculaire, il n'en est pas de même pour les contraintes d'origine thermique. Le problème reste complexe dans la mesure où ces contraintes se superposent aux contraintes d'écoulement figées [46], (figure 1.39).

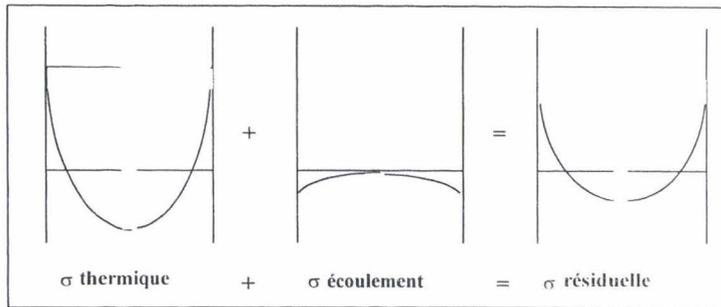


Fig 1.39 : Superposition des différents types de contraintes [46].

En pratique les résultats montrent que les contraintes d'écoulement figées restent inférieures d'une décade aux contraintes thermiques [43]. En conséquence elles sont généralement ignorées pour des méthodes de mesure telles que le pelage de couche où les contraintes internes mesurées sont attribuées aux seules contraintes d'ordre thermique [43, 46, 109].

### 6.3.1. Le pelage de couche

C'est la méthode qui est de loin la plus répandue pour la mesure des contraintes internes dans les pièces injectées. Développée par TREUTING et READ [110] pour les métaux, elle consiste à étudier la déformation induite par l'enlèvement de couches successives d'un échantillon de forme parallélépipédique en mesurant les courbures résultantes suivant deux directions perpendiculaires. L'enlèvement des couches, d'épaisseur constante, retirées soit par fraisage soit par polissage, modifie l'équilibre des contraintes présentes dans la pièce. On peut noter que la méthode d'enlèvement de couches montre une différence sensible des résultats. L'enlèvement par polissage donne des courbures supérieures à celles obtenues par fraisage qui est une méthode susceptible de créer des échauffements [111]. Pour rétablir l'équilibre, l'échantillon s'incurve, la mesure des flèches  $F_x$  et  $F_y$  permet de calculer les courbures  $\phi_x$  et  $\phi_y$  au moyen de la relation [109,111] :

$$\phi_x = \frac{1}{R_x} = \frac{8F_x}{(L^2 + 4F_x^2)} \quad \{73\}$$

Où L est la longueur de la corde

$F_x$  la flèche

L'expression de la relation entre la contrainte et la courbure suppose plusieurs hypothèses [110], à savoir que:

- ⇒ le matériau a un comportement élastique,
- ⇒ le matériau est isotrope,
- ⇒ la déformation est due à une sollicitation de flexion pure,
- ⇒ la méthode de pelage n'altère pas le niveau de contraintes.

On obtient alors l'expression de la contrainte par la relation [46,110,112,113] :

$$\sigma_x(z) = -\frac{E}{6(1-\nu^2)} \left[ (z_0 + z_1)^2 \left( \frac{d\phi_x(z_1) + \nu d\phi_y(z_1)}{dz_1} \right) + 4(z_0 + z_1)(\phi_x(z_1) + \nu d\phi_y(z_1)) - 2 \int_{z_1}^{z_0} (\phi_x(z) + \nu d\phi_y(z)) dz \right] \quad \{74\}$$

Pour la mesure sur des échantillons trempés, la plupart des modèles [55,100,107] suggèrent que  $\sigma(z)=\sigma_x(z)=\sigma_y(z)$  et donc que  $\phi(z)=\phi_x(z)=\phi_y(z)$  [46,109,112,116], l'équation {84} prend alors la forme :

$$\sigma_x(z) = -\frac{E}{6(1-\nu)} \left[ (z_0 + z_1)^2 \left( \frac{d\phi(z_1)}{dz_1} \right) + 4(z_0 + z_1)(\phi(z_1)) - 2 \int_{z_1}^{z_0} \phi(z) dz \right] \quad \{75\}$$

La méthode de mesure s'applique aussi bien aux matériaux amorphes [102,105,106, 111,112,113] (figure 1.40 pour un PS), qu'aux matériaux semi-cristallins (PP figure 1.41).

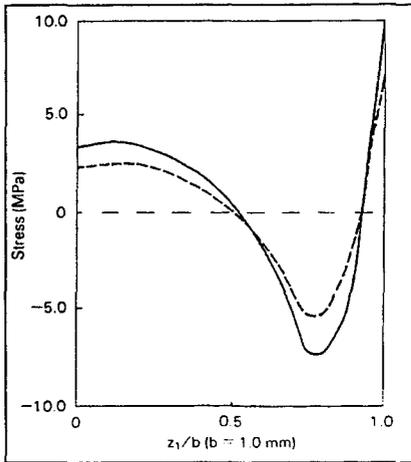


Fig 1.40 : Profil de contraintes thermiques dans un échantillon trempé de PS [109].

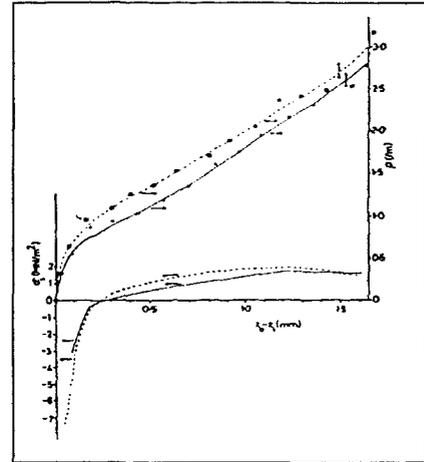


Fig 1.41: Profil de contraintes thermiques dans un échantillon trempé de PP [113].

### 6.3.2. La méthode du trou

Elle consiste à appliquer sur la surface de la pièce une rosette constituée de trois jauges de déformation centrées sur la position de mesure (figure 1.42). Un trou de faible diamètre (généralement de 0,8 mm ; 1,2 mm ; ou 3,2 mm) est percé au centre de la rosette sur une profondeur n'excédant pas le diamètre [114]. De la même manière que pour le pelage de couche, le perçage induit un déséquilibre qui génère une déformation du matériau contraint. La déformation est enregistrée par les jauges et est reliée aux contraintes principales  $\sigma_1$  et  $\sigma_2$  et à leur angle d'orientation  $\beta$  par l'expression [114,115] :

$$\sigma_1, \sigma_2 = \frac{\epsilon_1 + \epsilon_3}{4A} \pm \frac{\sqrt{2}}{4B} \sqrt{(\epsilon_1 - \epsilon_2)^2 + (\epsilon_2 - \epsilon_3)^2} \quad \{76\}$$

$$\beta = \frac{1}{2} \tan^{-1} \left( \frac{\epsilon_3 - 2 \epsilon_2 + \epsilon_1}{\epsilon_3 - \epsilon_1} \right) \quad \{77\}$$

$\epsilon_i$  : déformation enregistrée par la jauge  $i$

$\sigma_1$  représente le maximum ( $\sigma$  résiduelle de tension)

$\sigma_2$  représente le minimum ( $\sigma$  résiduelle de compression)

$\bar{A}$  et  $\bar{B}$  sont des coefficients de calibration qui dépendent du rapport  $D/D_0$  (diamètre de la rosette / diamètre de perçage), du coefficient de Poisson et du module d'Young [114].

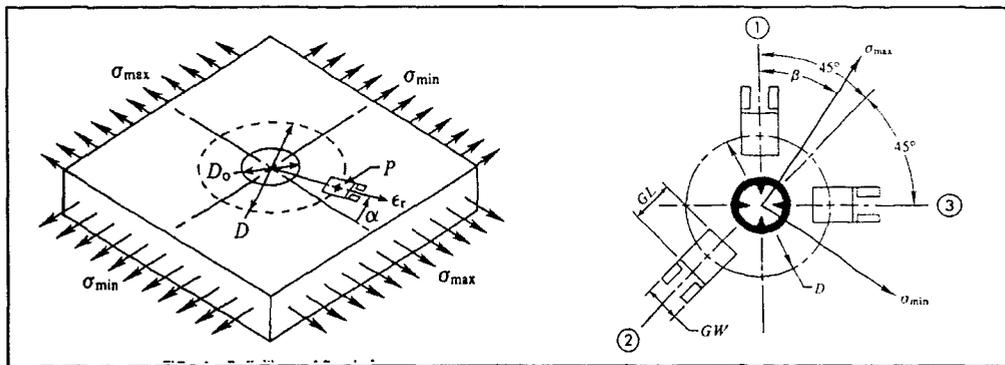


Fig 1.42 : Représentation schématique de la méthode du trou, Norme ASTM 837-92 [114].

### 6.3.3. La méthode de relaxation de contrainte

C'est une méthode peu adaptée à la mesure des contraintes internes dans les pièces injectées car d'une part elle ne peut distinguer les effets d'anisotropie induits par l'orientation moléculaire des contraintes résiduelles thermiques, d'autre part elle ne permet pas de retrouver le profil de contraintes dans l'épaisseur [46].

Certains auteurs [117 à 121] l'ont toutefois utilisée pour déterminer un état de contraintes internes dans les pièces.

La méthode exploitée dans l'industrie métallurgique établit que les cinétiques de relaxation dépendent du niveau de contraintes résiduelles [43]. Elle nécessite la réalisation d'un certain nombre d'essais de relaxation avec des échantillons de niveaux différents de contraintes initiales. On applique ensuite une loi puissance pour relier la contrainte  $\sigma$  à la vitesse de déformation  $\dot{\epsilon}$  dans une extension uniaxiale [117] :

$$\dot{\sigma}/E + B\sigma^n = \dot{\epsilon} \quad \{78\}$$

où  $B$  et  $n$  sont des constantes empiriques.

Comme dans un essai de relaxation  $\dot{\epsilon} = 0$ , l'équation {78} prend la forme :

$$\dot{\sigma}/E = -B\sigma^n \quad \{79\}$$

Dans le cas où il existe une contrainte résiduelle dans l'échantillon, l'équation {79} s'exprime en fonction de la contrainte effective  $\sigma_{eff} = \sigma - \sigma_i$  [117,43] :

$$\dot{\sigma} = -EB(\sigma - \sigma_i)^n \quad \{80\}$$

Avec  $\sigma_i$  composante de contrainte interne.

En résolvant l'équation, on peut tracer la courbe de relaxation  $d\sigma/d\ln t$  donnée par la relation suivante [43] :

$$-\frac{d\sigma}{d\ln t} = \frac{\sigma - \sigma_i}{n-1} \left[ 1 - \left( \frac{\sigma - \sigma_i}{\sigma_0 - \sigma_i} \right)^{n-1} \right] \quad \{81\}$$

où  $\sigma_0$  est la contrainte initiale.

En traçant la pente maximale  $(-d\sigma/d\ln t)_{max}$  des courbes en fonction de la contrainte initiale  $\sigma_0$ , on détermine la valeur de la contrainte interne  $\sigma_i$  comme l'intersection de la droite et de l'axe  $\sigma_0$  [118] (figure 1.43).

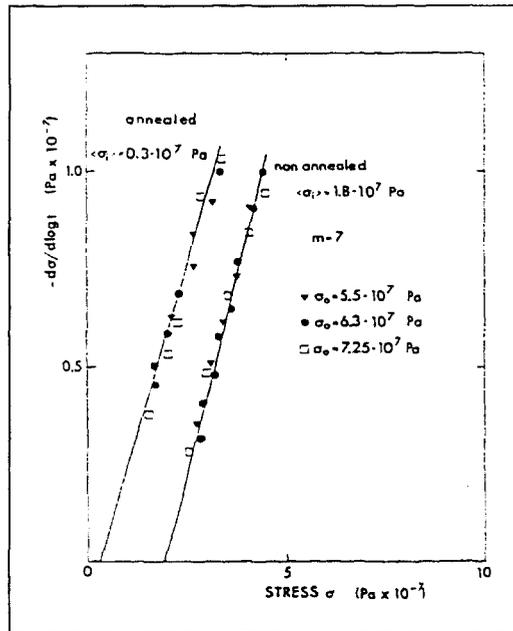


Fig 1.43 : Détermination des contraintes internes par la méthode de relaxation [119].

#### 6.3.4. La méthode du refroidissement dissymétrique

Elle consiste à appliquer une température différente des deux parois de l'empreinte. Le déplacement de l'axe de la parabole du champ de contraintes par rapport à l'axe géométrique de la pièce (figure 1.44) induit une déformation [26].

Le moment exercé par la distribution dissymétrique de contraintes est donné par [107]:

$$M_{\sigma T} = 2W \int_{-1}^1 z \sigma_T dz = 2W \frac{\alpha_v E}{1-\nu} \Delta T w \left[ \frac{1}{3} - \frac{\pi^2}{128} T_s^4 \right] \quad \{82\}$$

où  $W$  est la largeur de l'échantillon,  
 $\alpha_v$  est le coefficient de dilatation volumique,  
 $E$  est le module d'Young en dessous de  $T_g$ ,  
 $T_s$  est la température de solidification,  
 $\nu$  est le coefficient de Poisson,  
 $\sigma_T$  les contraintes thermiques.

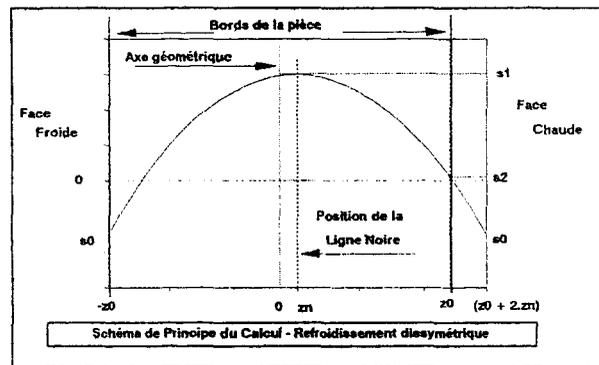


Fig 1.44 : Dissymétrie de profil de contraintes interne liée à un écart de température entre les parois [26].

Ce moment est équilibré par le moment de courbure:

$$M_{\sigma c} = 2W \frac{2}{3} \frac{DE_{\infty}}{(1-\nu)R} \quad \{83\}$$

où  $2D$  représente l'épaisseur,  
 $R$  le rayon de courbure,  
 $E_{\infty}$  est le module d'Young à la température de stockage généralement  $E_{\infty} \cong E$ .

La courbure  $\phi$  est définie par  $\phi \cong 1/R$  et donne en utilisant {82} et {83} :

$$\phi \cong \Delta T w \frac{\alpha_v E}{2DE_{\infty}} \quad \{84\}$$

On remarque que le gauchissement provoqué par la dissymétrie de refroidissement est proportionnel à la différence de température des parois et au coefficient de dilatation thermique, et est inversement proportionnel à l'épaisseur. En pratique on détermine plus couramment la flèche  $h$  obtenue par :

$$h = R \left( 1 - \cos \left[ \frac{L}{2R} \right] \right) \cong \frac{L^2}{8R} = \frac{1}{8} L^2 \phi \quad \{85\}$$

où L est la longueur de l'échantillon

Des études menées sur des disques avec plusieurs polymères (PP, PS, PA+fibres de verre) montrent que l'incurvation des pièces est orientée vers la paroi chaude [46,26]. L'expérimentation confirme ainsi la modélisation [107]. DENIZART [46] sépare le gauchissement en deux notions, premièrement un voilage qui apparaît lorsque la régulation thermique est symétrique et corrélé au retrait, deuxièmement une déformation due à la régulation dissymétrique qui se superpose au retrait (figure 1.45). Les deux effets restent difficiles à isoler dans la mesure où le changement des conditions thermiques initiales de l'outillage influence le gradient de structure dans la pièce.

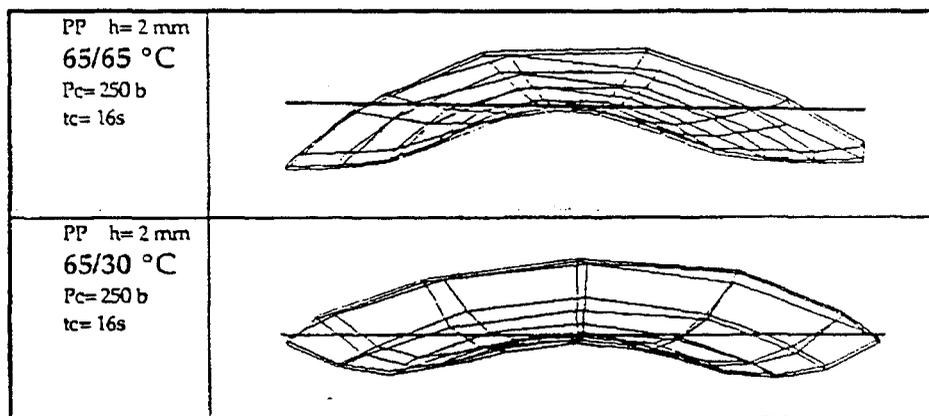


Fig 1.45 : Superposition des deux modes de voilage sur un disque PP [46].

### 6.3.5. Dilatométrie par analyse d'image

Les contraintes d'origine thermique sont estimées à partir de mesures dilatométriques sur des coupes microtomes de 20  $\mu\text{m}$  par une méthode de mesure dite DAI [26] (dilatométrie en analyse d'image).

Sur chaque coupe on prélève un échantillon 1,5 x 4 mm parallèlement et perpendiculairement au sens de l'écoulement que l'on place entre deux lamelles de verre dans une platine chauffante sous un microscope optique en transmission. Un système d'analyse d'image réalise l'acquisition et traite l'image. L'échantillon est centré de manière à ce que seule sa largeur soit incluse dans l'écran et fasse l'objet de la mesure (figure 1.46). Au cours du traitement on enregistre la surface S de l'échantillon dont la variation s'écrit :

$$\frac{dS}{S} = \frac{dx}{x} + \frac{dy}{y} \quad \{86\}$$

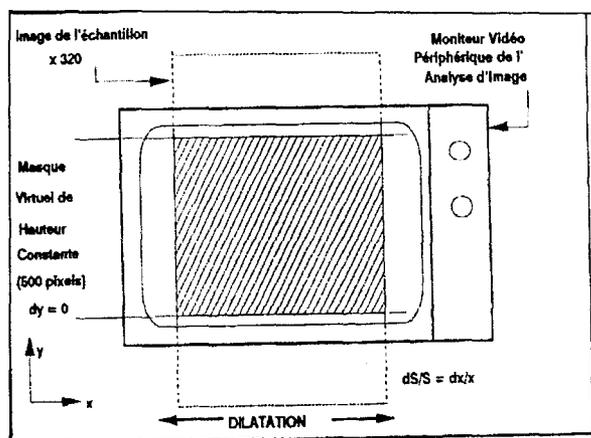


Fig 1.46 : Principe de la mesure DAI d'après[26].

Comme la mesure de l'aire s'effectue en imposant un masque d'une hauteur de 500 pixels qui voile la variation selon l'axe y, de  $dS/S$  est directement liée à la dilatation selon x.

La figure 1.47 montre un graphe type de l'évolution dimensionnelle enregistrée au cours de 3 traitements thermiques successifs.

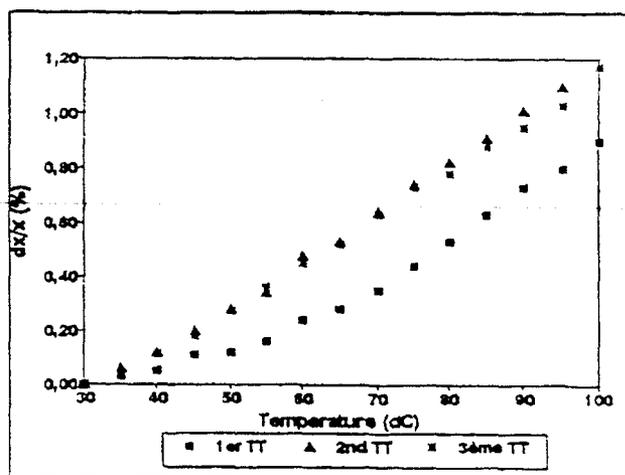


Fig 1.47: Comportement dilatométrique [26].

On observe une relaxation entre le premier et le second passage. La déformation  $dx/x$  peut se décomposer pour le premier traitement de la façon suivante :

$$\left(\frac{dx}{x}\right)_1 = \left(\frac{dx}{x}\right)_{dil} + \left(\frac{dx}{x}\right)_{cont}$$

{87}

où  $(dx/x)_{dil}$  est un terme de dilatation pure

et  $(dx/x)_{cont}$  est un terme lié à l'action des contraintes thermiques

Au cours des autres traitements, la déformation reste identique et correspond à la dilatation pure alors :

$$\left(\frac{dx}{x}\right)_{n+1} = \left(\frac{dx}{x}\right)_{dil} \quad \{88\}$$

La différence entre les 2 premiers passages détermine le terme lié aux contraintes. En le traçant par rapport aux températures on obtient un palier qui correspond à la limite de relaxation au delà de laquelle la totalité des contraintes s'est relaxée. On calcule alors la contrainte en supposant :

- un matériau homogène,
- que la coupe n'induit pas de contraintes supplémentaires.

$$\sigma_{xx} = \frac{E}{1 - \nu} \cdot \epsilon_{xx}$$

où :

- $\sigma_{xx}$  = contrainte dans la direction x;
- E = Module d'Young considéré à T = 80°C
- nu = coefficient de Poisson = 0,33
- $\epsilon_{xx}$  = déformation dans la direction x;

et

$$\epsilon_{xx} = (dx/x)_2 - (dx/x)_1$$

où:

- $(dx/x)_i$  = déformation à 80°C lors du traitement i;

{89} et {90}

## **6.4. Conclusion sur les mesures expérimentales**

D'un point de vue industriel, la mesure des retraits et déformations macroscopiques restent abordables puisque les moyens de mesure sont généralement simples et peu onéreux. Ce n'est pas le cas lorsqu'il s'agit de quantifier les niveaux de contraintes dans les pièces. Les méthodes sont en règle générale complexes et font appel à un matériel sophistiqué rendant difficile l'exploitation des résultats de la simulation. Le maillon manquant est sans conteste le lien entre la mesure macroscopique des grandeurs géométriques et l'état local de contraintes résiduelles responsables des variations dimensionnelles qui est accessible par le calcul comme nous allons le présenter dans le chapitre suivant.

## **7. Le calcul de la précision dimensionnelle**

### **7.1. Les méthodes d'approximation du retrait et gauchissement**

Il existe actuellement sur le marché des logiciels qui permettent de calculer le retrait des pièces injectées par une approche simplifiée du problème (CACTUS [124], SIROM

[123]). L'estimation des retraits linéaires se base sur la répartition unidirectionnelle du retrait volumique global selon les directions libres de la pièces dans le moule et hors du moule. Le calcul s'appuie sur l'histoire thermodynamique moyenne décrite par le cycle d'injection et retracée dans le diagramme PVT du matériau considéré (figure 1.48).

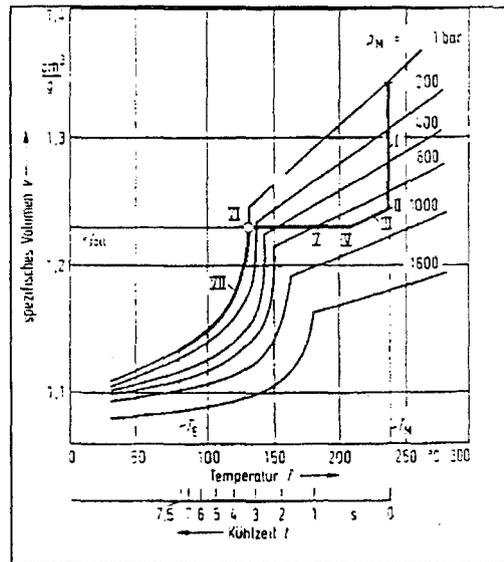


Fig 1.48 : Représentation du parcours thermodynamique moyen lors d'un cycle d'injection dans un diagramme PVT [125]

- I : remplissage compactage (isotherme),
- II : point de commutation,
- III : maintien en pression (isobar),
- IV : maintien en pression (isochore),
- V : figeage du seuil,
- VI : refroidissement (isochore),
- VII : refroidissement (isobar).

Le retrait volumique global s'applique en deux temps selon une règle proportionnelle :

a) Le retrait volumique dans le moule donné par la valeur du retrait volumique global pondéré par l'effet de la température au moment de l'éjection :

$$R_{vm} = \frac{V_{specII} - V_{specamb}}{V_{specII}} * \frac{(T_m - T_e)}{(T_m - T_{amb})} \quad \{91\}$$

Avec :

- T<sub>m</sub> : température d'injection,
- T<sub>e</sub> : température au moment de l'éjection,
- T<sub>amb</sub> : température ambiante.

b) Le retrait volumique hors du moule interprété comme :

$$R_{v/hm} = R_{vg} * \frac{(T_e - T_{amb})}{(T_m - T_{amb})} \quad \{92\}$$

Le retrait linéaire de chaque cote de la pièce est calculé en fonction de la répartition du retrait volumique sur les directions libres.

Cette approche du retrait basée sur des règles simples permet de rationaliser les méthodes de conception des outillages.

Une autre méthode de calcul consiste à aborder le problème par une analyse statistique basée sur un système de régression polynomiale pour un matériau et une géométrie donnés. GIRARD [126] détermine ainsi un modèle de retrait pour une plaque injectée en PEHD.

Le modèle obtenu pour la plaque est donné par la relation :

$$S = a_1 + a_2 Hp + a_2 Tma + a_3 Th + a_4 HpCo + L(a_5 + a_6 Hp + a_7 Tma + a_8 Th + a_9 Pinj + a_{10} L) \quad \{93\}$$

- Avec : Hp : Pression de maintien,  
Tma : température matière,  
Th : épaisseur de la plaque,  
Co : temps de refroidissement,  
Pinj : pression d'injection,  
L : distancedu seuil.

L'inconvénient majeur de cette méthode est qu'elle nécessite un grand nombre de mesures pour que le modèle soit suffisamment précis.

DELBARRE [26] développe un modèle simplifié pour calculer le retrait sur un polypropylène. Le modèle est fondé sur une définition biphasique de la pièce constituée d'une peau solide à pression interne nulle et d'un coeur liquide maintenu sous pression jusqu'au figeage du seuil (figure 1.49). Il exprime les retraits linéaires en fonction du retrait dans l'épaisseur où se situe la variation la plus intense par les expressions :

$$R_1 = \frac{e_2^0}{e_1^0} * R_2 \quad \{94\}$$

$$R_3 = \frac{e_2^0}{e_3^0} * R_2 \quad \{95\}$$

Avec 
$$R_2 = \frac{e_2^s}{e_2^0} \alpha \left( \frac{T_m - T_{cr}}{2} - T_{mes} \right) + \frac{e_2^F}{e_2^0} \frac{R_{v2}^0}{3} \quad \{96\}$$

où

$e^s, e^F$  sont les dimensions solide et fondue estimées par le calcul

$e_1^0$  la demie largeur de la pièce

$e_2^0$  la demie épaisseur de la pièce

$e_3^0$  la demie longueur de la pièce

$\alpha$  le coefficient de dilatation thermique à l'état solide

$T_m$  la température du moule

$T_{cr}$  la température de cristallisation

$T_{mes}$  la température de mesure (23°C)

$R_{v2}^0$  le retrait volumique donné par le PVT

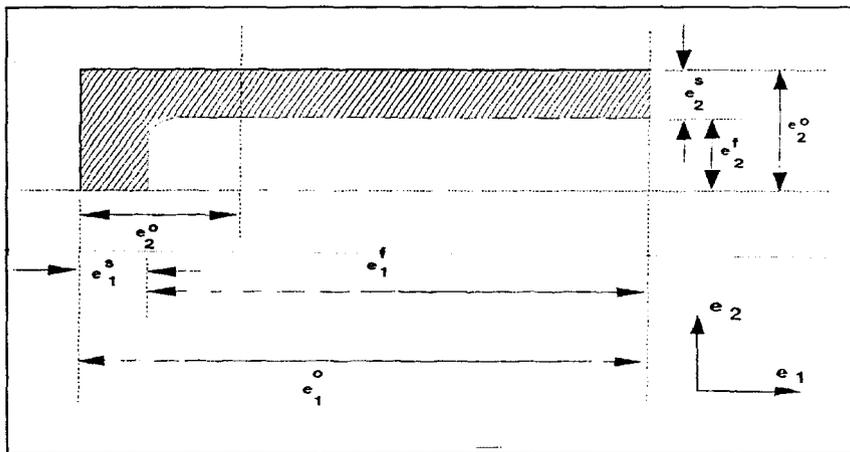


Fig 1.49 : Structure et notation des différentes phases de la pièce d'après [26].

ISAYEV [128] utilise une approche théorique pour prédire le retrait volumique en s'appuyant sur les résultats de la simulation numérique des phases de remplissage, compactage et refroidissement. Les pressions, vitesses et champs de températures de la phase de remplissage sont obtenus par les équations de mouvement, d'énergie et de continuité :

Mouvement 
$$\frac{\partial P}{\partial x} = \frac{\partial}{\partial y} \left( \eta \frac{\partial u}{\partial y} \right) \quad \{97\}$$

Energie 
$$\rho C_p \left( \frac{\partial T}{\partial t} + u \frac{\partial T}{\partial x} \right) = K \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} + \eta \left( \frac{\partial u}{\partial y} \right) \quad \{98\}$$

Continuité 
$$Q = W \int_{-b}^b u dy \quad \{99\}$$

x est la direction d'écoulement, y la direction dans l'épaisseur,  
 b la demie épaisseur, W la largeur,  
 K la conductivité thermique,  $\eta$  la viscosité,  
 Cp la chaleur spécifique,  $\rho$  la densité,  
 u la composante de vitesse.

où

$$\eta(\dot{\gamma}, T) = A\dot{\gamma}^{n-1} \exp(T_a / T) \quad \{100\}$$

$$\dot{\gamma} = \frac{\partial u}{\partial y}$$

A, n,  $T_a$  sont des constantes du matériau. Les conditions limites sont :

$$u(x, \pm b, t) = 0 ; \frac{\partial u(x, 0, t)}{\partial y} = 0 ; T(0, y, 0) = T_0 ; T(x, \pm b, t) = T_w ; \text{et } \frac{\partial T(x, 0, t)}{\partial y} = 0$$

$T_w$  et  $T_0$  sont respectivement les températures du moule et du polymère.

On suppose que le volume spécifique répond instantanément à la variation de pression et de température. Le retrait théorique est alors donné par :

$$S = \frac{\bar{V}_i - V_f}{\bar{V}_i} \quad \{101\}$$

$V_f$  le volume spécifique à température ambiante

Le volume spécifique moyen

$$\bar{V}_i = \frac{1}{t_p} \int_0^{t_p} \bar{V}(t) dt \quad \{102\}$$

$t_p$  est le temps où la pression chute à 0 à l'endroit considéré.

$\bar{V}(t)$  est le volume spécifique moyenné dans l'épaisseur à chaque temps t pour une section donnée :

$$\bar{V}(t) = \frac{1}{b} \int_0^b V(y, t) dy \quad \{103\}$$

Pour calculer  $\bar{V}(t)$ , il faut connaître les variations de pression et de température pendant le remplissage données par les équations {107} et {109}, le profil de température pendant le compactage est obtenu par :

$$\frac{\partial T}{\partial t} = \alpha \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} \quad \{104\}$$

$\alpha$  est la diffusivité thermique.

Aux conditions limites :  $\frac{\partial T}{\partial y}(0, t) = 0$  ;  $T(y, 0) = T(y, t_{\text{fill}})$  ;  $T(b, t) = T_w$

$t_{\text{fill}}$  est le temps de fin de remplissage.

St JACQUES [127] s'intéresse à la modélisation de la déformation de plaques sous contraintes thermiques et emploie un modèle simplifié basé sur le refroidissement d'un élément multicouches. Le module est considéré nul au dessus de  $T_g$  et équivalent au module moyen de toutes les couches en dessous de  $T_g$ , soit :

$$E = 0 \text{ si } T > T_g$$

$$E = \bar{E} \text{ si } T \leq T_g$$

La contrainte thermique dans l'épaisseur est calculée par la relation :

$$\sigma_n = \alpha \bar{E} (T_n - \bar{T}) \quad \{105\}$$

où  $\sigma_n$  est la contrainte de la couche n

$T_n$  la température de la couche n

$\bar{T}$  la température moyenne de toutes les couches

$\alpha$  est le coefficient de dilatation thermique à l'état solide supposé constant.

Le champ de contraintes se traduit par un moment de flexion :

$$M = \sum_{n=1}^n \sigma_n A_n \delta_n \quad \{106\}$$

avec  $A_n$  la section transverse de la nième couche,

$\delta_n$  la distance de la couche à l'axe de symétrie dans l'épaisseur de la pièce.

La déformée s'exprime par une flèche :

$$F = \frac{ML^2(1-\nu^2)}{8EI} \quad \{107\}$$

$\nu$  est le coefficient de Poisson, I le moment d'inertie, L la longueur de la plaque.

## **7.2. La modélisation informatique des contraintes résiduelles**

### **7.2.1. Position du problème dans un cycle d'injection**

DENIZART [46] décrit les phénomènes qui contribuent à la génération de l'ensemble des contraintes résiduelles pendant un cycle de moulage en vue d'une modélisation numérique. Il découpe le cycle en différentes étapes qui servent généralement de point de départ aux calculs (figure 1.50).

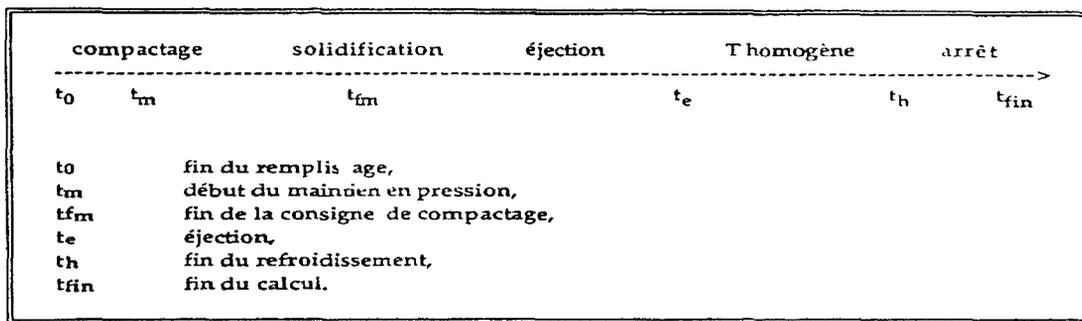


Fig 1.50 : Décomposition du cycle de moulage en vue d'un calcul numérique d'après [46].

Les phénomènes intervenant dans l'établissement des contraintes résiduelles peuvent être résumés dans le tableau suivant :

Etapas du cycle et observations	Influence sur les contraintes
<p><b>Le remplissage :</b> <math>[t &lt; t_0]</math></p> <p>Phase dynamique du cycle où apparaissent les contraintes liées à l'écoulement anisotherme</p>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- le gradient de température dans l'épaisseur en fin de remplissage,</li> <li>- l'épaisseur de la gaine solide,</li> <li>- les propriétés thermodynamiques de cette gaine</li> </ul>
<p><b>Le compactage/maintien :</b> <math>[t_0 &lt; t &lt; t_{fig}]</math></p> <p>Etape essentielle dans la génération des contraintes</p>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- les contraintes d'écoulement figées.</li> <li>- l'anisotropie des propriétés physiques due à l'écoulement et à la cristallisation,</li> <li>- l'hétérogénéité de ces propriétés dans la pièce,</li> <li>- la déformation élastique du moule.</li> <li>- un reflux de matière vers la buse.</li> </ul>
<p><b>Le refroidissement dans le moule :</b> <math>[t_m &lt; t &lt; t_e]</math></p>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- le reflux de matière vers la buse.</li> <li>- le retour élastique du moule.</li> <li>- le décollement de la pièce dans le moule.</li> </ul>
<p><b>Le démoulage :</b> <math>[t = t_e]</math></p> <p>Les conditions d'éjection amènent souvent des contraintes supplémentaires.</p>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- la rémanence d'une déformation liée à l'éjection,</li> <li>- le bridage de la pièce dans le moule.</li> <li>- le flambage naturel de la pièce</li> </ul>
<p><b>Le refroidissement hors du moule :</b> <math>[t_e &lt; t &lt; t_h]</math></p> <p>Le champ de contraintes final dépend des conditions de convection libre en paroi et des effets de relaxation à coeur.</p>	

Tab 1.3 : Etude des phénomènes directs dans la formation des contraintes résiduelles [46].

### 7.2.2. Les codes de calcul des contraintes résiduelles

MOLDFLOW<sup>®</sup> utilise une approche du calcul définie par WALSH [129,87] et fondée sur la définition de retraits locaux parallèles et perpendiculaires à la direction principale d'orientation, soit :

$$S^{//} = a_1 M_v + a_2 M_c + a_3 M_r + a_4 M_0^{//} + a_5 \quad \{108\}$$

$$S^{\perp} = a_6 M_v + a_7 M_c + a_8 M_r + a_9 M_0^{\perp} + a_{10} \quad \{109\}$$

Où  $a_i$  représente les constantes,

$M_r$  est le retrait volumique tiré de bases de données PVT,

$M_c$  est la part de retrait attribuée à la cristallisation. Le modèle adapte l'équation d'Avrami sur un incrément de temps où l'on considère la température constante pour satisfaire aux conditions isothermes de l'équation. La fraction cristalline est calculée pour chaque incrément jusqu'à atteindre la température ambiante.

$M_r$  correspond au blocage des retraits dans le moule, la relaxation de contraintes est calculée sur le même incrément de temps que pour le calcul de  $M_c$ , le modèle est viscoélastique de type Kelvin-Voigt.

$M_0$  est la part liée à l'orientation parallèle et perpendiculaire à l'axe d'anisotropie du matériau.

La pièce est découpée en différentes couches permettant ainsi de déterminer le champ de contraintes. Les retraits  $S^{//}$  et  $S^{\perp}$  sont traités par un code d'éléments finis.

SDRC's Plastics<sup>®</sup> et C-FLOW<sup>®</sup> emploient une loi de comportement thermoviscoélastique [108]. Le calcul viscoélastique s'effectue en considérant une adhésion parfaite de la pièce dans le moule, au démoulage un code d'éléments finis effectue un calcul élastique.

I-DEAS<sup>®</sup> commercialisé par SDRC calcule les contraintes de refroidissement à travers la pièce couche après couche à partir de la solidification des couches de surface jusqu'au critère d'éjection. Les effets de fluage et de relaxation de contraintes sont pris en compte par une représentation viscoélastique des modules [131]. Il dispose de trois modes d'analyse au choix :

- une analyse purement viscoélastique à partir de la température de non-écoulement,
- une analyse viscoélastique jusqu'à l'éjection,
- une analyse élastique isotrope.

Dans le cadre du superviseur CLIP, plusieurs études ont été menées pour traiter du problème des contraintes.

DENIZART [46] utilisa une loi de comportement thermoélastique sous forme de résolution incrémentale tridimensionnelle par éléments finis. Il suppose que les contraintes d'écoulement sont faibles par rapport aux contraintes thermiques. Le compactage n'est pas modélisé et il considère que les retraits dans la zone liquide sont nuls jusqu'au figeage du seuil, retraits compensés entièrement par l'apport de matière. Les retraits thermiques sont libérés après éjection, la relaxation de contraintes est donnée par une loi de Maxwell qui s'exprime sous la forme exponentielle :

$$\Delta\sigma(T) = \sigma_0 \exp^{-C(T)} \Delta t \quad \{110\}$$

Les résultats de la simulation sont dans l'ensemble satisfaisants et rendent compte de l'influence des paramètres principaux.

HECINI [58] aborda le problème avec l'hypothèse que la déformée globale est la conséquence de la somme des retraits locaux. Les résultats sont là aussi satisfaisants quant à la modélisation de la déformée globale malgré quelques divergences sur certaines géométries attribuées aux phénomènes de décollements locaux dans le moule qui provoquent des dissymétries thermiques.

Enfin BOITOUT [99,108] proposa deux modèles, l'un basé sur une loi de comportement élastique en intégrant les déformations de l'outillage et ses effets sur les niveaux de pression, l'autre intègre le glissement transverse dans l'empreinte avec les effets de frottement et de décollement et utilise une loi de comportement thermoviscoélastique caractérisée par un modèle de Maxwell généralisé.

## **8. Conclusion générale et objectifs**

Il ressort de cette étude bibliographique que malgré une nette progression lors de ces dix dernières années dans la compréhension des mécanismes de formation des contraintes résiduelles générées par le processus d'injection des pièces thermoplastiques, la précision et la stabilité dimensionnelles restent encore difficilement appréhendables par le calcul. Les modèles mathématiques simples basés sur des études statistiques pour des matériaux et géométries donnés ou sur des approches restrictives du comportement thermomécanique engendré par le cycle ne permettent pas de rendre compte des phénomènes complexes qui influencent la formation de ces contraintes, notamment le couplage entre les tensions de refroidissement et celles apportées par la phase de remplissage et leurs niveaux de

participation sur la déformée globale. La littérature technique et scientifique sur le sujet montre également que si les producteurs de matières offrent actuellement un grand nombre de données techniques pour l'aide à la conception de pièces plastiques, ces informations ne concernent d'une manière générale que les retraits macroscopiques, les phénomènes liés à la déformation des pièces restent encore du domaine de la recherche universitaire dans la plupart des cas. On trouve en effet un nombre important de travaux sur les contraintes résiduelles en injection avec deux domaines bien séparés : l'étude des contraintes de refroidissement d'une part, l'étude des contraintes d'écoulement et les orientations moléculaires associées d'autre part.

Du côté de la simulation informatique, l'utilisation de logiciels de calculs montre que l'on observe des écarts parfois élevés sur l'appréciation de la déformée des pièces voire dans certains cas des inversions de sens par rapport à l'expérience comme on le verra au *chapitre 5*.

Il s'avère alors que pour avancer dans la résolution du problème posé par les contraintes résiduelles dans la déformation des pièces plastiques, il faut étudier le couplage entre la structure et les différents types de contraintes créées lors du cycle de transformation. C'est ce que nous proposons d'examiner dans cette étude dont les objectifs sont alors d'établir des corrélations entre les champs de contraintes résiduelles et d'orientations moléculaires et la stabilité dimensionnelle des pièces moulées.

Cette recherche s'effectuera sur les bases d'une étude paramétrique en faisant varier les conditions de mise en oeuvre notamment les paramètres de temps, température et pression, pour une pièce présentant une certaine complexité géométrique en forme de boîtier en prévoyant deux types d'entrée susceptibles de générer des écoulements radiaux ou unidirectionnels.

Nous proposons par conséquent de suivre le programme de recherche développé au chapitre suivant.



---

**CHAPITRE 2 :**

***PROGRAMME DE RECHERCHE***



**CHAPITRE 2 :**

**PROGRAMME DE RECHERCHE**

Afin de parvenir aux objectifs de la recherche, une étude paramétrique expérimentale sera effectuée dans le but de séparer les paramètres directeurs des variations dimensionnelles et géométries post-moulage et post-recuit sur la base d'une géométrie de pièce. Pour les cas de figure les plus significatifs, les influences de paramètres configurationnels tels qu'une modification géométrique ou un mode d'alimentation de la pièce seront étudiés. L'ensemble des résultats servira de base pour leur interprétation.

L'exploitation des résultats expérimentaux s'établira selon trois axes principaux. Dans un premier temps, le problème du retrait au moulage sera examiné afin de confirmer en termes de tendances les données expérimentales obtenues sur le boîtier. Le retrait ayant fait l'objet d'un grand nombre de travaux, la discussion se concentrera sur la déformée des pièces. Ainsi, l'axe d'interprétation principal de notre recherche sera d'établir les relations entre la déformée des pièces et les tensions internes locales notamment en évaluant l'incidence de la dissymétrie de structure à travers l'effet couplé des tensions d'ordre thermique et de l'orientation moléculaire. La dernière partie de la discussion sera consacrée à la comparaison entre les valeurs expérimentales et les résultats d'un calcul informatisé des déformées par un code de calcul commercial.

La première partie de la discussion se basera sur une analyse thermodynamique du cycle d'injection qui servira à vérifier les écarts de retraits en terme de tendance, enregistrés lors de l'étude expérimentale. A partir d'un cas particulier caractéristique d'une dissymétrie de retrait entre les deux extrémités de la pièce, on tentera d'estimer la part de chaque grandeur thermique ou mécanique sur la précision dimensionnelle du boîtier.

La seconde partie de la discussion sera consacrée à l'analyse des relations entre la déformée des pièces et les tensions internes. On commencera par quantifier les différents types de contraintes générées par le cycle de moulage, soit : les contraintes d'écoulement et l'influence de l'orientation moléculaire d'une part, et les contraintes de refroidissement et l'incidence du caractère structural de la pièce d'autre part. Le choix du cas expérimental faisant l'objet de l'étude portera sur le boîtier ouvert alimenté en nappe longitudinale pour les raisons suivantes:

⇒ la pièce peut être assimilée à une forme géométrique simple d'une plaque 150x50x2mm affectée d'effets de bord particuliers créés par ses flancs latéraux,

⇒ l'écoulement unidirectionnel engendré par la nappe d'alimentation induit un gradient d'orientations moléculaires suivant l'axe d'écoulement et par conséquent une anisotropie des

propriétés et une hétérogénéité de structure de la pièce susceptibles d'influencer son comportement dimensionnel.

On portera une attention particulière sur les déformations engendrées sur les pièces injectées avec une symétrie de régulation thermique du moule dans le but de séparer la part liée aux contraintes de refroidissement de la part attribuée au gradient de structure (orientations, cristallinité). Le cas particulier d'une pièce moulée avec une dissymétrie de refroidissement nous servira ensuite à confirmer, en terme de tendance, le sens de variation de la déformée qui sera associée à la dissymétrie structurale par rapport au plan moyen de la pièce. Le choix des points de mesure est effectué en fonction de la géométrie de la pièce. On peut l'apparenter à une plaque matérialisée par le plan principal affectée par des effets de bord particuliers à chaque extrémité apportés par les flancs latéraux. Les échantillons seront prélevés suivant l'axe de symétrie de la pièce pour s'affranchir de toute perturbation locale générée par les bords, un contrôle sera réalisé sur les extrémités du plan pour quantifier l'influence des parois latérales de la pièce.

L'étude des contraintes d'écoulement commencera par une analyse expérimentale de l'orientation moléculaire le long de l'axe d'écoulement de la pièce pour quantifier son hétérogénéité structurale. Puis nous vérifierons la cohérence des résultats par rapport à la littérature et par une modélisation simplifiée du remplissage afin de contrôler en terme de tendance les variations révélées par nos mesures. L'orientation moléculaire induite par le procédé génère une anisotropie des propriétés mécaniques de la pièce, et un gradient de structure dans l'épaisseur responsable de variations de rigidités locales. Pour quantifier l'incidence du niveau d'orientation sur la rigidité locale du polymère, nous effectuerons des essais mécaniques de flexion sur des échantillons prélevés sur le boîtier. On pourra accéder aux rigidités locales par pelage des couches de polymère orienté puis par un calcul appliqué aux matériaux sandwich. Ces mesures serviront de base pour corriger les niveaux de contraintes de refroidissement. Enfin on quantifiera l'incidence d'une dissymétrie thermique de refroidissement sur les profils d'orientation moléculaire de la pièce.

Les contraintes de refroidissement suivant l'épaisseur seront évaluées par des mesures en dilatométrie par analyse d'image sur des coupes microtomes. L'hétérogénéité de la pièce sera évaluée à partir d'une vérification ponctuelle aux extrémités du plan. Les courbes de dilatation thermique pure obtenues lors du second recuit de DAI serviront à évaluer l'incidence de la structure (orientations, cristallinité) sur le coefficient de dilatation thermique linéaire et à tracer un profil de dilatation thermique dans l'épaisseur de la pièce. La distribution locale de dilatation thermique pourra être validée par une mesure de la déformation de la pièce avec la température, par un contrôle de la flèche résultante. Un calcul

de flèche, basé sur une configuration d'un matériau multicouche, servira à confirmer l'expérimentation.

L'effet couplé des orientations et des contraintes internes sera évalué à partir de mesures de déformation (flèche) d'une pièce recuite à 100°C afin de séparer la part de déformation induite par la configuration morphologique et celle induite par les contraintes d'origine thermique.

Enfin, nous étudierons l'incidence d'une variation du profil de structure dans l'épaisseur sur la flèche par un traitement thermique à 120°C qui modifie et les niveaux d'orientation, et la cristallinité locale.

Un calcul informatisé à partir d'un code commercial va nous permettre de confronter les résultats avec les valeurs expérimentales. La flèche calculée sera comparée aux mesures afin d'interpréter les écarts entre la simulation et l'expérience et de justifier l'intérêt d'intégrer la notion d'hétérogénéité de structure pour améliorer la précision du calcul.

Une vérification des hypothèses sera réalisée sur un cas présentant une configuration structurale différente, en tenant compte par exemple de la dissymétrie de structure apportée par une dissymétrie de régulation thermique de l'outillage.

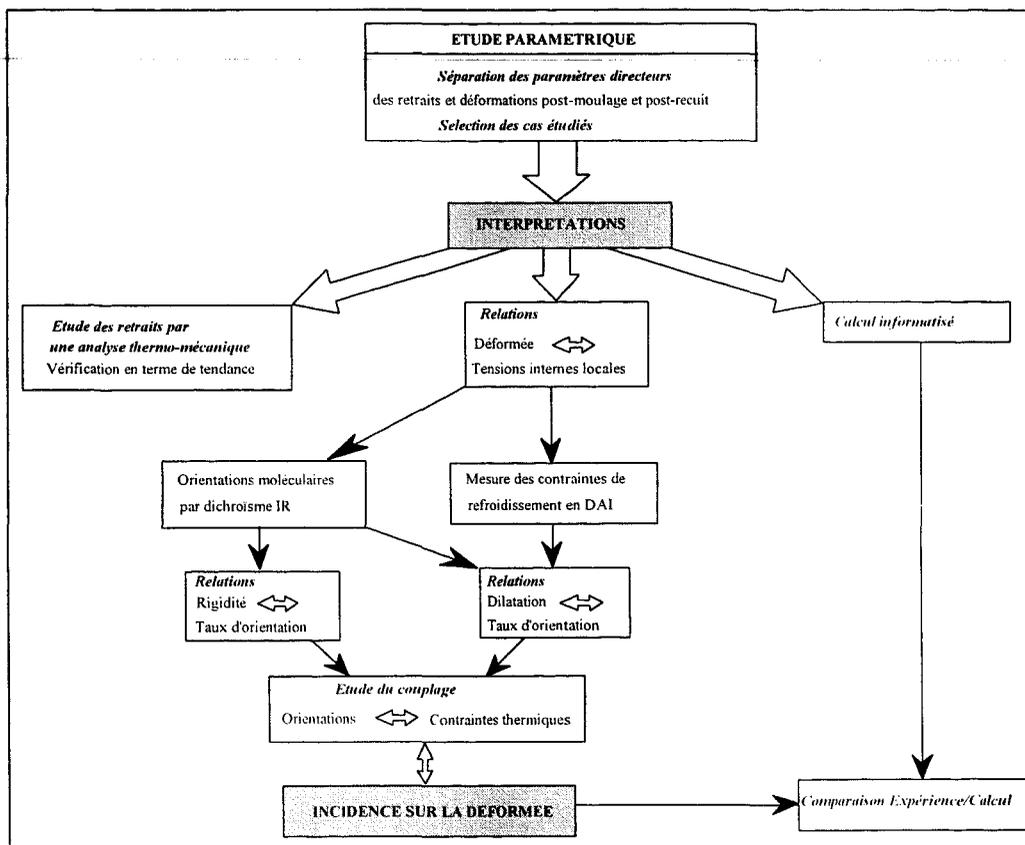


Fig 2.1 : Représentation schématique du programme de recherche.



---

**CHAPITRE 3 :**

***MOYENS GENERAUX  
ET CONDITIONS EXPERIMENTALES***



**CHAPITRE 3 :**

<b>MOYENS GENERAUX ET CONDITIONS EXPERIMENTALES.....</b>	<b>91</b>
3.1. Définition du matériel expérimental de transformation .....	91
3.1.1. Les presses d'injection des thermoplastiques .....	91
3.1.2. L'outillage et son instrumentation .....	92
3.1.3. Les matériels et configurations de la régulation thermique du moule .....	94
3.1.4. Les systèmes d'acquisition de données.....	96
3.2. Les principes du dépouillement.....	97
3.2.1. Analyse des enregistrements de températures .....	97
3.2.2. Analyse des enregistrements de pressions.....	98
3.2.2.1. Détermination des temps de fin de remplissage .....	98
3.2.2.2. Détermination des temps de passage devant les différents capteurs.....	99
3.2.2.3. Détermination des débits volumiques.....	100
3.2.2.4. Détermination des pressions de fin de remplissage.....	100
3.2.2.5. Détermination des temps de figeage.....	100
3.3. Définition du matériel de mesures dimensionnelles et géométriques .....	101
3.3.1. Description du matériel et méthodes de mesure de l'étude préliminaire.....	101
3.3.1.1. Mesure des retraits et post - retraits.....	101
3.3.1.2. Mesure des déformations.....	102
3.3.2. Description générale du matériel et des méthodes de mesure .....	105
3.3.2.1. Mesure des retraits et post-retraits.....	105
3.3.2.2. Mesure des déformations.....	106
3.4. Définition du matériel de mesure des tensions locales.....	109
3.4.1. Mesure de l'orientation moléculaire par dichroïsme IR.....	109
3.4.2. Mesure des contraintes d'origine thermique par DAI.....	111
3.5. Choix des conditions opératoires et des grandeurs caractéristiques.....	112
3.5.1. Choix du matériau transformé .....	112
3.5.2. Choix des grandeurs expérimentales .....	113



**CHAPITRE 3 :**

**MOYENS GENERAUX ET CONDITIONS EXPERIMENTALES**

**3.1. Définition du matériel expérimental de transformation**

**3.1.1. Les presses d'injection des thermoplastiques**

Les presses utilisées pour cette étude sont de conception standard et ne se différencient que par leur architecture. L'une est une presse horizontale de type BILLION H280/90 équipée d'un module de commande visumat 4000, l'autre une presse à unité de fermeture verticale et injection dans le plan de joint de type DK600/200 VPJ. Leurs caractéristiques principales sont regroupées dans le tableau 3.1.

	<b>BILLION H280/90</b>	<b>DK 600 - 200 VPJ</b>
<i>force de fermeture</i>	900 kN	2000 kN
<i>diamètre des colonnes</i>	70 mm	
<i>force d'éjection hydraulique</i>	31 kN	58 kN
<i>course d'éjection</i>	90 mm	110 mm
<i>puissance de chauffe</i>	10,4 kW	26 kW
<i>pression matière maximale</i>	1645 bar	2000 bar
<i>pression hydraulique maximale</i>	160 bar	210 bar
<i>diamètre de la vis</i>	38 mm	42 mm
<i>volume injectable maxi</i>	164 cm <sup>3</sup>	319 cm <sup>3</sup>
<i>course de la vis maxi</i>	145 mm	230 mm
<i>vitesse d'injection maxi</i>	400 mm/s	300 mm/s

Tab 3.1 : Caractéristiques principales des presses utilisées pour l'étude.

La particularité essentielle et commune aux deux presses réside dans leur système de pilotage de la phase de post-remplissage qui peut être réalisée soit avec un mode d'asservissement classique en boucle fermée hydraulique (BFH), soit avec un système développé par le laboratoire de Technologie des Polymères et Composites des Mines de Douai qui utilise un mode d'asservissement en boucle fermée polymère (BFP). Dans le second cas, la grandeur d'entrée du système d'asservissement n'est plus une pression hydraulique comme dans la majorité des presses récentes mais directement une pression exercée par le polymère dans l'empreinte à partir de l'information d'un capteur de pression.

En conséquence, le mode de pilotage développé par notre département offre la possibilité d'induire localement une histoire mécanique contrôlée pendant la phase de refroidissement de la pièce comme le montre schématiquement la figure 3.1.

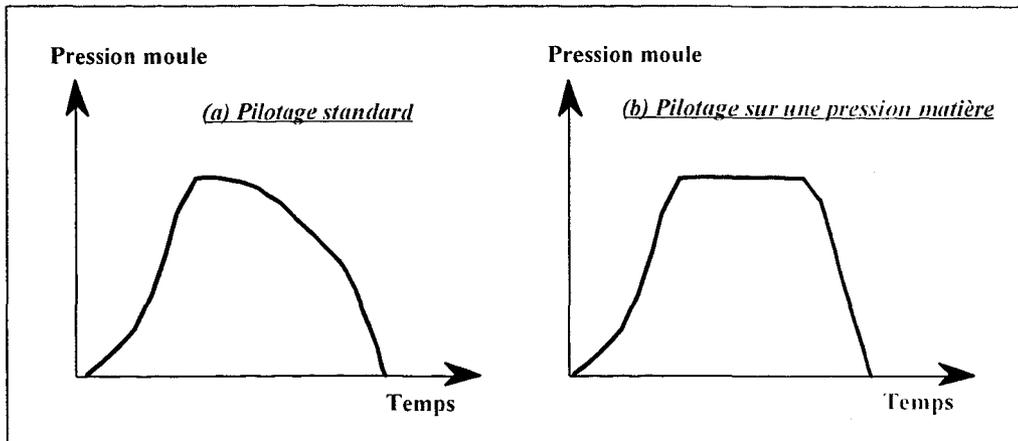


Fig 3.1 : Comparaison des pression dans l'empreinte pour un pilotage standard en pression hydraulique et un pilotage sur une pression matière.

Chaque presse est équipée d'une buse instrumentée par deux capteurs de pression de marque DYNISCO de type PT465XL.30M et de deux thermocouples de type J placés à 3 mm du capillaire. Leur position relative par rapport à l'entrée du capillaire est décrite par la figure 3.2.

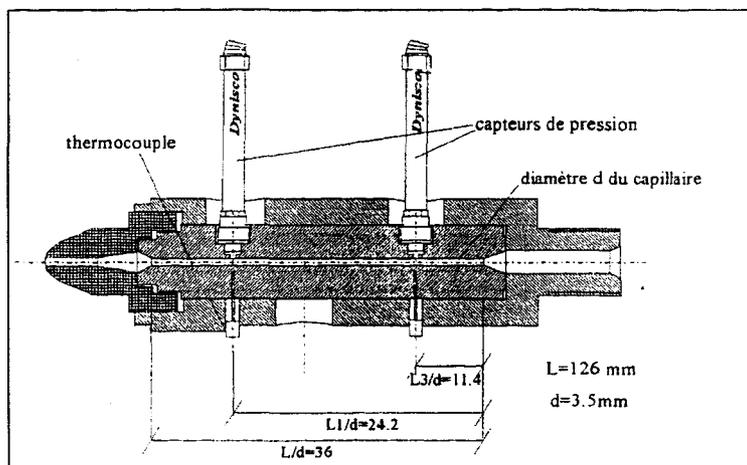


Fig 3.2 : Représentation schématique de la buse instrumentée : position relative des capteurs par rapport à l'entrée du capillaire.

### 3.1.2. L'outillage et son instrumentation

Le modèle de pièce retenu pour l'étude est un boîtier. Cette forme simple dans sa conception reste complexe dans sa réalisation, en particulier lorsqu'il s'agit de conserver la précision géométrique du modèle original représenté par l'empreinte, tant en sortie de moulage

qu'au cours de son utilisation dans le temps. D'autre part, elle est représentative de la configuration géométrique d'une large gamme d'objets injectés, de la simple boîte aux carters, coques, boucliers d'automobiles... Ainsi l'outillage prévoit de satisfaire deux configurations de base :

- pour la confection d'un boîtier complet 5 faces (figure 3.3),
- pour un boîtier en forme de U 3 faces (figure 3.6),

La pièce type, d'épaisseur 2 mm et présentée sur les figures 3.3 et 3.6, possède deux modes d'alimentation représentatifs d'un écoulement radial grâce à une alimentation perpendiculaire au plan de joint du moule par carotte placée dans le plan de symétrie de la pièce, et d'un écoulement unidirectionnel avec une alimentation en nappe dans le plan de joint du moule dont les formes sont définies par la figure 3.4.

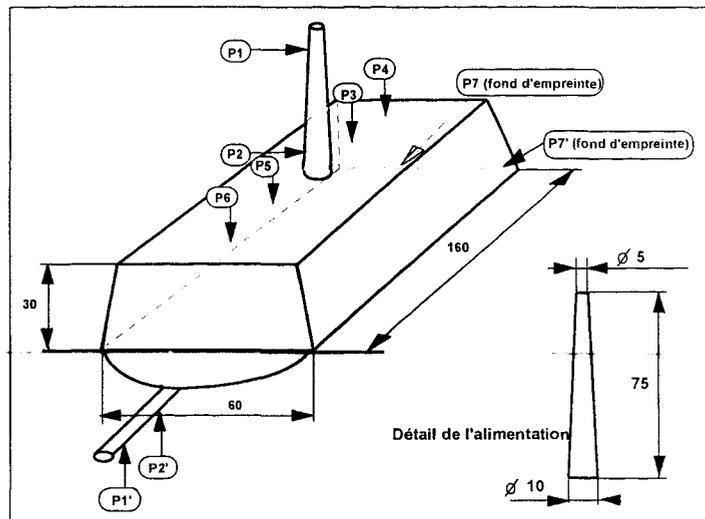


Fig 3.3 : Schéma du boîtier type

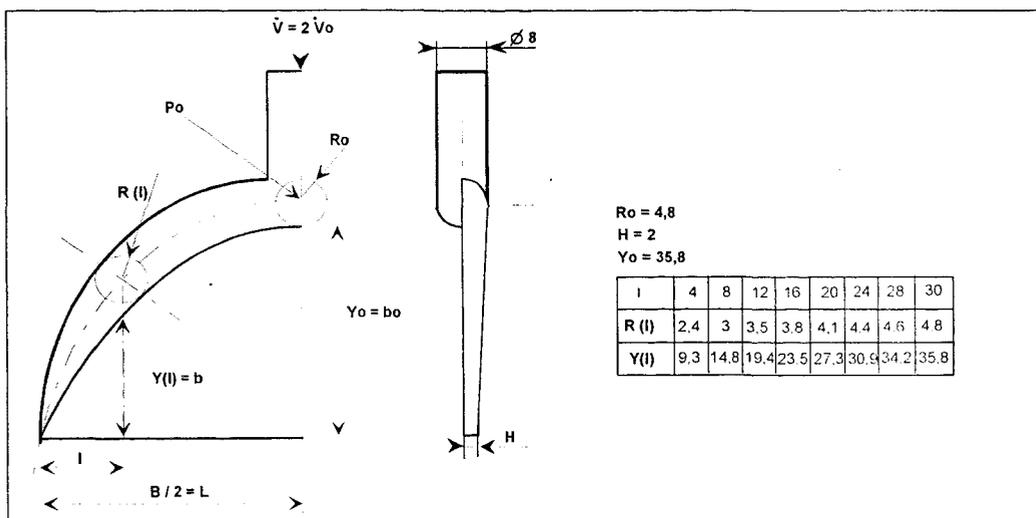


Fig 3.4 : Représentation de la géométrie de l'alimentation en queue de carpe [7].

L'instrumentation de l'outillage se compose de dix capteurs de pression de marque KISTLER de type 6157BA et 6159A pour le premier capteur de carotte. Ils sont placés sur l'axe de symétrie de la pièce, dans la matrice du moule ou dans le poinçon pour les capteurs P1' et P2' de la nappe (figure 3.2). Six sondes de température de type J sont montées à 3 mm de la surface de l'empreinte soit dans le poinçon en regard aux capteurs de pression n° 3, 4, 5, et 6, soit dans la matrice dans les cas 1' et 2'. La sonde de température placée face au capteur de pression N° 5 est une sonde qui affleure la surface de l'empreinte. Elle est isolée à sa périphérie par une gaine de céramique, et est destinée à donner une image de la température d'interface entre la pièce et l'empreinte.

L'information destinée au pilotage de la phase de maintien sur une pression de polymère dans l'empreinte est délivrée par le second capteur de carotte (P2) pour l'alimentation centrale, et par le premier capteur de pièce (P6) pour la nappe longitudinale.

L'outillage est équipé d'un système de régulation thermique à canaux indépendants de diamètre 10 mm représenté par la figure 3.5.

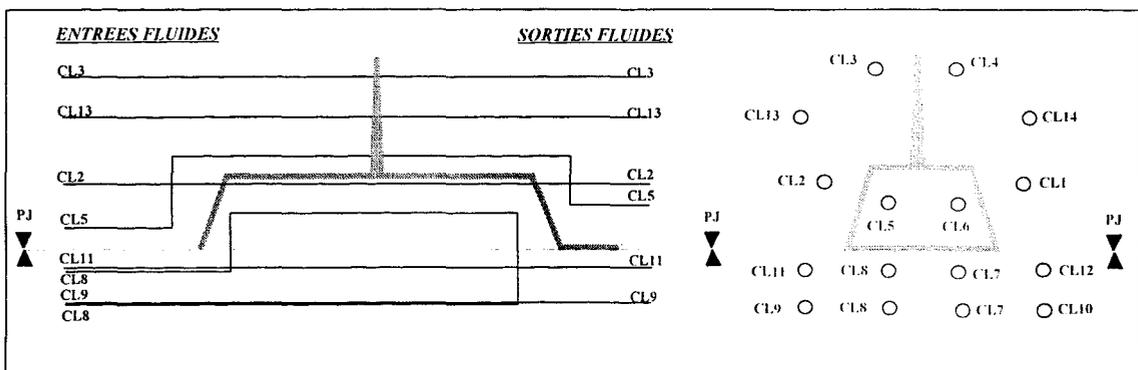


Fig 3.5 : Représentation schématique du système de refroidissement du moule

### 3.1.3. Les matériels et configurations de la régulation thermique du moule

La régulation thermique de l'outillage s'effectue à l'aide de régulateurs de marque DK Codim. Elle se scinde en deux parties :

- une régulation du poinçon par un groupe réfrigérant couvrant un domaine de températures de 0 à 50°C qui nous servira à appliquer une dissymétrie de température de l'outillage en dessous de la température ambiante,

- une régulation de la matrice réalisée par deux centrales thermiques couvrant une plage de températures de 20 à 150°C.

### CHAPITRE 3 : Moyens généraux et conditions expérimentales

Les caractéristiques techniques des groupes de régulation sont présentées dans le tableau 3.2.

Type de régulateur	Débit théorique de sortie	Fluide de régulation	Puissance de refroidissement	Plage de températures
<b>Frigoplast FP4000</b>	30 l/min	Antigel	4000 kcal/h à 10°C	0 - 50 °C
<b>Thermoplast TT160E</b>	75 l/min	Huile	20000 kcal/h à 90°C	20 - 150 °C

Tab 3.2 : Caractéristiques des groupes de régulation.

Les principales propriétés des fluides de régulation huile et antigel sont les suivantes :

Température °C	0	15	50	100	150	200	350
Masse volumique $\rho$ en kg/m <sup>3</sup>	884	875	852	820	787	755	690
Chaleur spécifique CP en kcal/kg.°C	0,43	0,44	0,48	0,52	0,57	0,61	0,70
Conductivité thermique K en kcal/m.h.°C	0,115	0,114	0,112	0,109	0,106	0,103	0,096
Viscosité dynamique en kg/m.s	$2,65 \cdot 10^{-1}$	$9,19 \cdot 10^{-2}$	$1,70 \cdot 10^{-2}$	$4,34 \cdot 10^{-3}$	$1,81 \cdot 10^{-3}$	$9,81 \cdot 10^{-4}$	$4,83 \cdot 10^{-4}$

Tab 3.3 : Propriétés de l'huile Thermia C

Masse volumique $\rho$ en kg/m <sup>3</sup>	1,057.10 <sup>3</sup>						
<b>Température °C</b>	<b>-23,2</b>	<b>4,47</b>	<b>21,14</b>	<b>43,36</b>	<b>65,58</b>	<b>87,8</b>	<b>110,02</b>
Chaleur spécifique CP en J/kg.°C	249,85	277,62	294,29	316,51	338,73	360,95	405,39
<b>Température °C</b>	<b>-23,3</b>	<b>-3,86</b>	<b>23,92</b>	<b>37,8</b>	<b>65,58</b>	<b>121,13</b>	
Conductivité thermique K en J/m.h.°C	0,4154	0,4154	0,4154	0,4145	0,4136	0,4128	
<b>Température °C</b>	<b>-23,3</b>	<b>0,03</b>	<b>20,03</b>	<b>37,8</b>	<b>50,03</b>	<b>121,13</b>	
Viscosité dynamique en kg/m.s	$1,24 \cdot 10^{-2}$	$8,27 \cdot 10^{-3}$	$4,94 \cdot 10^{-3}$	$2,40 \cdot 10^{-3}$	$4,13 \cdot 10^{-4}$	$4,13 \cdot 10^{-4}$	

Tab 3.4 : Propriétés de l'antigel 50% eau + 50% glycol.

Il faut noter que les débits théoriques par canal de refroidissement sont particulièrement déséquilibrés entre le poinçon et la matrice (environ quatre fois moindre pour le poinçon). Le choix de connecter deux régulateurs sur la matrice de manière symétrique par

rapport à l'axe longitudinal de la pièce, s'explique par le fait que nous gardons la possibilité de créer une dissymétrie de refroidissement suivant cet axe pour accentuer les gauchissements de la pièce.

### **3.1.4. Les systèmes d'acquisition de données**

L'étude nécessite l'enregistrement d'un grand nombre de variables de sortie qui, reliées aux variables d'entrée, entreront dans l'interprétation des résultats. On distingue comme variables de sortie les pressions, les températures et comme variables d'entrée les vitesses imposées, les températures outillage et matière, les pressions de post remplissage, les temps de refroidissement ...

Les signaux provenant des sondes de température placées dans le moule et dans la buse sont dirigés vers un enregistreur 30 voies MULTIREG C 1730 de SIEMENS pour lequel la durée de mesure sur une voie est de 40 ms. Les enregistrements seront utilisés pour déterminer les températures réelles de la matière dans la buse, comme dans l'outillage, afin de vérifier la stabilité thermique du procédé au cours d'une série d'essais et de connaître les conditions thermiques initiales de chaque injection.

Pour les besoins de l'étude, il sera nécessaire d'obtenir précisément l'évolution des températures pendant le cycle complet d'injection. En conséquence, nous utiliserons pour certaines voies (figure 3.6) un système d'acquisition à partir d'un micro-ordinateur PC-AT à microprocesseur INTEL 80386 SX cadencé à 20 MHz, 2 MO de mémoire en RAM, disque dur 40 MO et écran haute résolution VGA. Les signaux seront adressés à une carte de conversion Analogique/Numérique DAP 800 : 8 entrées analogiques unipolaires ou 4 entrées analogiques bipolaire. L'échantillonnage est fixé à 2,5 Hz ce qui semble compatible avec les temps de réponse des thermocouples (0,5 seconde à 90%). Le système est multitache et travaille en temps réel, les données sont traitées sous un langage Turbo Basic 5 et enregistrées dans des fichiers directement exploitables par des bases de données de type EXCEL.

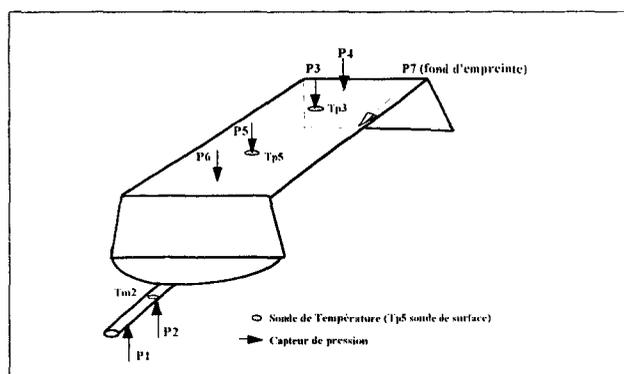


Fig 3.6 : Choix des points d'enregistrement de températures.

Les signaux des capteurs de pression matière dans la buse et l'outillage, de pression hydraulique de la presse, de la vitesse de remplissage, de la position de la vis, ainsi que ceux des jauges de déformation de l'outillage sont dirigés vers un analyseur de transitoires TEKTRONIX TESTLAB équipé de trois cartes 25AA1 et une carte 25AA5. Chacune de ces cartes peut acquérir soit quatre signaux différentiels (seize pour la carte AA5), soit deux signaux simples (huit pour la carte AA5). Chaque voie de mesure est réglable en amplitude de signal offset. Elle est reliée à un convertisseur analogique digital et a une mémoire de 256 Ko de 12 bits. La fréquence d'acquisition est déterminée par l'horloge interne du système ou extérieurement. Le déclenchement de l'acquisition peut être réalisé avec trigger sur une des voies de mesure. Nous avons choisi de déclencher l'acquisition par le signal de syncro injection délivré par la presse. La fréquence d'échantillonnage est fixée à 5 ms sur chaque voie. Le schéma de principe du système d'acquisition de mesures mis en place est représenté sur la figure 3.7.

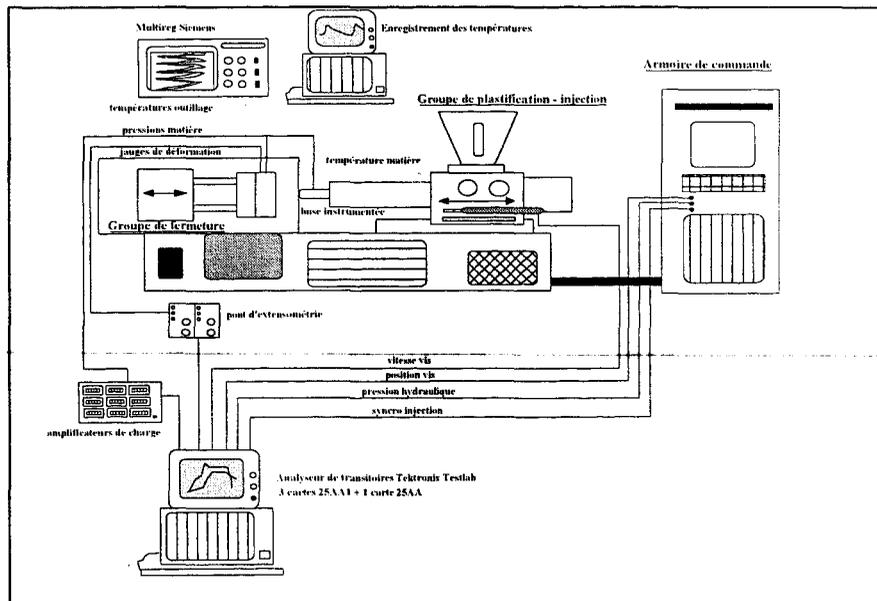


Fig 3.7 : Schéma du système d'acquisition mis en place

## 3.2. Les principes du dépouillement

### 3.2.1. Analyse des enregistrements de températures

Les enregistrements de températures sont utilisés tout d'abord afin de s'assurer de la stabilité du processus de fabrication. En effet, au démarrage de chaque série de moulage les températures de masse et de paroi évoluent avant de se stabiliser autour d'une valeur moyenne. Cette phase transitoire nécessite le moulage d'une quinzaine de pièces en général. On s'assure d'avoir atteint le régime stationnaire avant de réaliser les enregistrements.

Les températures évoluent de façon importante durant le cycle d'injection, les températures maximales étant obtenues pendant la phase de remplissage. Nous avons choisi de définir la température d'outillage par la température moyenne enregistrée sur un cycle. La figure 3.8 est une illustration type de ces enregistrements.

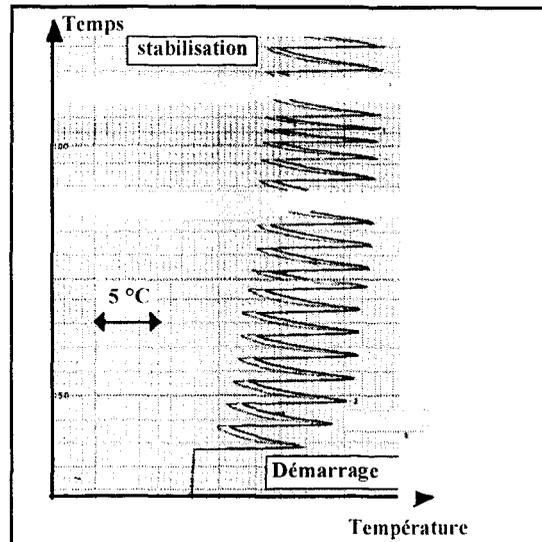


Fig.3.8 : Enregistrement type des températures lors de l'injection.

### 3.2.2. Analyse des enregistrements de pressions

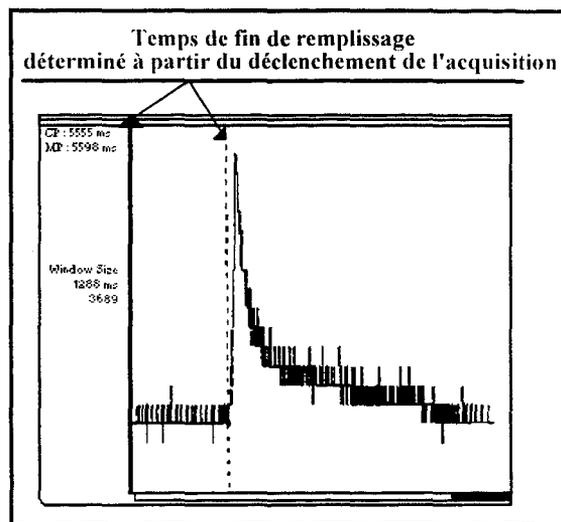
Les enregistrements de pression sont exploités à plusieurs niveaux:

- détermination du temps de fin de remplissage
- détermination des temps de passage devant les différents capteurs
- détermination des pressions de fin de remplissage
- détermination des temps de figeage

#### 3.2.2.1. Détermination des temps de fin de remplissage

Elle est directement réalisée sur l'analyseur de transitoire TEKTRONIX qui permet un certain nombre de traitements simples des courbes enregistrées. En particulier, il permet de calculer et de tracer l'évolution de la dérivée par rapport au temps d'un des signaux acquis. Nous avons, après avoir testé d'autres méthodes, choisi de définir le temps de fin de remplissage  $t_f$  comme l'instant où la courbe dérivée du dernier capteur (P7) change brutalement de pente. Ce temps est en fait relatif puisqu'il est compté à partir du déclenchement de l'acquisition et/ou de l'injection qui est réalisé légèrement avant le début du remplissage de l'empreinte (il dépend du temps de réponse de la commande de la presse). Il sera donc à corriger après détermination du temps effectif de début de remplissage.

La figure 3.9 montre un exemple représentatif de cette opération :

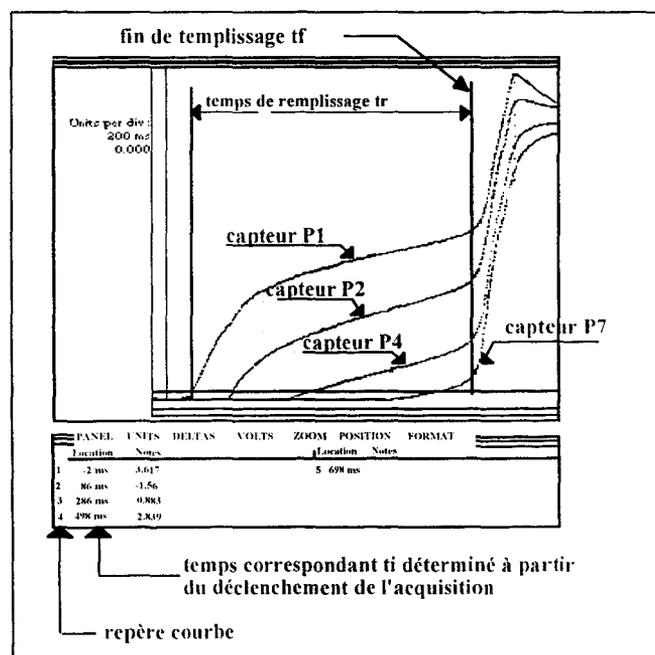


Dérivée du signal du dernier capteur de pression

Fig.3.9 : Détermination du temps de fin de remplissage.

### 3.2.2.2. Détermination des temps de passage devant les différents capteurs

Elle est également réalisée directement sur l'analyseur de transitoire. Les courbes de pression sont affichées à l'écran, et les temps de passage  $t_i$  sont déterminés sur ces courbes avec une précision de plus ou moins trois points d'acquisition par un curseur. La figure 3.10 montre un exemple de cette détermination:



Enregistrement des signaux des capteurs de pression matière

Fig.3.10 : Détermination des temps de passage devant les différents capteurs.

3.2.2.3. Détermination des débits volumiques.

Le débit volumique moyen  $Q_{\text{moy}}$  est calculé à partir du temps de fin de remplissage, du temps de passage devant le premier capteur de pression et le volume compris entre le premier capteur et la fin de l'empreinte :

$$Q_{\text{moy}} = \frac{\text{volume compris entre } P_1 \text{ et la fin de l'empreinte}}{t_f - t_1} = \frac{V_{1f}}{t_{1f}}$$

3.2.2.4. Détermination des pressions de fin de remplissage

Elle est réalisée à partir des enregistrements de pressions sur lesquels apparaît en particulier le temps de fin de remplissage déterminé plus haut. On trace en ce point la tangente à chacune des courbes. L'intersection de cette tangente avec la verticale au temps de remplissage correspond à la pression de fin de remplissage. La figure 3.11 montre un exemple de cette détermination.

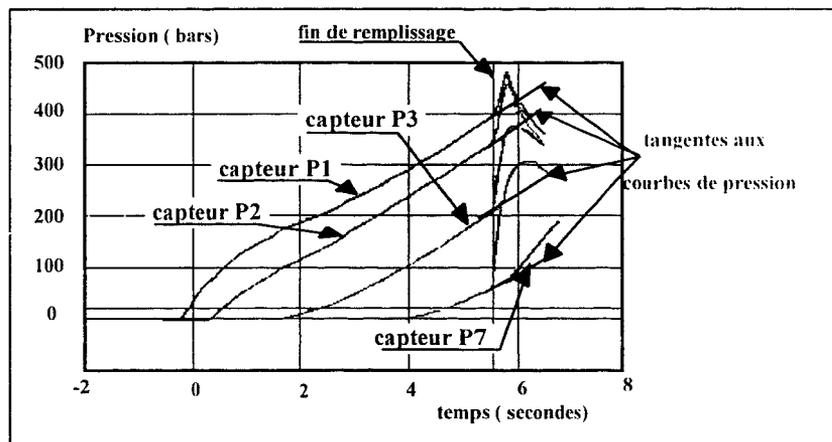


Fig.3.11 : Détermination des pressions de fin de remplissage.

3.2.2.5. Détermination des temps de figeage

Elle est directement tirée des courbes de pressions et correspond au changement de pente de la courbe dans la phase de refroidissement du polymère (figure 3.12). Le temps de figeage peut s'extrapoler à partir de la courbe dérivée pour une plus grande précision. A partir de l'ensemble des enregistrements il est alors possible de définir localement les temps de figeage dans la pièce.

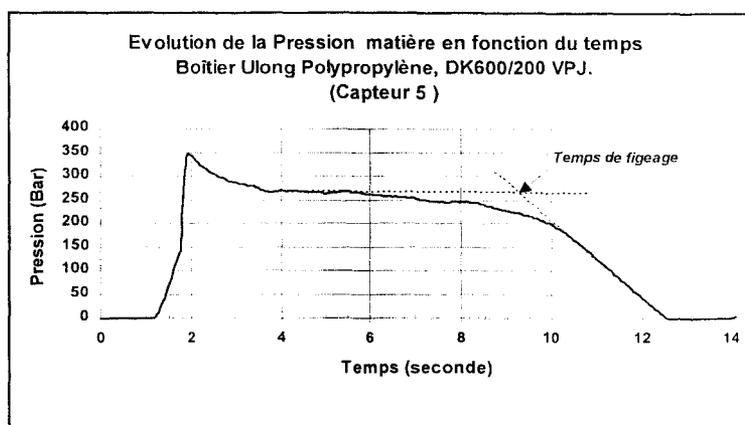


Fig 3.12 : Détermination du temps de figeage

### 3.3. Définition du matériel de mesures dimensionnelles et géométriques

Nous devons séparer les matériels de mesure en fonction de la définition des phases expérimentales de cette étude. En fait, il s'agit dans un premier temps de mener une étude préliminaire destinée à sélectionner les variables d'entrée caractéristiques des grandeurs mesurées. Pour cette première partie nous allons utiliser des moyens de mesure simples qui serviront à élaborer les méthodes de contrôle et à évaluer les matériels. La seconde phase expérimentale basée sur les résultats de l'étude préliminaire utilisera des matériels plus sophistiqués donc plus lourds à mettre en oeuvre.

#### 3.3.1. Description du matériel et méthodes de mesure de l'étude préliminaire

##### 3.3.1.1. Mesure des retraits et post - retraits

Il s'agit d'un contrôle dimensionnel de la pièce moulée. On peut distinguer quatre grandeurs caractéristiques : la longueur, la largeur, la hauteur et l'épaisseur de la pièce. Sur ces quatre grandeurs nous n'en retenons dans un premier temps que deux , la largeur et l'épaisseur de la face supérieure (prise au niveau du capteur P5) qui peuvent facilement être mesurées au moyen de matériels de mesure conventionnels tels que pied à coulisse et micromètre. Le matériel de mesure sélectionné est un matériel de marque MITUTOYO dont les caractéristiques sont reprises dans le tableau suivant :

	Pieds à coulisse série 500/312	Micromètre série 293/151
<b>Gamme de mesure</b>	0-200 mm	0-25 mm
<b>Résolution</b>	0,01 mm	0,001 mm
<b>Erreur de mesure</b>	+/- 0,02 mm	+/- L/75 $\mu$ m
<b>Répétabilité</b>	0,01 mm	1 $\mu$ m

Tab 3.5 : Caractéristiques principales des matériels de mesure.

Pour les deux autres grandeurs (la longueur et la hauteur de la pièce) nous ne pouvons les prendre en considération en dehors du boîtier complet. En effet, les pièces injectées comportent des déformations géométriques parfois importantes, il faudrait connaître exactement la déformation de la pièce pour calculer une longueur développée et une hauteur équivalente (figure 3.13). On introduirait alors une incertitude supplémentaire apportée par la précision du calcul. Une autre solution consisterait à déformer la pièce pour lui rendre sa configuration géométrique originale comme dans le cas de plaques où l'on impose la planéité pour la mesure dimensionnelle. Dans le cas qui nous concerne il nous est impossible d'utiliser cette méthode sans risquer d'induire des déformations résiduelles supplémentaires qui pourraient gêner par la suite l'appréciation de la déformée des pièces.

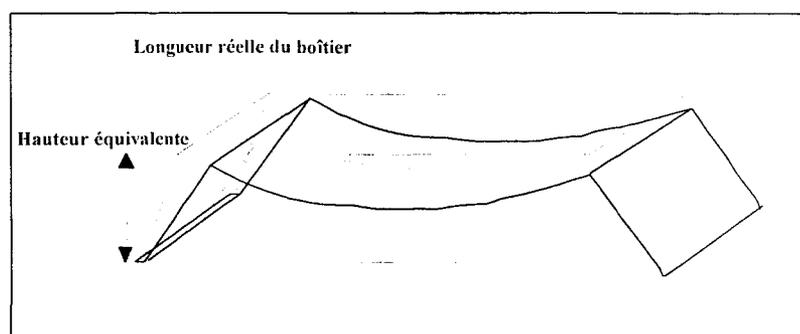


Fig 3.13 : Etude dimensionnelle sur la longueur et la hauteur du boîtier.

### 3.3.1.2. Mesure des déformations

La mesure des déformations des boîtiers injectés se heurte à deux difficultés majeures, d'une part la grande déformabilité des pièces qui implique des pressions de contact relativement faibles pour ne pas accroître les déformations, et d'autre part la faible dureté superficielle du matériau qui rend difficile toute mesure avec contact. On peut ajouter aussi les difficultés liées au positionnement de la pièce, donc à la répétabilité des mesures.

Plusieurs solutions sont offertes pour effectuer les mesures :

- L'utilisation d'une machine à mesurer tridimensionnelle équipée d'une cellule de mesure sans contact de type laser. Cette solution est séduisante puisqu'elle offre l'avantage de pouvoir accéder à toutes les faces de la pièce sans induire de déformations supplémentaires liées à la pression du capteur et à la dureté superficielle de l'objet mesuré. Par contre, elle nécessite un étalonnage délicat puisque le signal délivré par le capteur laser dépend directement du matériau mesuré par sa nature chimique, sa couleur, son état de surface et sa brillance.

- La seconde solution reprend l'utilisation d'une machine à mesurer tridimensionnelle mais équipée, cette fois, d'un micro palpeur. On conserve l'avantage de l'accessibilité mais on

se heurte aux problèmes de déformation et de dureté superficielle dépendant de la souplesse de la machine et de la forme du palpeur.

- Il existe enfin une troisième solution qui réside dans l'utilisation de capteurs de position mesurant l'altitude des points d'un plan de la pièce par rapport à un plan de référence. L'avantage principal réside dans un dispositif simple et rapide à mettre en place. Les inconvénients restent la déformation des pièces par les palpeurs et l'influence de la dureté superficielle du matériau.

Pour l'étude préliminaire qui consiste à mettre en évidence le niveau d'influence des conditions de transformation sur les déformations et retraits, nous allons isoler le plan de déformation principal à savoir le plan supérieur du boîtier pour le contrôle du gauchissement. Nous choisirons la troisième solution qui nous donnera une mesure relative de la déformation. Nous allons privilégier la reproductibilité des mesures au détriment de la précision. Le dispositif de mesure se compose alors de six capteurs de position à transformateur différentiel de type IFELEC L50 de résolution infinie, d'une linéarité égale à  $\pm 0.2\%$  de la pleine échelle. Ils délivrent leurs signaux à une série de six tiroirs de mesure IFELEC 11. Les capteurs sont montés sur un portique parallèle au plan de référence.

La pièce à mesurer est placée dans un dispositif d'indexage composé d'un appui cylindrique latéral, d'un appui plan longitudinal qui assure deux points d'appui, d'un appui plan inférieur servant de surface de référence et d'un dispositif de serrage constitué d'un appui mobile actionné par un ressort (figure 3.14).

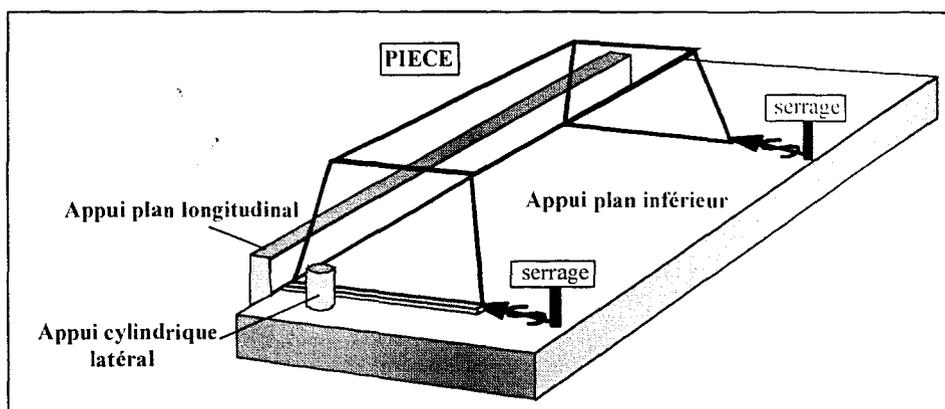


Fig 3.14 : Schéma de principe du montage

Les mesures sont réalisées sur une demie pièce, les capteurs de position relèvent les six niveaux h1 à h6, par translation une seconde série de mesures relève les niveaux h7 à h12 comme l'indique la figure 3.15. La position relative des capteurs par rapport à la pièce entre les deux séries de mesures est donnée par un comparateur fixé sur le bâti.

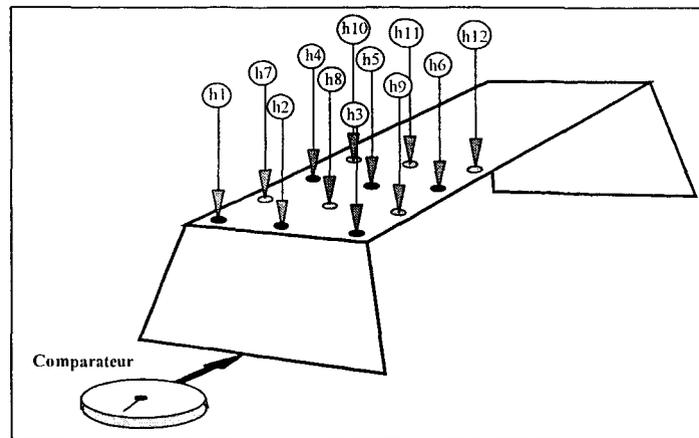


Fig 3.15 : Schéma de principe de la mesure de gauchissement de la face supérieure

Par retournement de la pièce on relève douze nouveaux points définissant alors un ensemble de 24 points d'altitude qui caractérisent le plan supérieur du boîtier assimilé ici à un parallélépipède déformé. Pour comparer les différents essais réalisés, on utilise une grandeur caractéristique de la déformation du plan à travers un calcul du volume déformé de la pièce représenté par l'écart entre le volume du parallélépipède déformé et celui du même parallélépipède non déformé (figure 3.16).

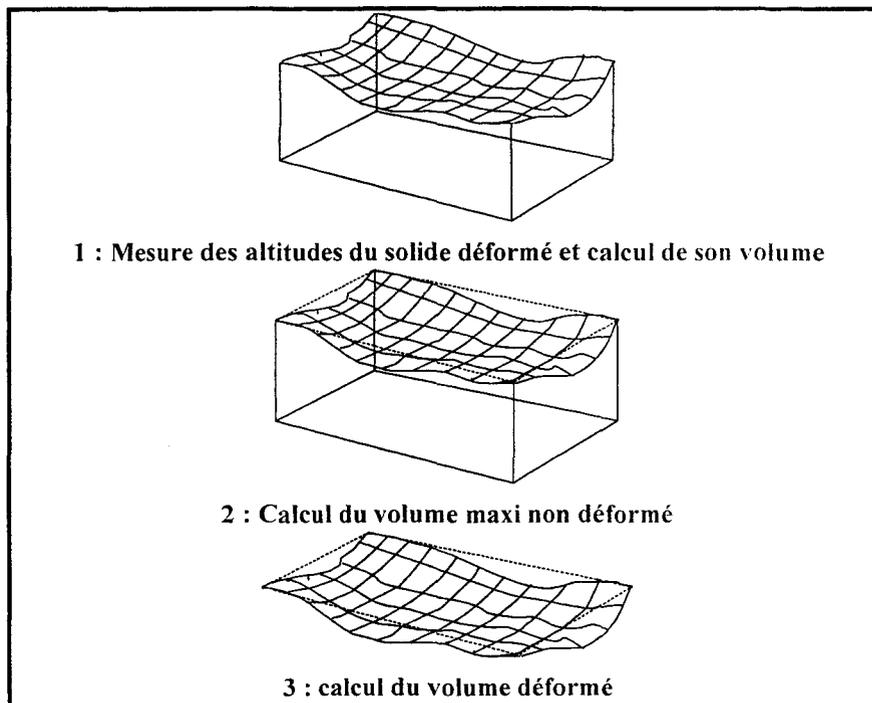


Fig 3.16 : Principe du calcul de la grandeur caractéristique de l'état de déformation

Cette solution , bien qu'offrant l'avantage de rendre compte de l'état de déformation globale de la pièce présente l'inconvénient d'induire des erreurs de position:

- position de mesure des points variable selon la longueur de la pièce.
- définition du plan de référence.

Pour définir le volume déformé, on recalcule d'abord des points intermédiaires entre les points de mesure pour obtenir d'une manière plus précise l'allure des courbures de déformation selon les axes principaux du plan (X,Y) par des méthodes de lissage de type Splines 2 dimensions. Dans un second temps, on calcule le volume par des systèmes d'intégration du type de la méthode des trapèzes (figure 3.17).

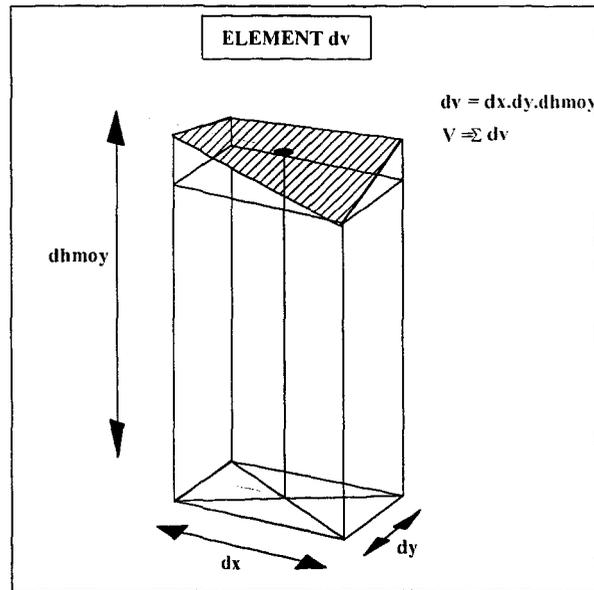


Fig 3.17 : Calcul du volume d'un parallélépipède déformé

### **3.3.2. Description générale du matériel et des méthodes de mesure**

A l'exception de l'étude préliminaire, les contrôles dimensionnels et géométriques des pièces seront réalisés par une machine à mesurer tridimensionnelle selon un schéma d'acquisition préétabli. C'est une machine trois axes équipée d'un micropalpeur à tête sphérique de diamètre 3 mm, la précision de position en volume est de +/- 5  $\mu$ m.

#### **3.3.2.1. Mesure des retraits et post-retraits**

Pour satisfaire aux exigences du contrôle dimensionnel, nous avons réalisé un montage métrologique conventionnel 6 points (figure 3.18) :

- 3 points d'appui pour le plan inférieur,
- 2 points d'appui longitudinaux,
- 1 point d'appui latéral.

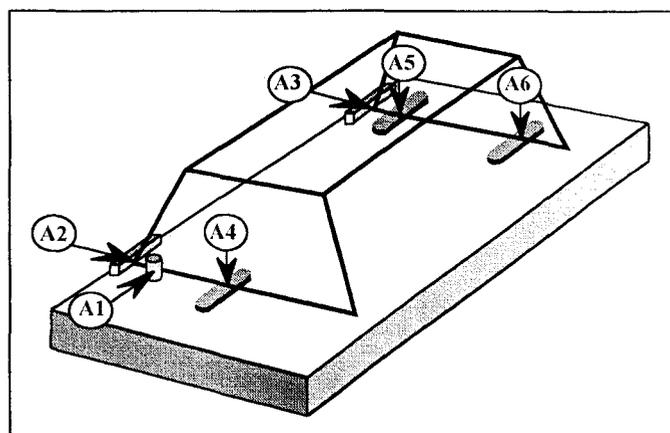


Fig 3.18 : Montage métrologique 6 points.

Les cotes de référence servant de base à l'étude des retraits sont obtenues à partir de points caractéristiques relevés sur les bords du boîtier. Connaissant la position de ces points dans un repère cartésien (x,y,z) et l'angle d'inclinaison entre deux points d'un même bord, un calcul interpole la position cartésienne aux extrémités de la pièce comme le montre la figure 3.19. La précision de mesure calculée sur 5 échantillons est de +/- 0,008 mm, les résultats corroborent les relevés réalisés au micromètre à la précision de mesure près (résolution 0,01 mm dans la gamme considérée).

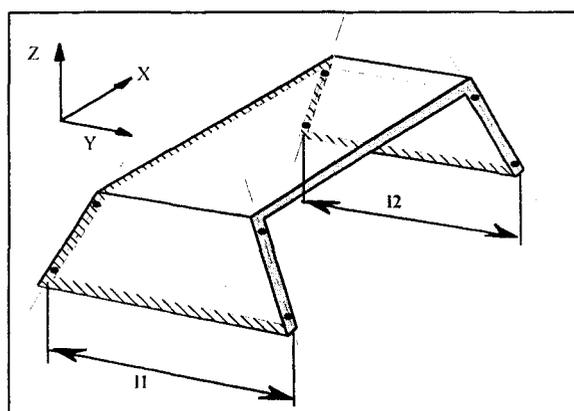


Fig 3.19 : Extrapolation des côtes sur le boîtier à partir des mesures tridimensionnelles.

Les mesures ainsi relevées sont alors comparées aux mesures effectuées sur la matrice du moule selon la même démarche.

### 3.3.2.2. Mesure des déformations

La matrice, le poinçon et les pièces injectées font l'objet d'une série de relevés géométriques tridimensionnels qui définissent un maillage dans un repère cartésien d'axes X, Y, Z. Les fichiers de points ainsi obtenu sont ensuite exploités pour définir le défaut de forme des faces de la pièce selon deux méthodes d'exploitation :

- La première méthode est couramment utilisée pour apprécier la planéité des marbres. On dispose au départ de deux grandeurs, d'une part les coordonnées du point dans le repère (x, y, z) et d'autre part de l'écart de ce point de mesure par rapport au même point mesuré sur l'empreinte qui sert ici de référence. Ce qui permet par comparaison de connaître le déplacement du point sur un axe donné et d'absorber les éventuels défauts de la matrice puisque nous travaillons sur des écarts. Les points formant les extrémités de chaque diagonale du plan considéré sont amenés au même niveau. On détermine ainsi un plan de référence délimité par des points A', B', C' et D' avec de nouvelles coordonnées ( figure 3.20). Par ligne et par colonne chaque point de mesure est ramené sur le plan de référence comme l'indique la figure 3.21, les points aux nouvelles coordonnées ainsi définies sont ensuite comparés en altitude par rapport au point le plus bas calculé. On obtient ainsi le défaut de forme de la face étudiée et son défaut de planéité qui englobe le défaut de forme et le gauchissement de la pièce.

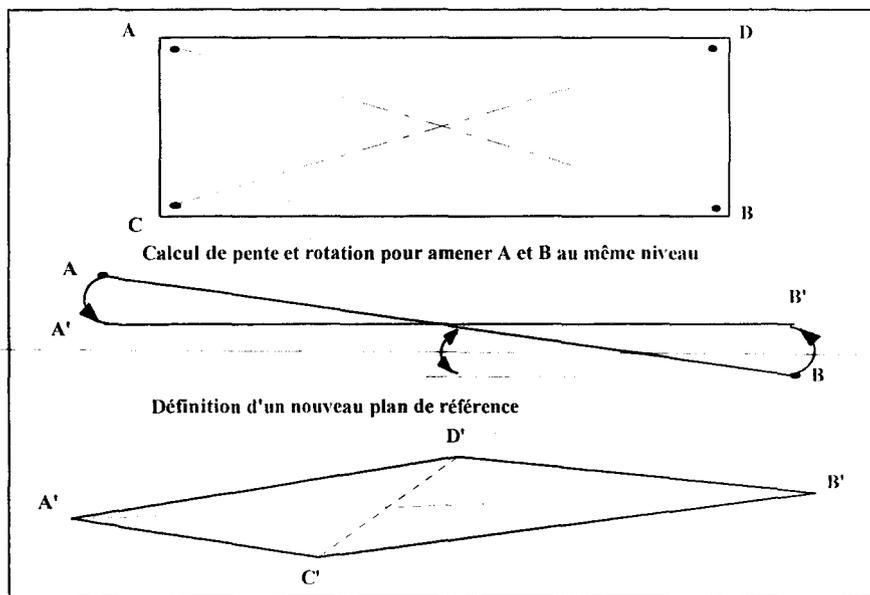


Fig 3.20 : Définition du plan de référence.

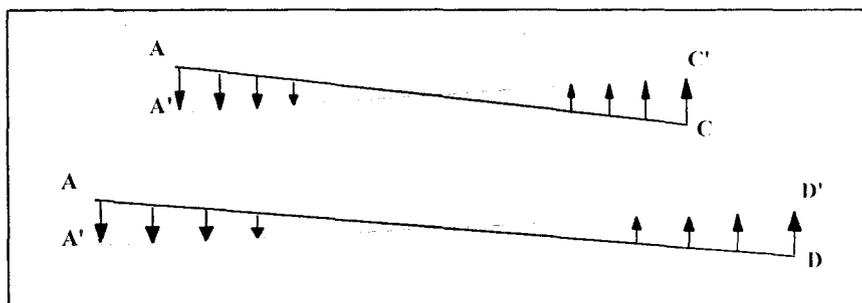


Fig 3.21 : Principe du calcul des points.

- La seconde méthode est une méthode numérique qui consiste à calculer le plan des moindres carrés à partir des points de mesure et d'évaluer la position de ces points par rapport

au plan. Cette méthode offre l'avantage de fournir non seulement le défaut de planéité de la face considérée mais aussi d'accéder au défaut de forme caractérisé par l'inclinaison du plan des moindres carrés par rapport aux axes du repère. Le défaut de forme traduit une déformation globale de la pièce, l'inclinaison du plan moyen peut prendre quatre configurations. On peut également déterminer le gauchissement ou vrillage de la face étudiée en mesurant l'écart d'altitude entre les points situés aux quatre angles de la face. Pour résumer et bien définir l'ensemble du vocabulaire conventionnel que nous utiliserons ultérieurement, la figure 3.22 montre les différents cas de figure dans l'interprétation des résultats.

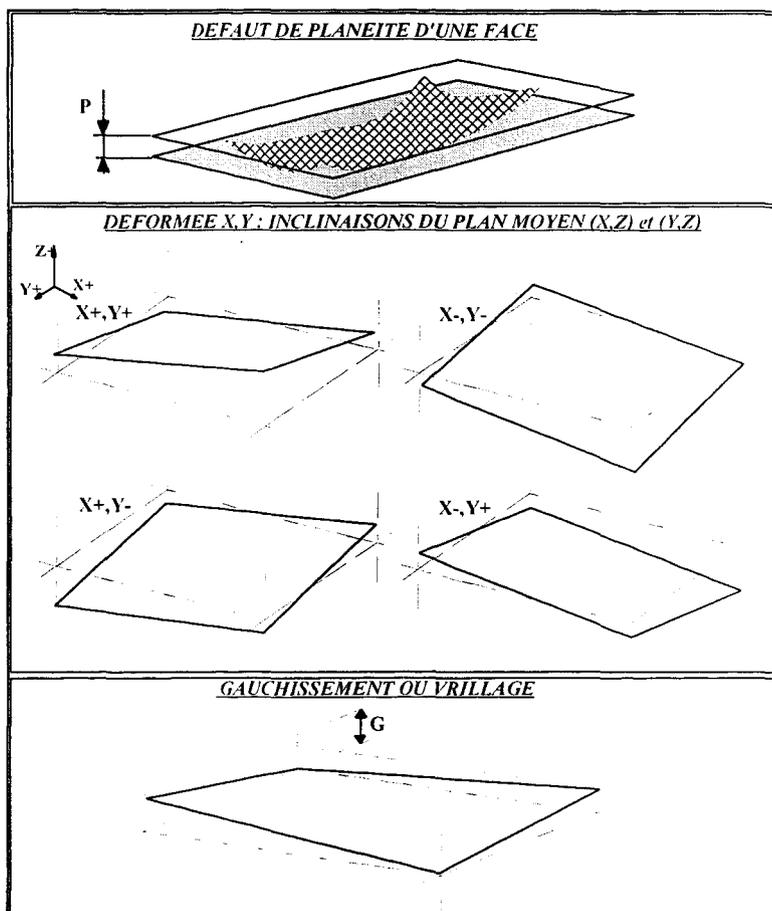


Fig 3.22 : Caractérisation des défauts de forme.

La précision de mesure est caractérisée par deux notions : la répétabilité ou la précision du processus de mise en forme et la répétabilité ou la précision du procédé de mesure. Nous avons, pour le premier cas, prélevé cinq échantillons représentatifs de cinq cycles de moulage consécutifs aux conditions de mise en oeuvre identiques et calculé l'erreur due au procédé de mise en forme (tableau 3.6). Pour la seconde grandeur, nous avons prélevé un échantillon du lot précédent et répété cinq fois la méthode complète de mesure. l'erreur due aux relevés métrologiques est donnée par le tableau 3.7. Il faut noter que les déformées peuvent prendre des valeurs négatives selon la direction de l'inclinaison par rapport à la référence (figure 3.22).

On calcule alors l'inclinaison moyenne du plan compte tenu de ce changement de signe et non pas en valeur absolue qui ne traduirait pas le changement éventuel de forme.

Référence	Planéité	Déformée/x	Déformée/y
1/5d	3,822	1,45E-03	-3,94E-03
2/5d	4,079	1,67E-03	2,44E-03
3/5d	3,739	1,61E-03	-2,93E-04
4/5d	4,078	1,85E-03	3,39E-03
5/5d	4,018	2,22E-03	4,17E-04
Moyenne	3,947	1,76E-03	4,03E-04
Ecart type	1,57E-01	2,93E-04	2,85E-03
Erreur = +/-	7,02E-02	1,31E-04	1,27E-03

Tab 3.6 : Estimation de l'erreur due à la mise en oeuvre

Référence	Planéité	Déformée/x	Déformée/y
1	3,602	9,25E-04	-6,04E-04
2	3,697	9,56E-04	-9,83E-04
3	3,589	8,56E-04	-3,74E-03
4	3,502	9,98E-04	8,67E-04
5	3,509	9,74E-04	3,61E-04
Moyenne	3,580	9,42E-04	-8,20E-04
Ecart type	7,94E-02	5,49E-05	1,79E-03
Erreur = +/-	3,55E-02	2,46E-05	8,01E-04

Tab 3.7 : Estimation de l'erreur due à la mesure.

### 3.4. Définition du matériel de mesure des tensions locales

#### 3.4.1. Mesure de l'orientation moléculaire par dichroïsme IR

Le dichroïsme infra-rouge, (Cf chapitre 1 p54), donne accès au second moment de la fonction de distribution d'orientation globale dans le matériau. Cette méthode permet en outre d'étudier l'orientation des phases amorphe et cristalline séparément grâce aux bandes d'absorption caractéristiques de chaque polymère [78,79]. On peut alors déterminer expérimentalement les taux de cristallinité par dosage quantitatif sur certaines bandes d'absorption qui n'apparaissent qu'en phase cristalline [80 à 82].

Le spectre d'absorption du polypropylène a fait l'objet de nombreuses études qui ont permis de déterminer l'attribution de chaque pic. Le tableau 3.8 donne un exemple de l'ensemble des bandes particulières du polypropylène [81], elles caractérisent les bandes d'absorption cristalline et amorphe pour un polymère non orienté, mono orienté et fondu, elles sont tirées de mesures par diffraction de rayons X.

Normal state			Orientated state				Melted state			Classification by $\alpha, c, i$
Wave number		Relative intensity	Wave number		Dichroism		Wave number		Relative intensity	
A & Y	N <sup>a</sup>		A & Y	N	A & Y	N <sup>b</sup>	A & Y	N		
3200		m	—							
3152		m	—							
2980			2972		(  )					
			2960		—					
		vvs	2950		(⊥)					
		vb	2920		—					
			2882		(⊥)					
2845			2848		—					
2730	s		2730		⊥					
2640	wm		—							
1462	vvs		1462		—		1458	vvs		i
1379	vvs		1379		(⊥)		1377	vvs		i
1366	msh		1366		(⊥)		(1366)	(sh)		(c)
1333	1328	wsh	1334	1328	—	⊥	(1333)	(sh)		(c)
1312	1304	sm	1311	1304	—		—			c
1306	1297	wsh	1303	1297	⊥	⊥	—			c
1262	1255	sm	1260	1255	—		1258	1255	m	i
1222	1220	mw	1221	1220	—	⊥	—	—		c
1170	1167	vs	1168	1167	—		—	—		c
1158	1155	msh	1156	1155	⊥	⊥	1153	1155	vs	$\alpha^*$
1105	1104	mw	1105	1104	⊥	—	—	1104		c
1048	1045	mw	1047	1045	—		—	—		c
	1036									
1000	998	vs	1000	998	—		1002	998	vwsh	c
976	973	vs	976	973	—		974	973	vs	i
943	941	mw	942	941	⊥	⊥	—	—		c
900	899	s	900	899	⊥	⊥	(900)	(893)	(b)	(c)
843	841	vs	843	841	—		—	—	p	c
809	809	s	810	809	⊥	⊥	810	(813)	mb	(c)

Tab 3.8 : Bandes d'absorption caractéristiques du PP, (a) de l'état amorphe, (c) de l'état cristallin, (i) bandes d'intensité constante avec la température ; les dichroïsmes // et ⊥ sont déterminés à partir des intensités dans les deux directions de la polarisation de la lumière; les intensités relatives sont : m pour medium, s pour strong, w pour wide, h pour high, b pour broad et v pour very[81].

Les mesures sont effectuées sur des coupes microtomes de 10 mm x 6 mm x 20  $\mu$ m prélevées dans l'épaisseur d'un échantillon découpé dans les pièces (figure 3.23), les bandes caractéristiques sont choisies à partir des résultats d'une étude antérieure menée avec le même matériau sur des disques injectés [26], soit :

- 973  $\text{cm}^{-1}$  pour la phase amorphe où aucune valeur de  $\alpha$  n'est donnée dans la littérature,
- 998  $\text{cm}^{-1}$  pour la phase cristalline avec une valeur de  $\alpha$  de 18°.
- 1168  $\text{cm}^{-1}$  pour la phase mixte avec  $\alpha=0^\circ$ .

Le spectre d'absorption IR est obtenu grâce à un spectrophotomètre IR à transformée de Fourier de marque PERKIN ELMER (type 1720X). Les coupes microtomes sont fixées sur un porte échantillon muni d'un polariseur. On réalise une mesure d'absorbance pour chaque bande caractéristique, parallèlement et perpendiculairement au sens de l'écoulement du polymère préalablement repéré.

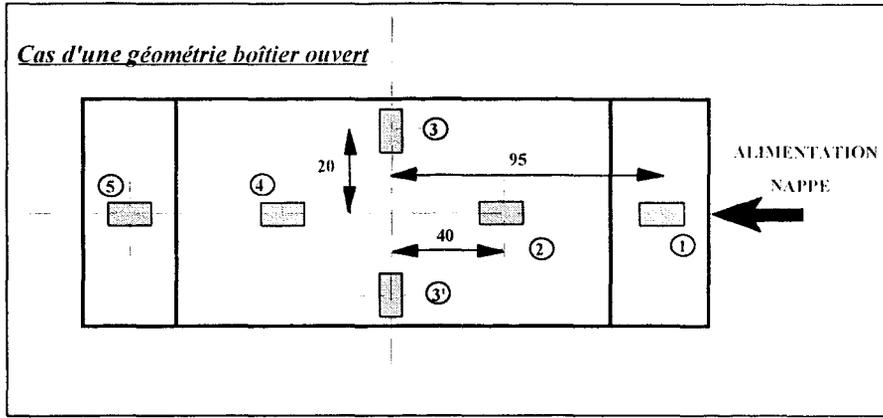


Fig 3.23. : Prélèvement et repérage des échantillons sur les pièces pour les mesures en dichroïsme IR

L'erreur de mesure est calculée sur neuf mesures consécutives comprenant le positionnement de l'échantillon sur le polariseur (tableau 3.9)

	1198	998		
	< P2 (cosθ) >	< P2 (cosθ) >	(D(973)-1)/(D(973)+2)	(D(998)-1)/(D(998)+2)
<b>Moyenne =</b>	0,216	0,302	0,184	0,258
<b>σ =</b>	2,50E-03	7,05E-03	6,23E-03	6,04E-03
<b>Erreur :</b>	8,33E-04	2,35E-03	2,08E-03	2,01E-03

Tab 3.9 : Estimation de l'erreur expérimentale sur le calcul de la fonction d'orientation.

### 3.4.2. Mesure des contraintes d'origine thermique par DAI

C'est une technique d'évaluation des contraintes résiduelles d'ordre thermique mise au point par P. DELBARRE [26] (Cf Chapitre 1 § 6.3.5.) qui se base sur des mesures de dilatométrie réalisées sur des coupes microtomes de 2 mm x 0,5 mm x 20 μm prélevées sur des échantillons 10 mm x 6 mm découpés sur la pièce suivant l'axe d'écoulement et repérés selon le schéma suivant :

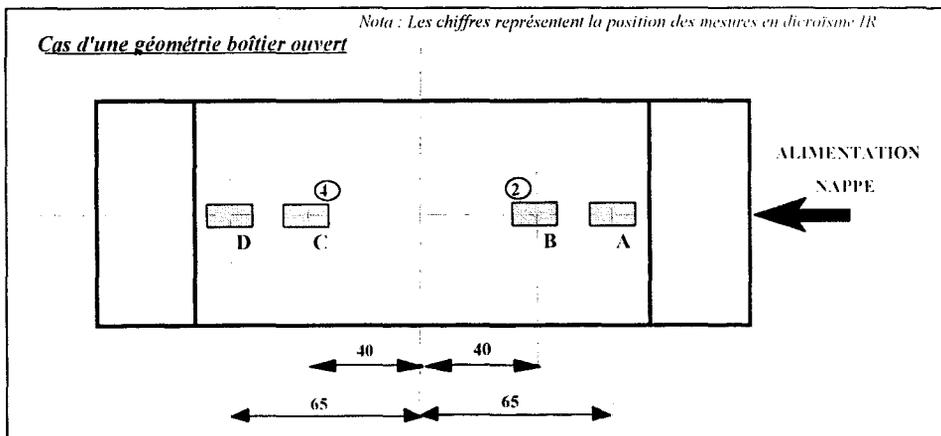


Fig 3.24. : Prélèvement et repérage des échantillons sur les pièces pour les mesures en DAI

La coupe est placée entre deux lamelles de verre dans une platine chauffante de marque METTLER FP-80, disposée sous un microscope optique en transmission JENAPOL U de ZEISS IENA (figure 3.25). Une caméra TTL de marque COHU transmet l'image à un analyseur d'image de type VISILOG dont le rôle est de :

- fixer l'image originale pour travailler en mode binaire,
- éliminer les défauts (tâches, poussières,...) et mesure de l'aire de l'échantillon,
- traiter la mesure.

Le traitement est réalisé sur des images de 512x512 pixels, le système est sensible à une variation de 1 pixel. Des mesures successives sur un échantillon en équilibre thermique ont montré une variation de surface de 0,005% à 0,01% de la valeur moyenne, ce qui nous conduit à une précision de 0,02% sur le calcul de  $\epsilon_{xx}$ . On a montré d'autre part grâce à des mesures sur des échantillons recuits exempts de contrainte que la coupe n'induit aucune contrainte supplémentaire dans la mesure où la lame du microtome conserve toutes ses qualités (< 30 coupes). La vitesse de chauffage n'influence pas la mesure (décalage des courbes inférieur à la précision de mesure) jusque 15°C/min, la vitesse est fixée à 5°C/min [26].

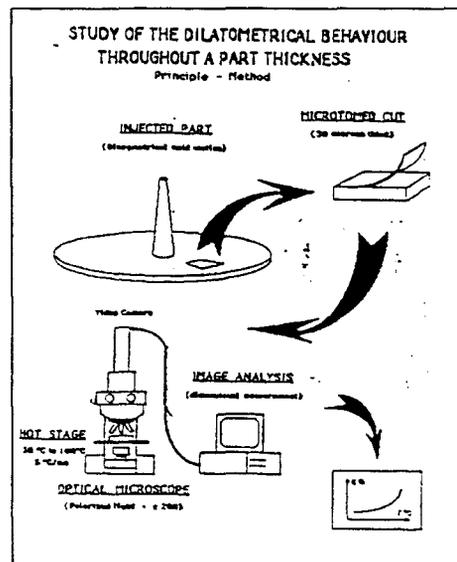


Fig 3.25 : Dispositif expérimental de mesure par DAI [26].

### 3.5. Choix des conditions opératoires et des grandeurs caractéristiques

#### 3.5.1. Choix du matériau transformé

Nous avons choisi d'utiliser un polymère semi-cristallin, en l'occurrence le polypropylène, dont les propriétés et le caractère structural serviront à effectuer quelques

comparaisons avec certaines études antérieures. C'est un polypropylène commercialisé par APPRYL de référence 3050 MN1 dont les principales caractéristiques physiques et thermiques sont présentées dans le tableau 3.10.

matériau	masse volumique à température d'injection	conductivité thermique à température d'injection	chaleur spécifique à température d'injection	température de ramollissement	température de figeage	température moyenne d'injection	température moyenne d'outillage
	kg/m <sup>3</sup>	W/ m °C	J/kg °C	°C	°C	°C	°C
PP	753	0.20	2678	151	167	250	40

Tab.3.10 : Caractéristiques principales du polypropylène 3050MN1.

La viscosité de cisaillement du polymère a été mesurée aux températures de transformation choisies suivant la norme NFT 51-560. Le rhéomètre capillaire utilisé est un GOETTERT 2001 équipé de filières capillaires de diamètre 0,5 mm et de rapports longueur/diamètre de 10, 20 et 30 permettant les corrections de BAGLEY et de RABINOWITCH. Les courbes rhéologiques sont présentées sur la figure suivante :

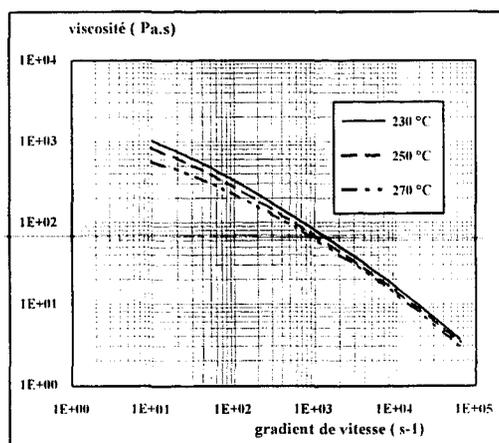


Fig 3.26 : courbes rhéologiques du Polypropylène 3050MN1

#### 3.5.2. Choix des grandeurs expérimentales

Les paramètres de transformation retenus pour réaliser cette étude sont sélectionnés à partir des résultats de l'étude paramétrique préliminaire dont l'objectif est de mettre en évidence les paramètres directeurs contrôlant les grandeurs macroscopiques des retraits et déformations.

Cette phase expérimentale est élaborée à partir d'un plan d'expériences sur six facteurs principaux avec deux modalités, soit un plan factoriel  $2^6$  représentant 64 expériences à raison de cinq échantillons par expérience. Les facteurs sont classés par ordre de facilité d'action et leurs niveaux sont définis à partir d'un réglage optimal basé sur les préconisations de la fiche

technique du fournisseur de matière première. Les hypothèses d'interprétation sont les suivantes :

- les interactions du troisième ordre ou d'ordre supérieur sont considérées comme négligeables,
- si deux effets sont faibles, on suppose que leur interaction est faible également,
- on suppose une variation linéaire de l'effet entre les deux niveaux.

Sur la base de l'étude bibliographique (§ 4.5. Chap.1), nous retenons les facteurs suivants :

1 - Vitesse de remplissage	20 - 80 mm/s
2 - Temps de post - remplissage	10 - 25 secondes
3 - Temps de refroidissement	5 - 20 secondes
4 - Loi de post - remplissage	BFH - BFP
5 - Température moyenne de la matière dans la buse	230 - 270°C
6 - Température de l'outillage (poinçon / matrice)	50/50°C - 10/60°C

Nous avons privilégié l'étude de l'influence de la loi de post-remplissage à celle du niveau de pression qui a fait l'objet de nombreuses études, dans le but de mesurer l'effet d'une histoire mécanique locale contrôlée sur les grandeurs de sortie. Parmi les paramètres de transformation le temps d'entre cycles a une importance prépondérante sur les déformations puisqu'il agit directement sur les conditions initiales thermiques du cycle suivant dans la mesure où un allongement du temps d'entre cycles permet une évacuation calorifique supplémentaire par les circuits de refroidissement, la température initiale de l'empreinte sera plus basse. Ce temps d'entre-cycles est fixé en se plaçant dans des conditions industrielles de production c'est à dire en respectant aussi bien la productivité que le confort du manipulateur. Il débute à l'ouverture du moule et se termine dès la commande de fermeture ce qui nous donne un temps d'entre cycle de 10 secondes.

Les grandeurs de sortie de ce plan factoriel sont les retraits et post-retraits tels que nous les avons définis au *chapitre 1 § 2*, et les déformations avant et après traitement thermique de recuit par la notion de volume déformé (§3.3.1.2 *chap.3*). Pour les mesures de stabilité dimensionnelle, une étude antérieure a mis en évidence l'influence du couple durée et intensité du traitement thermique de recuit, nous proposons alors de fixer les conditions opératoires sur la base d'un traitement d'une durée de 5 heures à 120 °C.

L'influence des facteurs sur les variations dimensionnelles des boîtiers est présentée sur la figure 3.27. On remarque l'effet prépondérant du temps de post- remplissage et de la

température d'outillage. En superposition, on montre les effets sur le retrait en épaisseur qui laissent apparaître l'influence du temps de maintien mais diminuent fortement les effets de la température de l'outillage. Les phénomènes particuliers tels que les effets de cristallisation sont probablement à l'origine de cette modification de niveau d'influence.

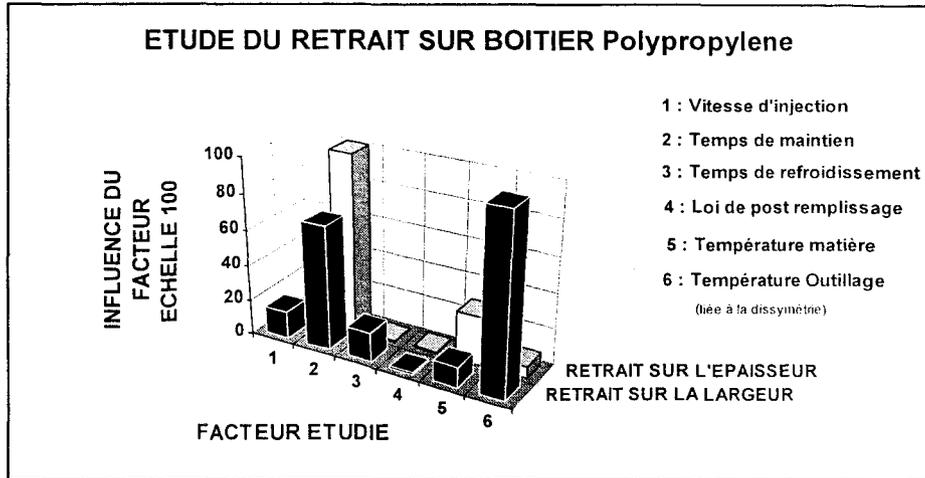


Fig 3.27 : Etude dimensionnelle après moulage.

En ce qui concerne le post-retrait (figure 3.28), on note l'importance de la régulation thermique de l'outillage et du temps de refroidissement. En superposition comme pour le retrait nous avons tracé le niveau d'influence des facteurs sur le post-retrait en épaisseur. Nous pouvons noter l'effet prédominant du temps de refroidissement qui intervient sur l'aspect structural de la pièce.

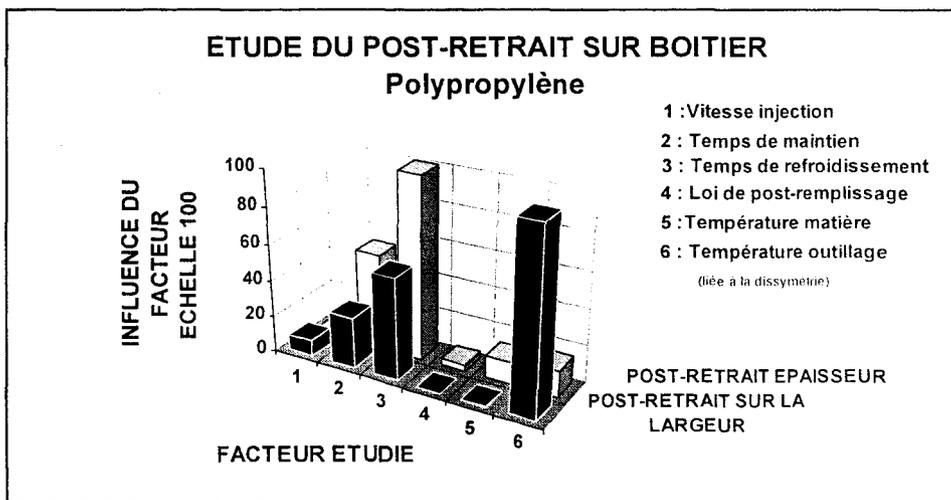


Fig 3.28 : Etude dimensionnelle après recuit.

Lorsqu'on s'intéresse à la déformation géométrique des pièces, on remarque que le temps de séjour dans le moule et la température de l'outillage sont les facteurs prépondérants de la grandeur étudiée, la vitesse n'intervenant qu'après le recuit (figure 3.29).

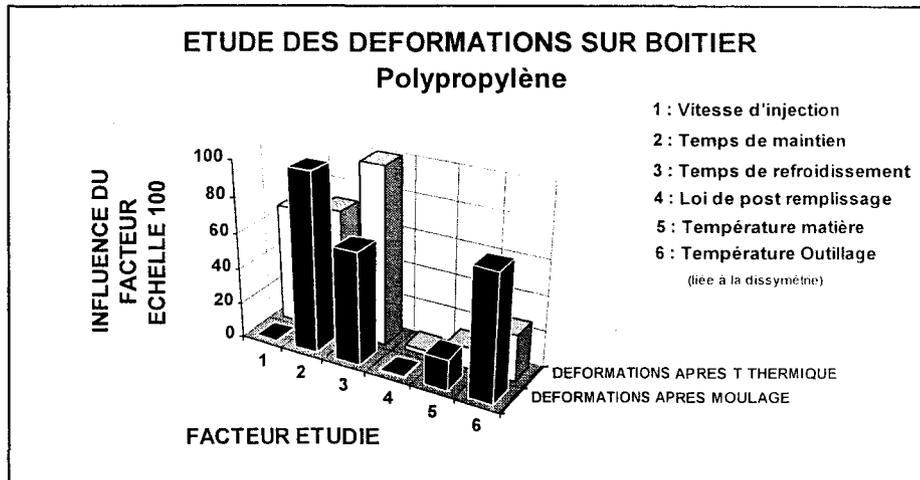


Fig 3.29 : Etude géométrique avant et après recuit.

Parmi les interactions significatives on relève :

	Après moulage	Après recuit
Dimensionnel	Temps de post-remplissage < > température matière. Temps de post-remplissage < > temps de refroidissement. Temps de post-remplissage < > température outillage.	Temps de post remplissage < > temps de refroidissement. Vitesse d'injection < > température outillage.
Géométrique	Temps de post-remplissage < > température matière Temps de post-remplissage < > temps de refroidissement Vitesse de remplissage < > température matière Temps de refroidissement < > température matière	Temps de post-remplissage < > temps de refroidissement. Vitesse d'injection < > température outillage.

Tab 3.11 : Etude des interactions sur la précision et la stabilité dimensionnelle des pièces

Cela nous conduit donc à retenir trois facteurs principaux pour développer notre programme de recherche, soit :

- Le temps de post-remplissage 10 - 25 secondes
- Le temps de refroidissement 5 - 20 secondes
- La température d'outillage 50/50°C - 10/60°C

Les autres paramètres resteront fixes et placés au niveau bas. Nous retenons un pilotage sur une pression de polymère dans l'empreinte qui améliore nettement la dispersion des résultats puisque l'écart type sur les grandeurs mesurées diminue en moyenne de l'ordre de 20%.

Le programme d'essais s'établit alors de la façon suivante :

<b>Expérience</b>	<b>Temps de post-remplissage (1)</b>	<b>Temps de refroidissement (2)</b>	<b>Température outillage (3)</b>
<b>1</b>	-1	-1	-1
<b>2</b>	1	-1	--1
<b>3</b>	-1	1	-1
<b>4</b>	1	1	-1
<b>5</b>	-1	-1	1
<b>6</b>	1	-1	1
<b>7</b>	-1	1	1
<b>8</b>	1	1	1
<b>Niveau -1</b>	<b>10 secondes</b>	<b>5 secondes</b>	<b>50/50 °C</b>
<b>Niveau +1</b>	<b>25 secondes</b>	<b>20 secondes</b>	<b>10/60 °C</b>

Tab 3.12 : Schéma expérimental de la seconde phase.



---

**CHAPITRE 4 :**

***RESULTATS EXPERIMENTAUX***



<b>CHAPITRE 4 :RESULTATS EXPERIMENTAUX.....</b>	<b>123</b>
4.1. Introduction .....	123
4.2. Comportement du boîtier ouvert avec alimentation en nappe .....	123
4.2.1. Analyse dimensionnelle après moulage .....	123
4.2.2. Analyse géométrique après moulage.....	129
4.2.3. Analyse dimensionnelle après recuit.....	131
4.2.4. Analyse géométrique après recuit. ....	134
4.3. Influence du type d'alimentation du boîtier ouvert.....	136
4.3.1. Etude dimensionnelle après moulage .....	136
4.3.2. Etude géométrique après moulage .....	140
4.3.3. Etudes dimensionnelle et géométrique après recuit .....	141
4.4. Influence d'une modification géométrique (boîtier fermé).....	143
4.4.1. Etudes dimensionnelle et géométrique après moulage.....	143
4.4.2. Etudes dimensionnelle et géométrique après recuit .....	146
4.5. Synthèse générale des résultats expérimentaux .....	148



## **CHAPITRE 4 :**

### **RESULTATS EXPERIMENTAUX**

#### **4.1. Introduction**

L'étude expérimentale de base sera menée sur le boîtier ouvert avec une alimentation nappe tel que présenté *figure 3.6 p96*. Dans une première phase, nous étudierons l'influence des paramètres de mise en oeuvre par des mesures dimensionnelles et géométriques post-moulage et post-recuit. Puis dans les cas les plus significatifs nous examinerons l'influence de la géométrie et du mode d'alimentation de la pièce. L'ensemble nous servira alors de support pour l'interprétation des résultats et pour l'évaluation d'un code de calcul commercial.

#### **4.2. Comportement du boîtier ouvert avec alimentation en nappe**

Nous allons nous intéresser aux variations dimensionnelles de la largeur de la pièce, l'étude préliminaire nous ayant montré que le contrôle de l'épaisseur révélait des différences importantes aussi bien en terme de tendances que du point de vue quantitatif. Il est clair que les phénomènes mis en jeu sur cette dimension sont fondamentalement différents de ceux des autres grandeurs et dépendent en grande partie de la recristallisation du polymère. Des études menées sur des éprouvettes ISO1 ont d'ailleurs mis en évidence ces écarts entre les valeurs de retrait sur l'épaisseur et celles relevées sur les autres dimensions, donnant dans certains cas des retraits nuls voire négatifs selon les conditions de transformation [26].

D'autre part, nous avons vu qu'une mesure de hauteur ou de longueur pour cette géométrie s'avère peu précise dans la mesure où l'incertitude liée à la déformation des pièces est trop importante pour exploiter correctement les résultats. Le critère de déformation semble mieux adapté dans ce cas pour traduire la variation dimensionnelle du boîtier.

##### **4.2.1. Analyse dimensionnelle après moulage**

Les résultats expérimentaux présentés sur la figure 4.1 montrent une nette dissymétrie des retraits entre les deux extrémités de la pièce. On relève en effet des écarts de 30 à 40 % entre l'alimentation et le fond d'empreinte. On note également l'influence de la température de régulation thermique de l'outillage, en particulier en fond d'empreinte, confirmant ainsi l'influence des vitesses de refroidissement sur l'épaisseur de la couche solide durant la compensation volumique [39].

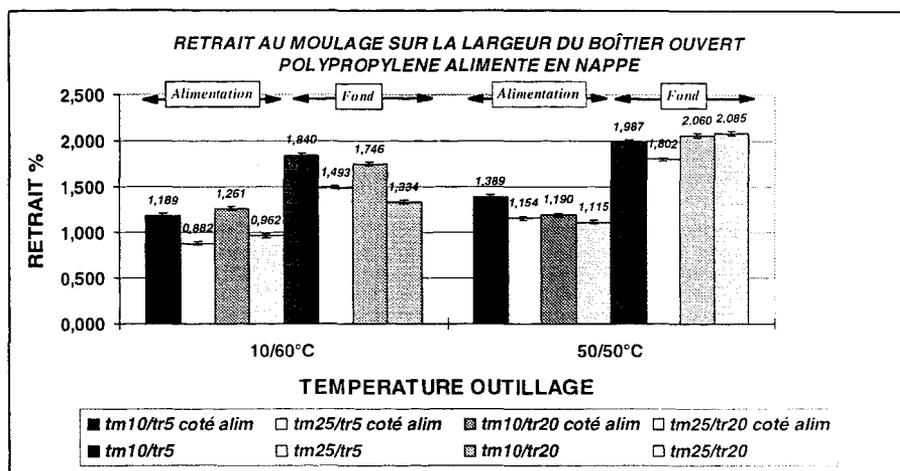


Fig 4.1 : Analyse générale du retrait au moulage

(tm : temps de maintien, tr : temps de refroidissement hors maintien).

La dissymétrie des retraits se met en évidence par l'étude des enregistrements de pressions dans l'empreinte. On constate en effet une différence significative entre l'histoire mécanique subie par le polymère pendant la phase de maintien entre les deux extrémités. La figure 4.2 en est un exemple particulièrement représentatif, la perte de charge entre le fond d'empreinte au moment de sa solidification et l'entrée du plan supérieur est de l'ordre de 125 bar, de telle sorte que la compensation volumique de la pièce ne sera pas identique.

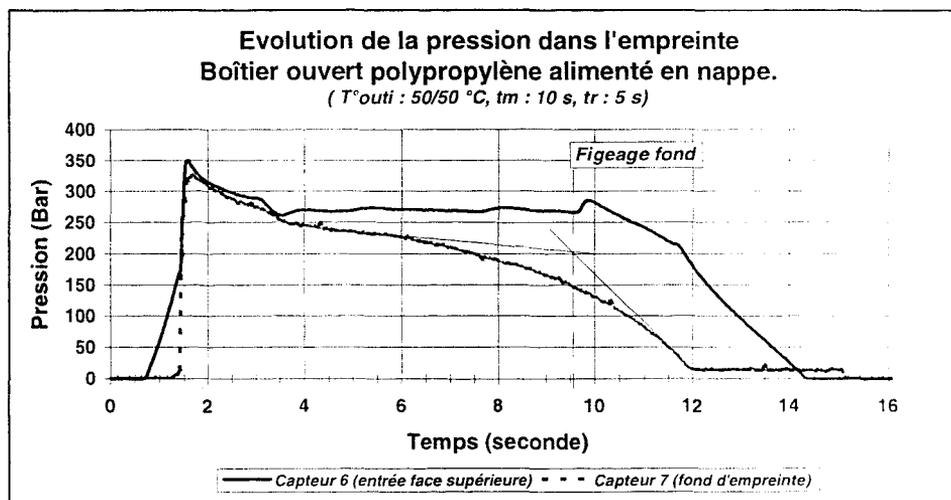


Fig 4.2 : Caractérisation de la dissymétrie mécanique entre les deux extrémités de pièce.

L'amplitude s'accroît avec l'histoire thermique imposée à la pièce qui provoque un déplacement du seuil de solidification et amplifie la perte de charge dans la mesure où nous sommes à pression imposée et contrôlée en entrée (asservissement de la phase de maintien sur une pression polymère). Ainsi, à conditions opératoires identiques, une baisse des températures de l'outillage montre une diminution de 13 % du temps de solidification et de 16% sur le niveau de pression au moment du figeage (figure 4.3).

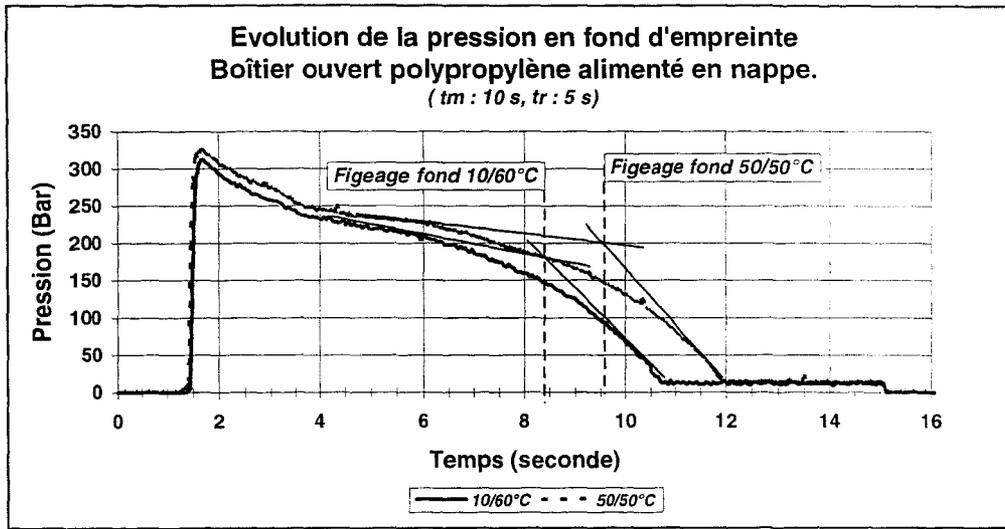


Fig 4.3 : Effet de la température de régulation thermique sur la solidification du fond d'empreinte.

L'augmentation de la durée de la phase de post-remplissage tend à diminuer les retraits en particulier du côté de l'alimentation. L'effet est moins marqué en fond d'empreinte (figures 4.4 et 4.5). L'incidence du temps de refroidissement est plus modéré notamment au niveau de la nappe surtout pour des temps de maintien faibles (figures 4.6 et 4.7). Cela semble logique au regard de la configuration de l'empreinte puisque, si le fond de pièce évolue librement lors du retrait, l'entrée voit le sien bloqué par la géométrie de la nappe d'alimentation pendant son refroidissement dans le moule.

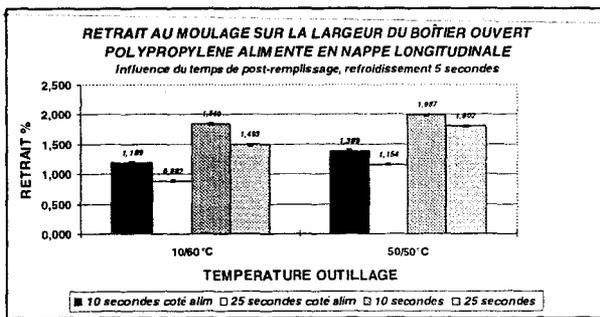


Fig 4.4 : Influence du temps de post-remplissage  
*temps de refroidissement minimal*

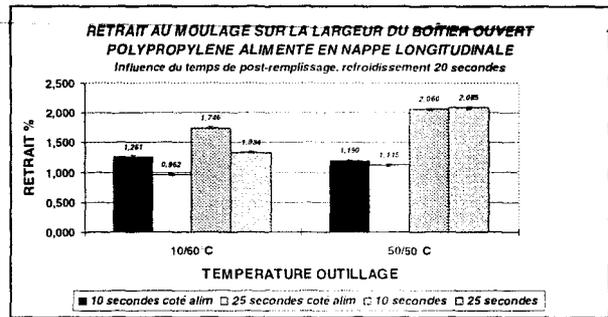


Fig 4.5 : Influence du temps de post-remplissage  
*temps de refroidissement maximal*

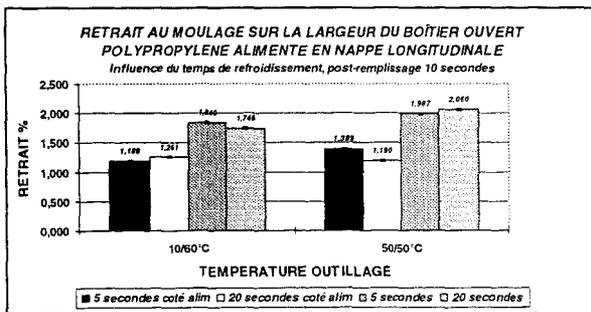


Fig 4.6 : Influence du temps de refroidissement  
*temps de post-remplissage minimal*

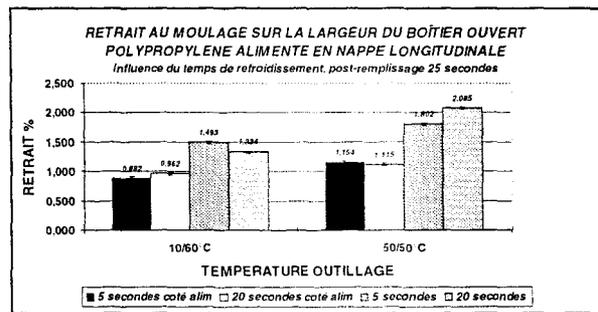


Fig 4.7 : Influence du temps de refroidissement  
*temps de post-remplissage maximal*

L'homogénéité des variations dimensionnelles étant un critère de qualité important en injection, on peut s'intéresser à l'incidence des paramètres de transformation sur les dimensions de la pièce aux extrémités.

La durée de refroidissement accentue les écarts dimensionnels entre l'alimentation et le fond d'empreinte pour un moule réglé à 50°C (figure 4.8). L'allongement du temps d'action de la phase de post-remplissage favorise la dispersion (figure 4.9). A l'inverse, une dissymétrie de refroidissement de la pièce à 10°C/60°C induit une diminution de l'écart dimensionnel entre ses extrémités lorsque la durée de refroidissement augmente, d'autant plus rapide que le temps de post-remplissage est élevé (figure 4.8).

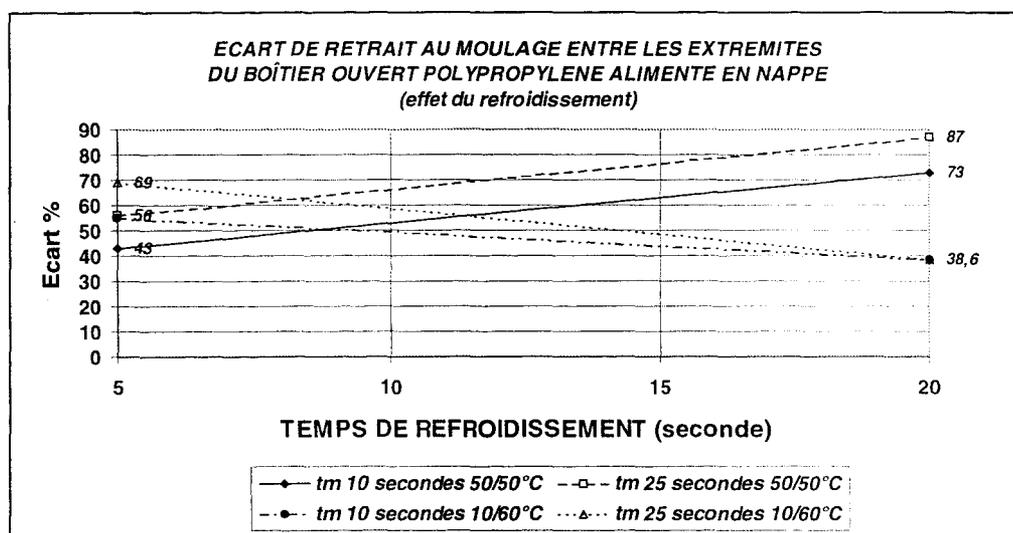


Fig 4.8 : Effet du temps de refroidissement dans le moule sur la dissymétrie des retraits.

D'une manière générale, une augmentation de la durée du maintien en pression accentue les écarts dimensionnels entre les extrémités quelles que soient les conditions de transformation (figure 4.9).

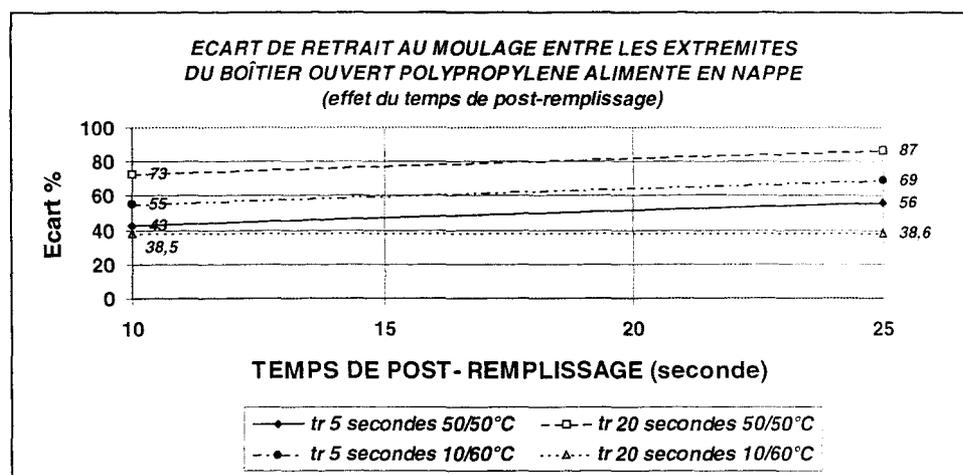


Fig 4.9 : Effet de la durée du maintien sur la dissymétrie des retraits.

L'étude des pertes de charge d'un segment de la pièce situé entre l'entrée du plan supérieur et le fond d'empreinte et délimité par les capteurs P6 et P7 (cf figure 3.6), indique qu'elles restent peu sensibles aux temps d'action de chaque paramètre (figures 4.10 et 4.11). En conséquence, on peut conclure que les écarts de retrait relevés sur les pièces (fig4.1) sont principalement tributaires de l'histoire thermique locale (conditions initiales, vitesses de refroidissement, températures d'éjection).

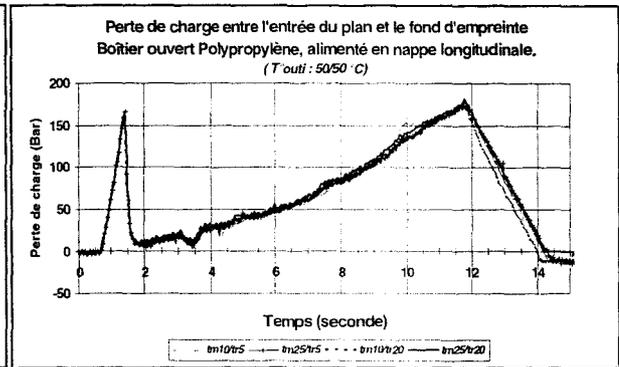
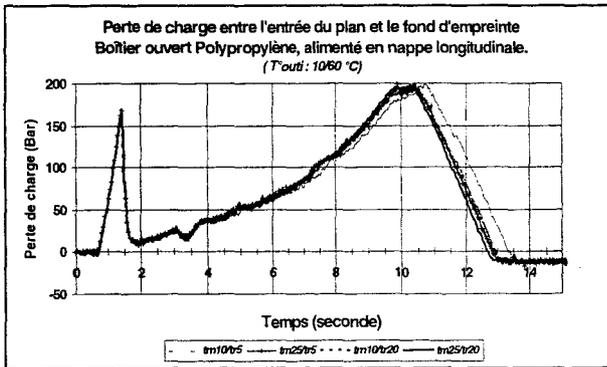


Fig 4.10 : Perte de charge entre les extrémités de pièce Régulation dissymétrique du moule  
 Fig 4.11 : Perte de charge entre les extrémités de pièce Régulation symétrique du moule

Pour mettre en évidence des effets thermiques, nous avons réalisé une série d'essais en abaissant les températures d'outillage, d'une part pour diminuer l'amplitude de la dissymétrie thermique avec une régulation à 10/30°C, d'autre part pour mesurer l'influence d'une baisse globale de température de moule pour des expériences à 30/30°C (figure 4.12).

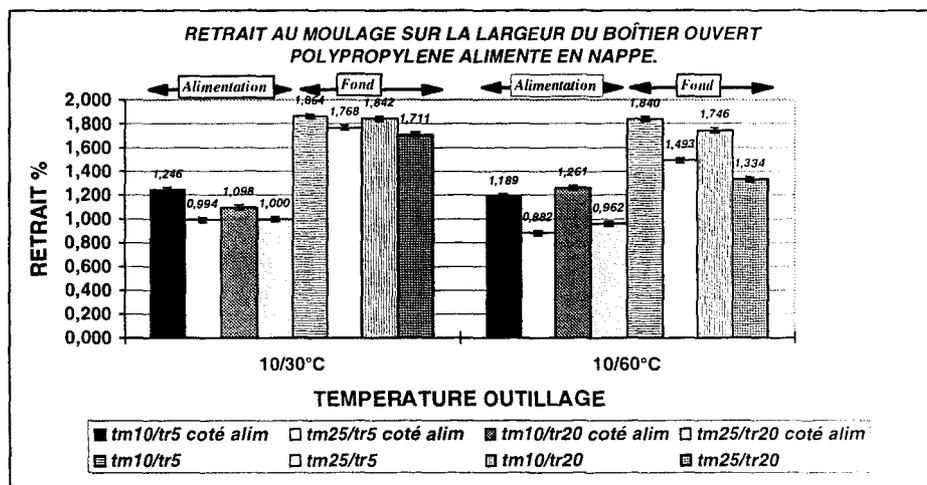


Fig 4.12 : Influence de l'amplitude de la dissymétrie de régulation sur le retrait au moulage.  
 (tm : temps de maintien, tr : temps de refroidissement hors maintien)

La diminution de l'écart de température entre les parois de l'empreinte entraîne une dépendance moins marquée des retraits vis à vis des paramètres expérimentaux, notamment un abaissement de l'effet du temps de maintien (figure 4.12). Nous constatons d'autre part une

augmentation du retrait localisée principalement en fond d'empreinte qui peut être attribuée à une baisse de rendement du nourrissage de la pièce dans la phase de maintien. En effet, l'abaissement de 30°C de la température de la matrice accroît les vitesses de refroidissement et par conséquent les pertes de charge entre les extrémités de la pièce (figure 4.13), et se traduit également par une solidification plus rapide en particulier en fond d'empreinte (figure 4.14).

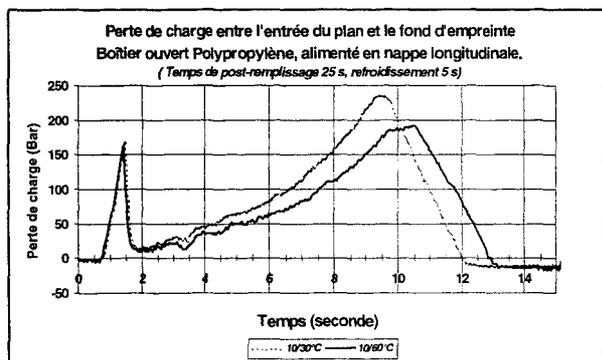


Fig 4.13 : Effet de la dissymétrie de la régulation sur la perte de charge entre les extrémités de la pièce

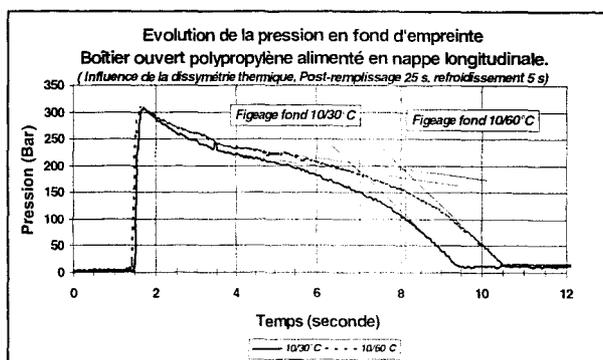


Fig 4.14 : Effet de la dissymétrie de la régulation sur le temps de solidification du fond d'empreinte.

Une diminution globale de la température d'outillage a tendance à réduire les retraits ce qui corrobore les tendances relevées dans la littérature (*cf Chapitre 1 §4.5*). la sensibilité à la durée de refroidissement dans le moule sous et hors pression ne semble pas affectée (figure 4.15).

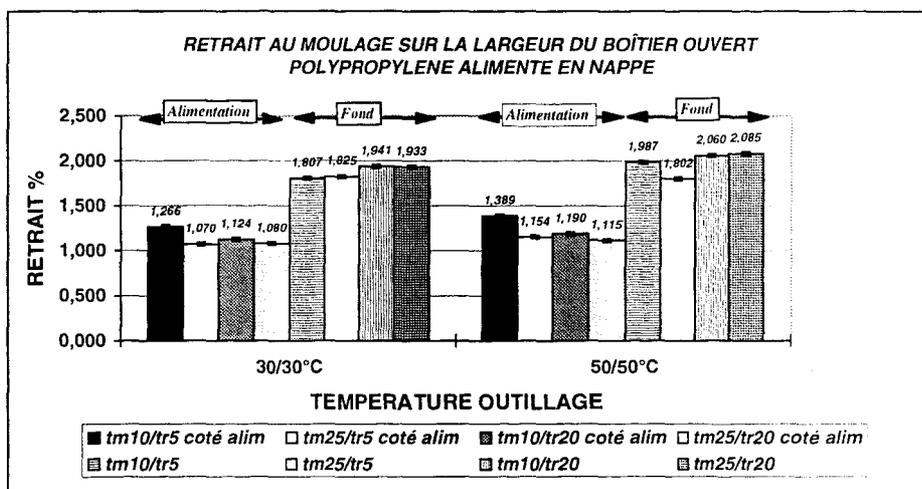


Fig 4.15 : Influence de la baisse de température de régulation sur le retrait au moulage.

(tm : temps de maintien, tr : temps de refroidissement hors maintien)

De la même manière que précédemment, un abaissement de la température d'outillage amplifie la perte de charge entre les extrémités (figure 4.16) et réduit le temps d'action de la pression de maintien (figure 4.17). L'efficacité du nourrissage de la pièce doit alors également en être affectée, pourtant les effets sont différents.

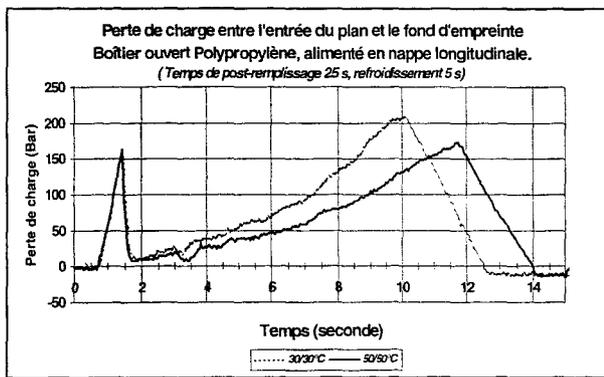


Fig 4.16 : Effet de la température de régulation sur la perte de charge entre les extrémités de la pièce

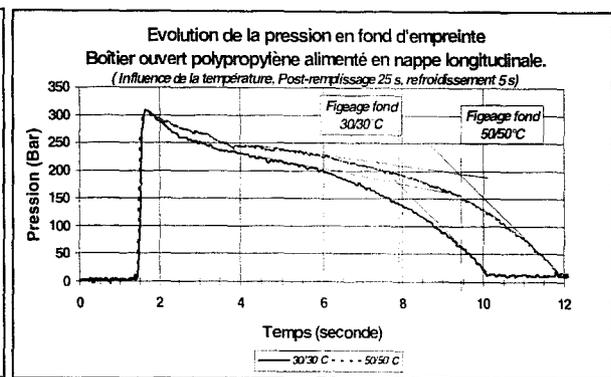


Fig 4.17 : Effet de la température de régulation sur le temps de solidification du fond d'empreinte.

En résumé, d'une manière générale une baisse de la température d'outillage modifie les vitesses de solidification et entraîne une chute plus rapide de la pression dans l'empreinte. L'histoire thermomécanique du polymère est affectée mais le résultat diffère selon que l'on impose ou non une dissymétrie de refroidissement. En effet, dans le premier cas, l'effet mécanique se présente comme le facteur prépondérant puisque toute amélioration du rendement de la phase de post-remplissage (allongement du temps de solidification ou de la durée de maintien en pression) induit une baisse du retrait au moulage. Dans le second cas, la part attribuée au phénomène thermique semble plus importante dans la mesure où le rendement de la phase de post-remplissage ne se fait pas ressentir.

#### 4.2.2. Analyse géométrique après moulage

Nous rappelons pour ce chapitre les définitions des termes que nous allons employer pour décrire l'état de déformation des pièces (Cf chap 3 fig 3.22). Tout d'abord, nous allons utiliser le terme de **planéité** qui définit l'état de déformation globale d'un plan de la pièce encadré entre deux plans parallèles dont l'écart est représenté par le point le plus haut et le point le plus bas de la déformation. Nous parlerons ensuite de **déformée** qui traduit l'inclinaison du plan considéré de la pièce dans un repère cartésien selon deux axes perpendiculaires x (sens longitudinal) et y (sens transversal). Ces données traduisent l'état de déformation globale de la pièce. Enfin le **gauchissement ou vrillage** décrit une torsion de la pièce révélant ainsi un état de déformation particulier du boîtier.

Nous allons nous intéresser aux modifications géométriques du plan principal de la pièce par un contrôle de planéité que l'on assimilera à une flèche maximale du plan puisque toutes les pièces montrent une déformation incurvée (figure 4.18).

La figure 4.18 montre les résultats de mesure du schéma expérimental. Elle indique que l'écart thermique imposé entre les parois interne et externe apparaît comme le facteur

principal du défaut géométrique, corroborant les résultats relevés dans la littérature [26, 46, 107]. On relève également comme l'a souligné DENIZART [46], qu'un refroidissement symétrique de la pièce n'exclut pas les déformations puisque toutes les pièces présentent une incurvation agissant dans le même sens et que l'on peut attribuer à l'action des retraits.

L'effet du temps de maintien en pression est un facteur majeur qui contribue à la précision géométrique de la pièce qui est d'autant plus important que le temps de séjour dans le moule est faible. La déformation minimale intervient pour une durée de conformation (temps de post-remplissage + temps de refroidissement) élevée.

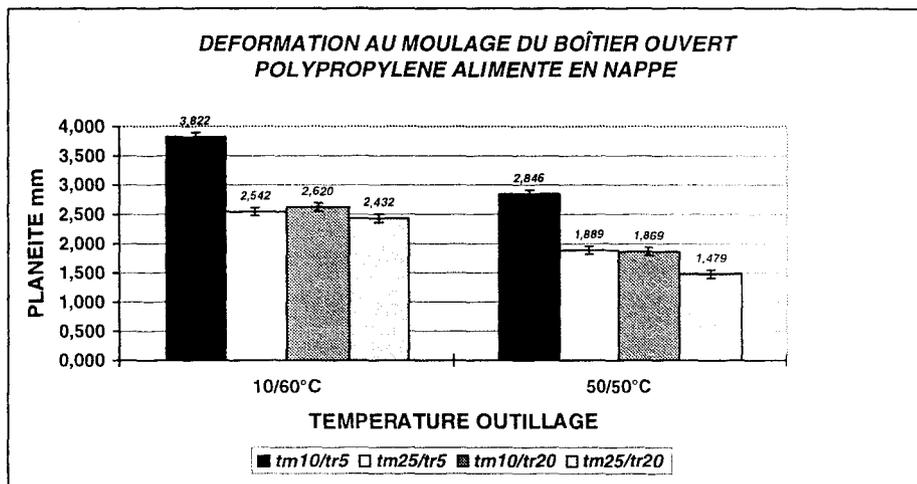


Fig 4.18 : Etude de planéité du boîtier ouvert alimenté en nappe longitudinale (tm : temps de maintien, tr : temps de refroidissement hors maintien).

La déformée du plan moyen de la pièce due au gauchissement reste en valeur absolue faible puisque l'ordre de grandeur est de  $10^{-3}$  mm. Nous sommes ainsi plus confrontés à une modification du rayon de courbure qu'à des phénomènes de vrillage (figure 4.19) qui apparaissent néanmoins légèrement avec une dissymétrie de refroidissement (figure 4.20).

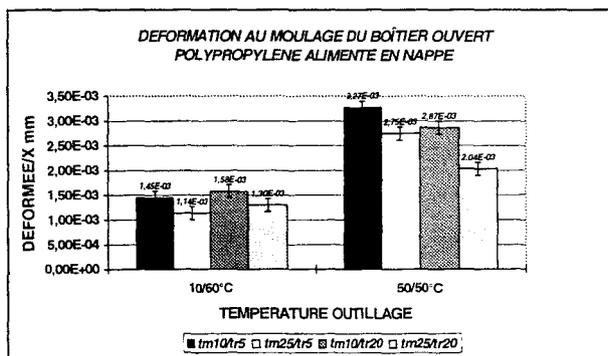


Fig 4.19 : Déformée longitudinale de la pièce.

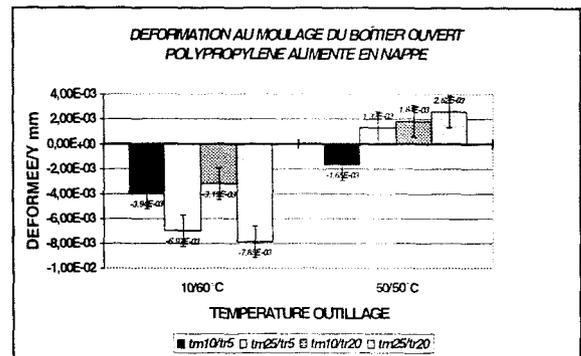


Fig 4.20 : Déformée transversale de la pièce.

Toutefois, en valeur relative, la déformée mesurée suivant l'axe d'écoulement paraît deux fois plus importante dans le cas d'une symétrie thermique de l'outillage. Ceci traduit alors une déformation différente des flancs. Cela nous conduit par conséquent à considérer deux types de déformations globales représentées schématiquement sur la figure 4.21.

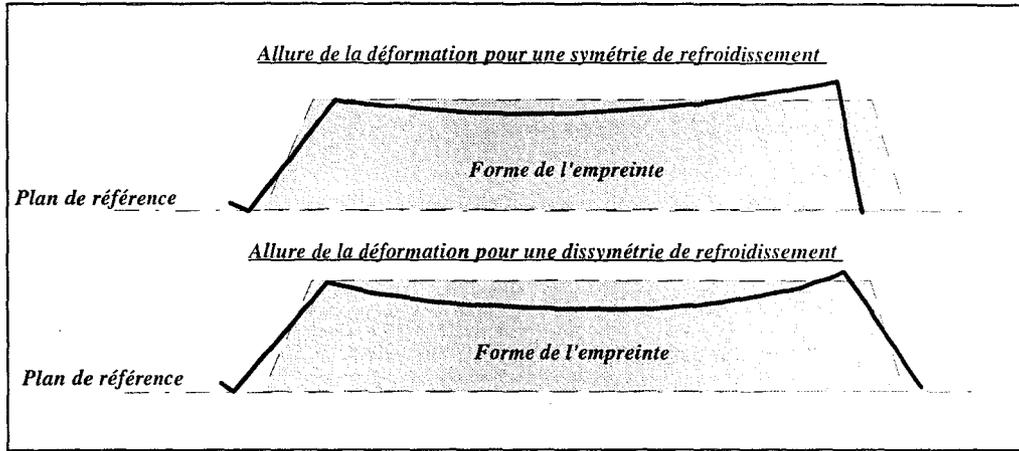


Fig 4.21 : Allure de la déformation des pièces en fonction des conditions thermiques imposées.

Lorsque les températures du moule sont diminuées, le défaut de planéité diminue et la durée de post-remplissage est moins influente (figure 4.22), la vitesse de refroidissement agit comme un allongement de la durée de conformation.

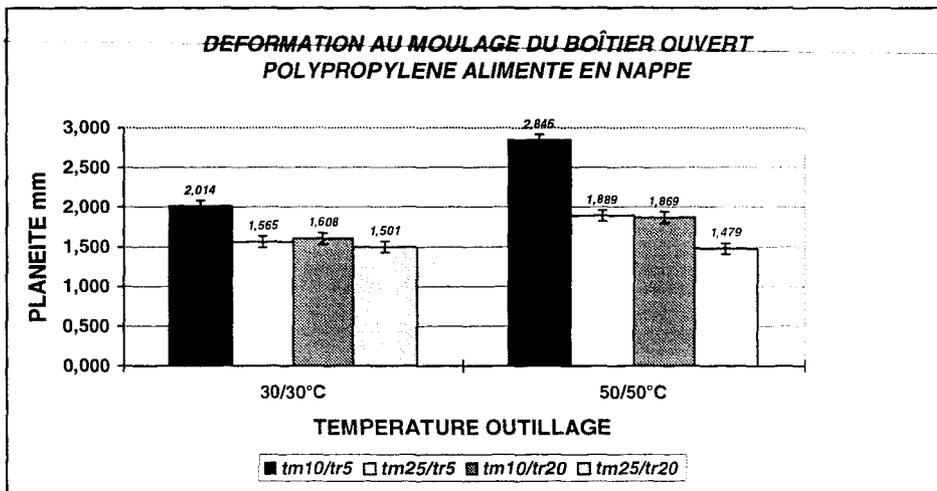


Fig 4.22 : Influence de la température d'outillage sur la planéité.

(tm : temps de maintien, tr : temps de refroidissement hors maintien)

### 4.2.3. Analyse dimensionnelle après recuit

Les pièces ayant servi aux mesures dimensionnelle et géométrique sont soumises à un traitement thermique de recuit de 5 heures à 120°C en étuve ventilée. Leur refroidissement s'effectue en atmosphère contrôlée à 23°C et 50% d'humidité relative.

La stabilisation thermique révèle la présence d'un post-retrait sur toutes les pièces dont l'amplitude est directement liée aux conditions thermiques de transformation. On observe, en effet, des valeurs plus faibles sur les échantillons transformés, avec une symétrie thermique de l'outillage (50/50°C), qui ont été soumis aux vitesses de refroidissement les moins élevées (figure 4.23).

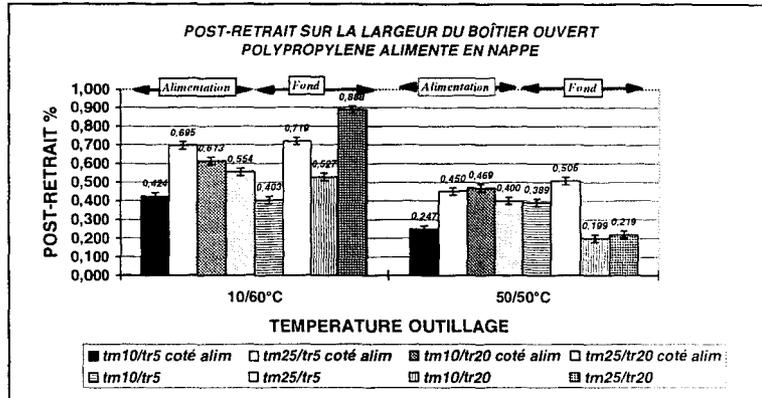


Fig 4.23 : Analyse générale du post-retrait.

(tm : temps de maintien, tr : temps de refroidissement hors maintien)

La durée du maintien dans la phase de post-remplissage conditionne la variation dimensionnelle après le recuit. On note que l'augmentation de son temps d'action, majeure d'une manière générale le post-retrait, d'autant plus que le refroidissement a été rapide (figures 4.24 et 4.25). Cet effet s'inverse du coté de l'alimentation en nappe lorsque le temps de refroidissement est à sa valeur haute de 20 secondes (figure 4.25).

La durée de refroidissement manifeste des effets variables en fonction de la durée de la phase de maintien et de la position de mesure. On observe néanmoins des comportements similaires en fonction des paramètres d'entrée. Ainsi du coté de la nappe d'alimentation le post-retrait s'accroît avec la durée de refroidissement pour une phase de maintien faible, et tend à diminuer pour une durée de maintien élevée. En fond d'empreinte le sens de variation semble directement lié aux températures d'outillage (figures 4.26 et 4.27).

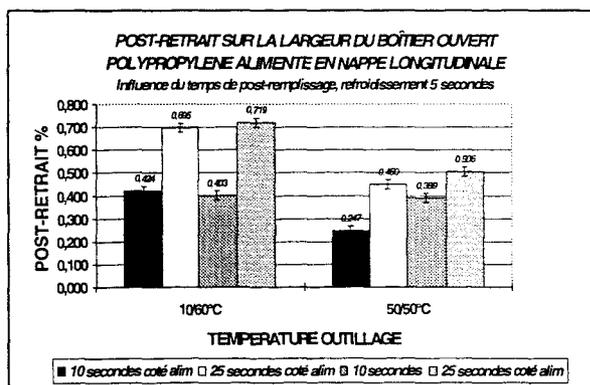


Fig 4.24 : Influence du temps de post-remplissage  
temps de refroidissement minimal

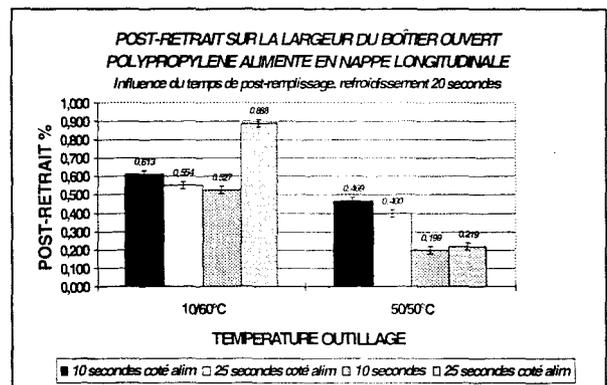


Fig 4.25 : Influence du temps de post-remplissage  
temps de refroidissement maximal

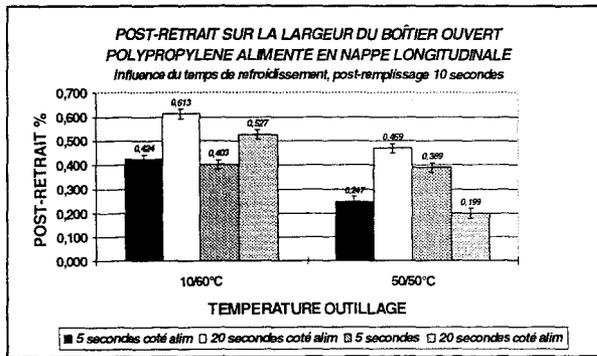


Fig 4.26 : Influence du temps de refroidissement  
*temps de post-remplissage minimal*

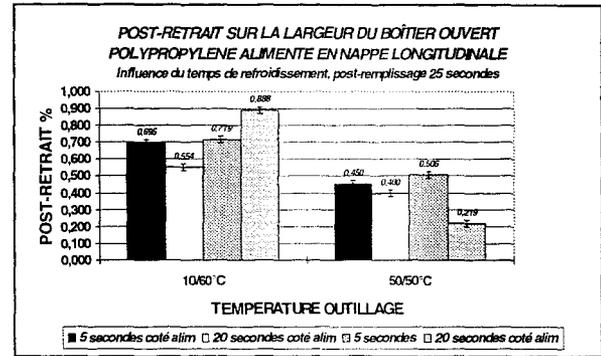


Fig 4.27 : Influence du temps de refroidissement  
*temps de post-remplissage maximal*

Après le traitement thermique l'écart dimensionnel entre l'entrée et le fond de pièce dépend également de son histoire thermomécanique. Ainsi, on constate qu'il augmente lorsque la pièce a subi une durée élevée de refroidissement avec une inversion de signe quand les conditions thermiques sont symétriques (figure 4.28). L'effet du temps de post-remplissage est différent selon l'histoire thermique, son augmentation avec une dissymétrie de refroidissement tend à accroître l'écart dimensionnel après recuit alors que pour une symétrie cela semble le diminuer (figure 4.29).

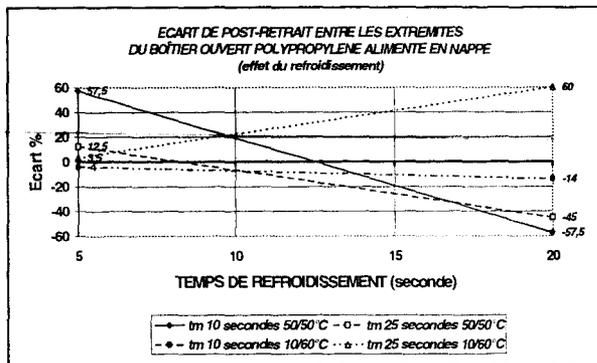


Fig 4.28 : Effet de la durée de refroidissement  
sur l'écart dimensionnel entre les extrémités  
de la pièce après un recuit.

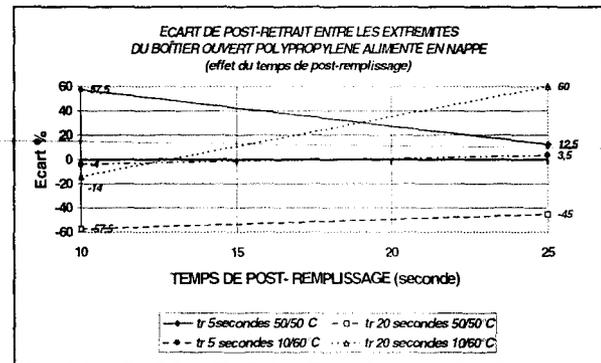


Fig 4.29 : Effet de la durée de post-remplissage  
sur l'écart dimensionnel entre les extrémités  
de la pièce après un recuit

En comparaison avec les résultats obtenus après moulage, on remarque que la dissymétrie dimensionnelle se réduit après le traitement thermique à deux exceptions près, lorsque la pièce a eu un temps de conformation court avec une symétrie de refroidissement, et un temps de conformation long dans le cas inverse (figure 4.30).

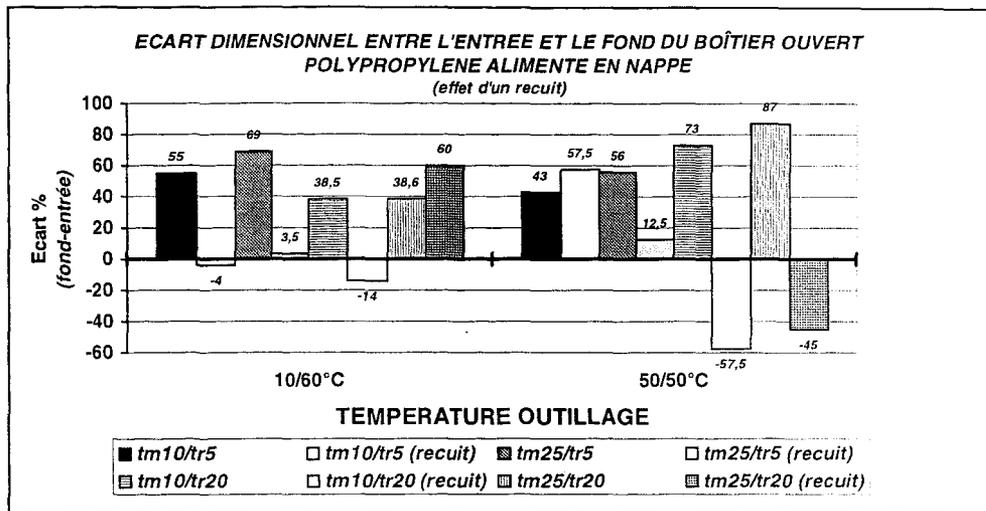


Fig 4.30 : Influence du traitement thermique sur la dissymétrie dimensionnelle entre les extrémités de la pièce.  
(tm : temps de maintien, tr : temps de refroidissement hors maintien)

En considérant le retrait total comme la somme algébrique du retrait au moulage et du post-retrait, on montre que le traitement thermique uniformise les retraits de chaque coté de la pièce. Les conditions de moulage n'ont plus d'effets particuliers sur les résultats (figure 4.31). Seul subsiste un écart significatif entre l'entrée et le fond d'empreinte.

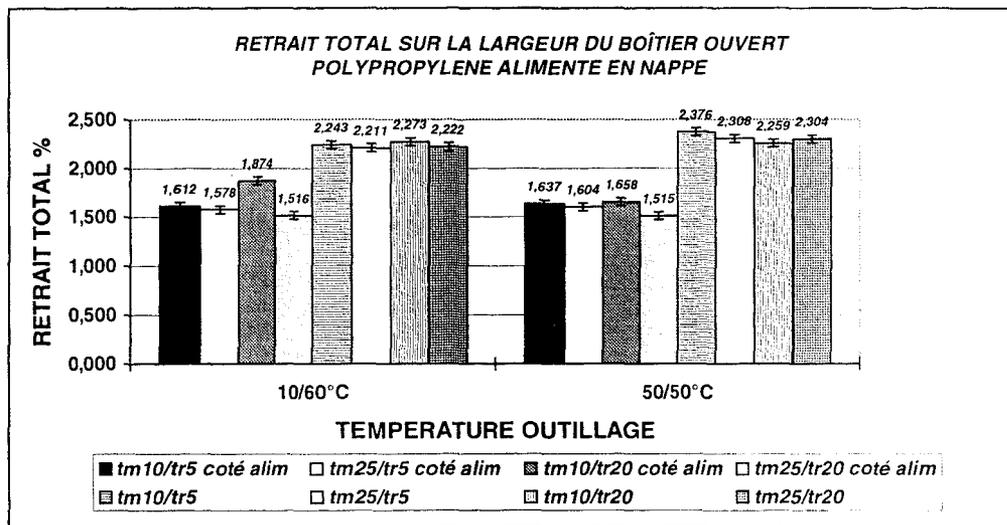


Fig 4.31 : Retrait total sur boîtier ouvert alimenté en nappe longitudinale.  
(tm : temps de maintien, tr : temps de refroidissement hors maintien)

#### 4.2.4. Analyse géométrique après recuit.

D'une manière générale, le traitement thermique amplifie la déformation de la pièce surtout quand elle a été soumise à un refroidissement dissymétrique (figure 4.32). Le recuit participe à une certaine uniformisation de la déformation dans la mesure où les paramètres de mise en oeuvre ne semblent plus influencer le résultat.

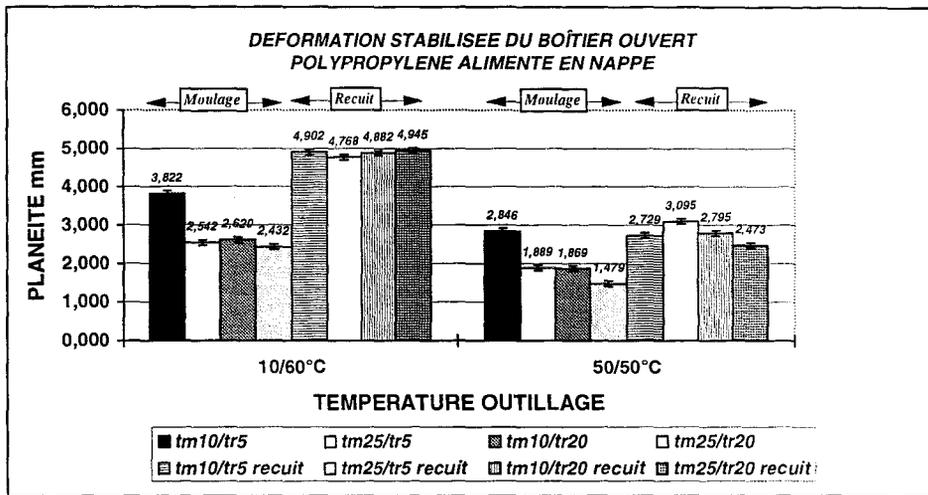


Fig 4.32 : Influence d'un recuit sur la planéité du boîtier.

(tm : temps de maintien, tr : temps de refroidissement hors maintien)

La déformée du plan moyen de la pièce augmente après recuit dans la direction de l'écoulement d'autant plus que la pièce a été soumise à une dissymétrie de refroidissement (figure 4.33). L'effet de vrillage représenté par la déformée suivant l'axe perpendiculaire à l'écoulement unidirectionnel disparaît totalement (figure 4.34).

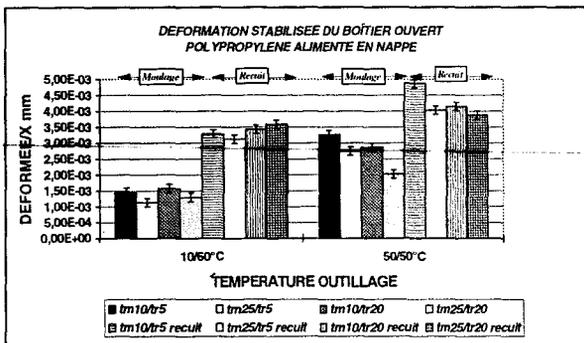


Fig 4.33 : Déformation longitudinale après recuit.

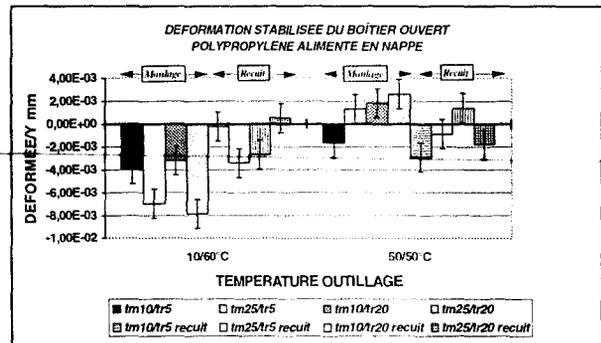


Fig 4.34 : déformation transversale après recuit

Pour compléter cette étude nous allons maintenant analyser l'incidence de la configuration générale de l'objet en introduisant deux facteurs d'influence car d'un point de vue industriel, cette étude se justifie car il n'existe à l'heure actuelle aucune règle de conception sur le choix du type d'alimentation des pièces qui gouverne pourtant la qualité dimensionnelle. Le premier porte sur une modification de l'alimentation de la pièce en utilisant une entrée centrale par carotte (figure 3.3 p82), transformant ainsi l'écoulement unidirectionnel en écoulement radial lors du remplissage et les transferts de pression dans la phase de maintien. L'autre modification est d'ordre purement géométrique et sera couplée au facteur précédent. Elle consiste à rigidifier la pièce en apportant des raidisseurs latéraux et à créer ainsi un boîtier fermé représentatif de la configuration géométrique d'un grand nombre de pièces injectées.

Sur la base des résultats précédents, nous pouvons sélectionner quelques cas représentatifs d'une influence marquée des paramètres de transformation sur la précision et la stabilité dimensionnelles et géométriques de notre pièce. Les variations dimensionnelles étant en règle générale maîtrisée, nous nous intéresserons en particulier aux variations géométriques de la pièce dont les résultats pourront servir de base d'interprétation et de validation du code de calcul dans le chapitre suivant. Nous portons ainsi notre choix sur les conditions opératoires ayant révélées une déformation minimale, maximale et moyenne de la pièce, soit :

Température de régulation de l'outillage	Temps de post-remplissage (tm)	Temps de refroidissement machine (tr)	Déformation
50/50°C	10 secondes	5 secondes	moyenne
50/50°C	25 secondes	20 secondes	minimale
10/60°C	10 secondes	5 secondes	maximale

Tab 4.1 : Conditions expérimentales retenues pour l'étude.

### 4.3. Influence du type d'alimentation du boîtier ouvert

Pour réaliser des comparaisons avec l'alimentation en nappe longitudinale, il nous est nécessaire d'identifier les deux extrémités de la pièce de la même façon. Par convention nous conserverons les notions de fond d'empreinte et d'alimentation pour localiser la position de la mesure sur la pièce comme le montre la figure 4.35.

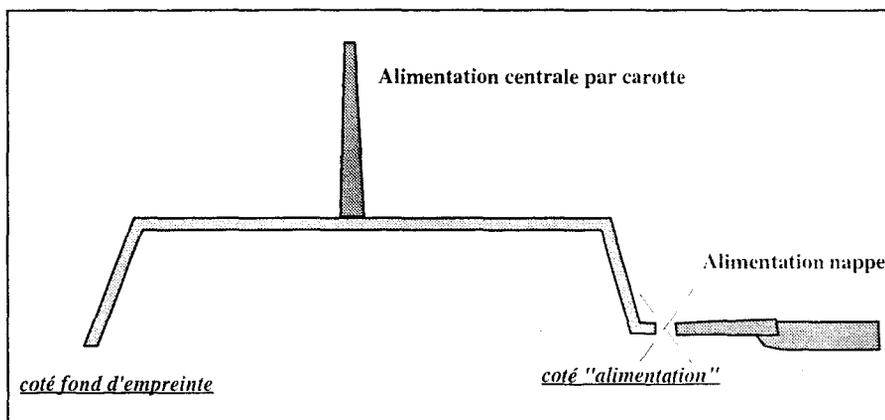


Fig 4.35 : Définition conventionnelle de la localisation des points de mesure des retraits et post-retraits.

#### 4.3.1. Etude dimensionnelle après moulage

L'alimentation centrale de la pièce apporte une meilleure répartition des retraits au moulage due à la diminution de la longueur d'écoulement, en conservant toutefois une dissymétrie entre ses extrémités (figure 4.36). On remarque que le retrait en fond d'empreinte

diminue alors qu'à l'opposé on relève une certaine augmentation du taux. Le temps de post-remplissage contribue à la baisse simultanée des retraits.

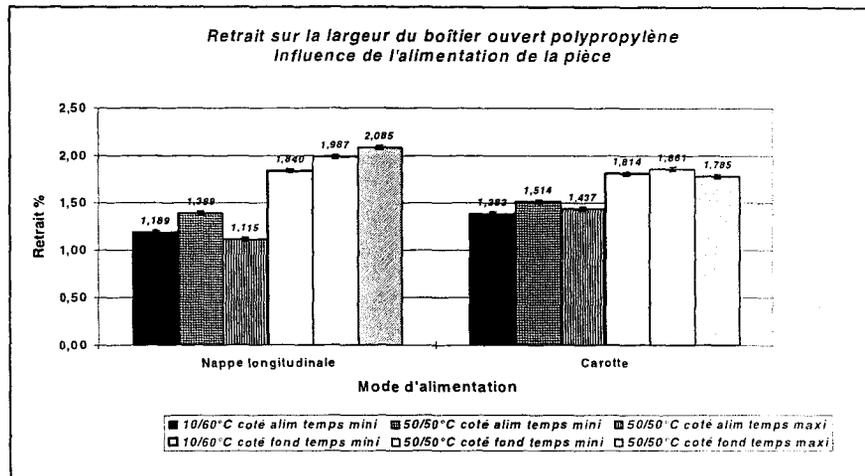


Fig 4.36 : Influence de l'alimentation de la pièce sur le retrait au moulage des pièces.

(temps mini : tm 5 s, tr 10 s ; temps maxi : tm 25 s, tr 20 s)

L'examen des courbes de pressions montre dans le cas d'une alimentation centrale une symétrie d'écoulement entre les extrémités de la pièce, la perte de charge est négligeable (figure 4.37). On relève d'autre part une élévation du temps de solidification de 2 secondes en fond d'empreinte, similaire de chaque coté.

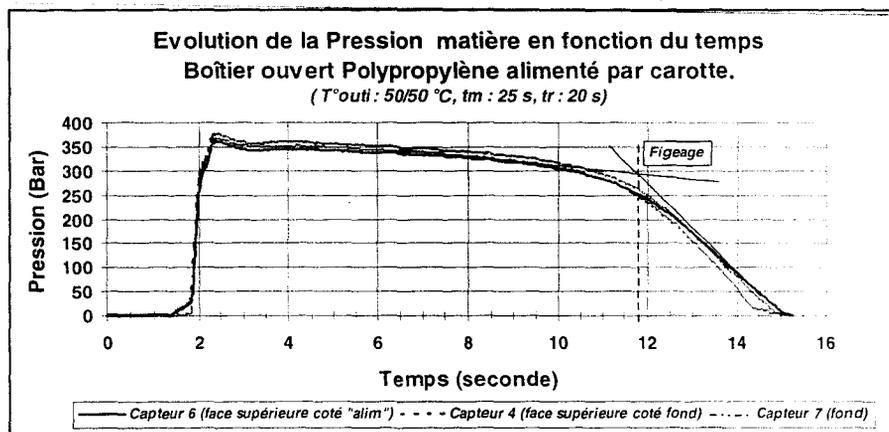


Fig 4.37 : Enregistrements des pressions dans l'empreinte sur boîtier ouvert alimenté par carotte.

L'influence des effets de la pression étant à priori écartée, cela suppose que la dissymétrie de retrait est tributaire de l'histoire thermique, d'autant plus que les retraits relevés du coté de l'alimentation sont majorés alors que le niveau global de pression est plus élevé. Le premier contrôle consiste à vérifier si cette dissymétrie n'est pas attribuable à la configuration même du système de régulation thermique de l'outillage, car l'entrée des fluides s'effectue par le fond comme le montre la figure 4.38.

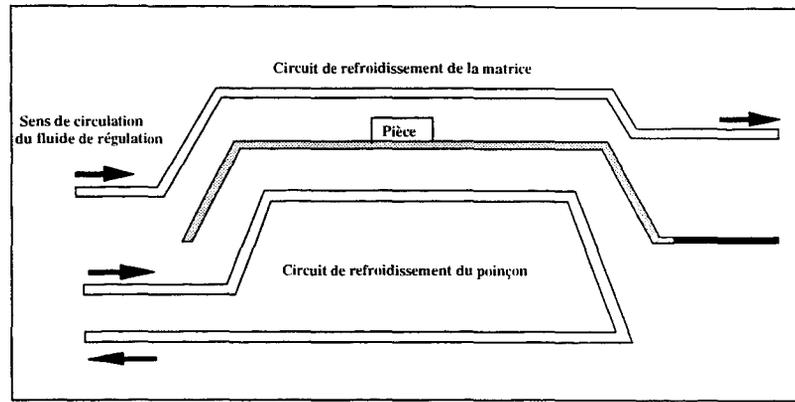


Fig 4.38 : Représentation schématique du système de régulation thermique.

Nous disposons pour réaliser cette vérification d'un contrôle de température donné par des sondes placées en regard des capteurs de pression.

La superposition des graphes de température enregistrés entre les limites du plan principal nous révèle que l'échange thermique reste similaire quel que soit le mode d'alimentation, le gradient thermique entre ces deux points est sensiblement identique de l'ordre de 2,5°C au pic. On note néanmoins une différence de +2,5°C au moment de l'éjection pour l'alimentation par carotte (figures 4.39 et 4.40).

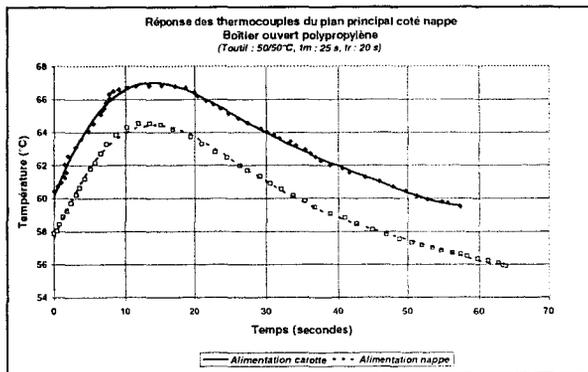


Fig 4.39 : Evolution de la température coté nappe

*Influence de l'alimentation de pièce*

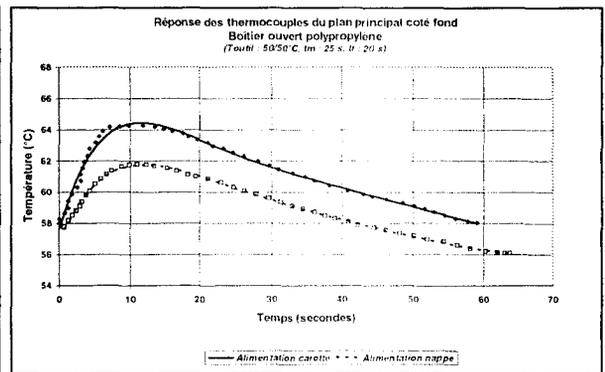


Fig 4.40 : Evolution de la température coté fond

*Influence de l'alimentation de pièce*

Pour étudier l'incidence du sens de circulation des fluides de régulation nous allons nous placer dans les conditions extrêmes de notre plan d'expérience en imposant des températures d'outillage faibles, des temps de séjour courts et une perte de charge élevée entre les extrémités de pièce, soit un moule à 10/60°C, un temps de maintien à 10 secondes, un temps de refroidissement à 5 secondes et une alimentation en nappe longitudinale. Nous allons modifier successivement les sens de circulation des fluides du poinçon et de la matrice comme le montre la figure 4.41 et mesurer le niveau d'influence sur le retrait au moulage.

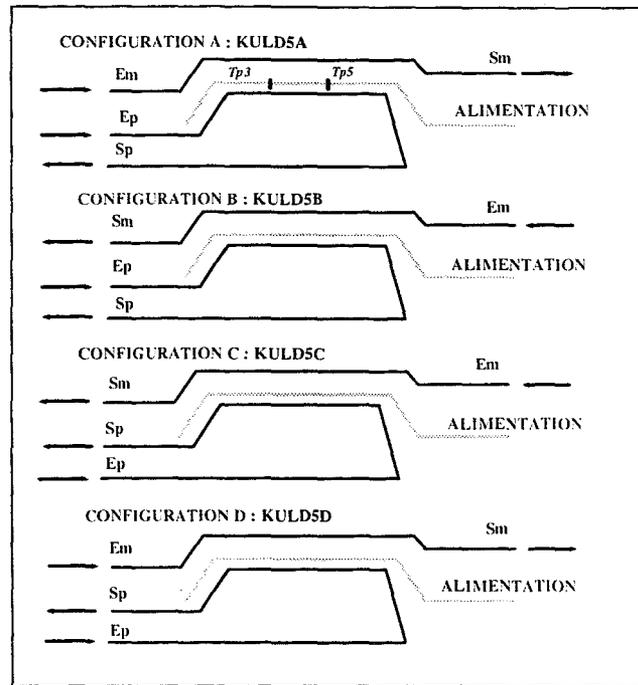


Fig 4.41 : Configurations de la régulation thermique des essais complémentaires

Les résultats de cette étude laissent montre que le sens de circulation des fluides influe sur les valeurs de retrait obtenues du coté de la nappe, le fond d'empreinte n'étant pas affecté (figure 4.42). La température du fluide gouverne le niveau d'influence. Une modification du sens de circulation du fluide froid est plus ressentie que celle du fluide chaud.

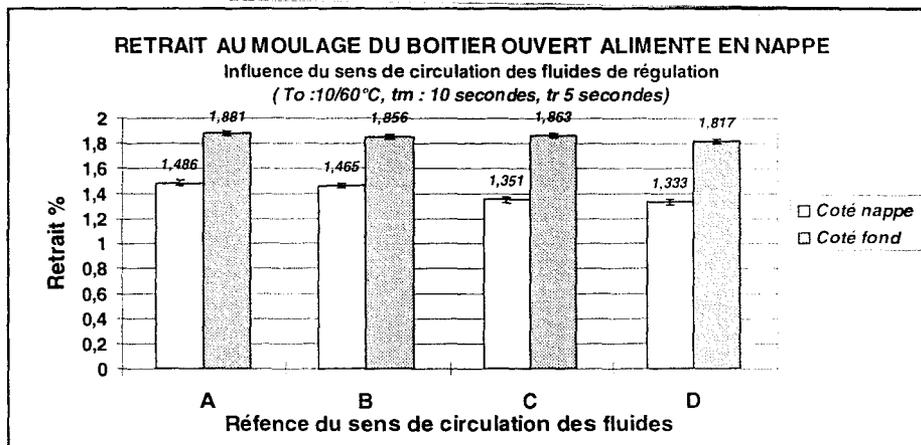


Fig 4.42 : Influence du sens de circulation des fluides de régulation sur le retrait au moulage du boîtier alimenté en nappe longitudinale.

Un contrôle de température sur la sonde de surface indique un écart de l'ordre de 12°C pour un changement du sens de régulation du fluide du poinçon (figure 4.43) et un écart de 5°C sur la sonde Tp3 symétrique à la première (figure 4.41).

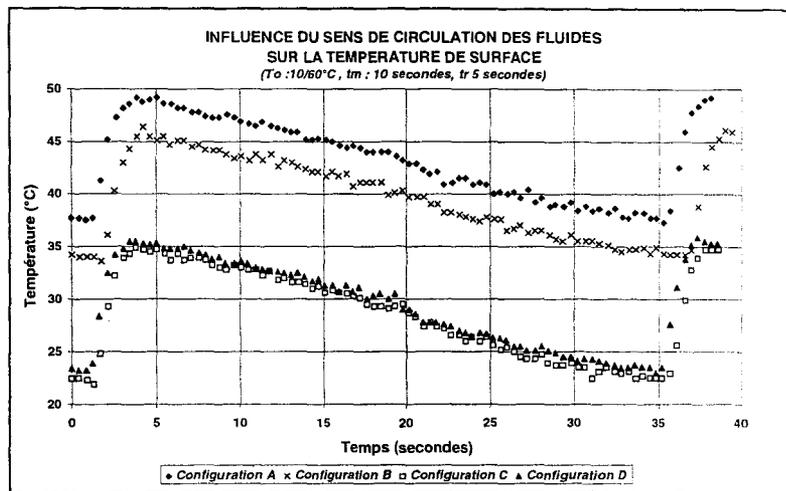


Fig 4.43 : Influence du sens de circulation des fluides sur la température de surface Tp5.

La configuration du système de refroidissement ne peut justifier seule la dissymétrie de retrait obtenue entre les extrémités de pièce. En effet, même si on relève des écarts de température en modifiant le sens de circulation des fluides, l'influence sur les retraits est faible du côté de l'alimentation et nulle en fond d'empreinte. Il serait nécessaire de décomposer chaque phase du refroidissement de la pièce pour comprendre le phénomène.

#### 4.3.2. Etude géométrique après moulage

L'alimentation centrale de la pièce réduit considérablement sa déformation. La dissymétrie de refroidissement est le facteur d'influence principal du défaut de planéité du plan principal mais on observe comme dans le cas de l'alimentation en nappe longitudinale, une convexité pour des conditions thermiques nominales symétriques, cependant moins prononcée. La durée de conformation de la pièce est un élément majeur de la précision géométrique comme le montre la figure 4.44.

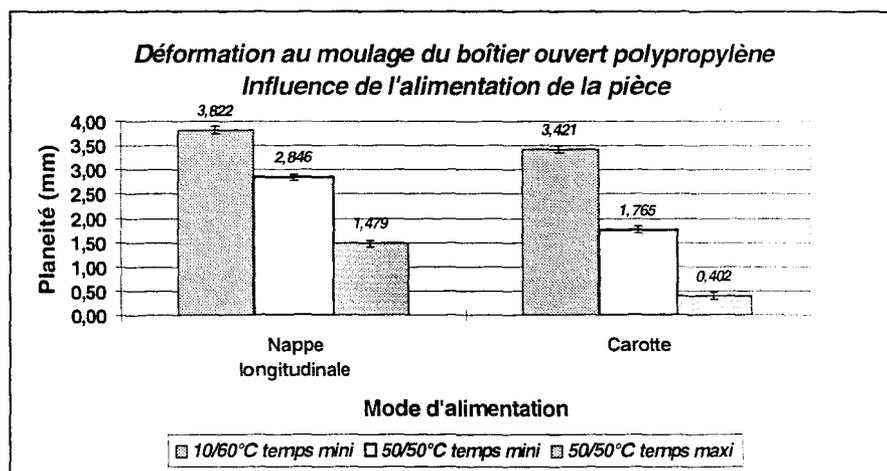


Fig 4.44 : Influence de l'alimentation de la pièce sur le défaut de planéité.  
(temps mini :  $t_m$  5 s,  $t_r$  10 s ; temps maxi :  $t_m$  25 s,  $t_r$  20 s)

La déformée est quasi inexistante, on note simplement une légère augmentation de la déformée transverse de la pièce dans le cas d'une dissymétrie thermique (figures 4.45 et 4.46).

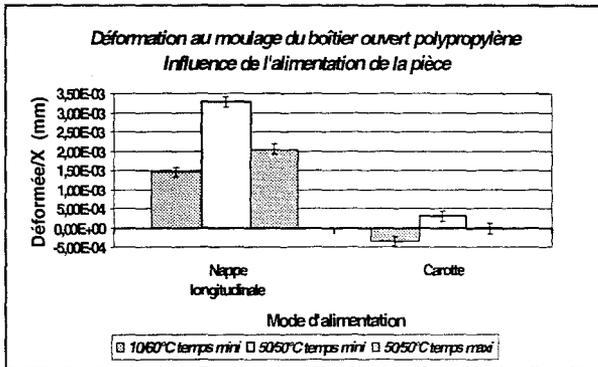


Fig 4.45 : Influence de l'alimentation de la pièce sur la déformée longitudinale.

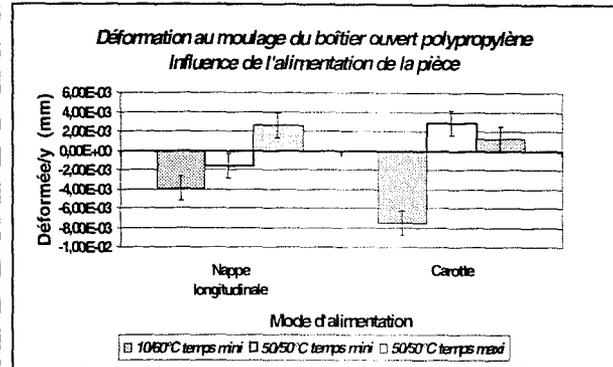


Fig 4.46 : Influence de l'alimentation de la pièce sur la déformée transversale.

(temps mini : tm 5 s, tr 10 s ; temps maxi : tm 25 s, tr 20 s)

### 4.3.3. Etudes dimensionnelle et géométrique après recuit

Les post-retraits en fond d'empreinte sont faibles comparativement à ceux de l'alimentation en nappe. L'effet du temps de conformation est particulièrement marqué. La dissymétrie de post-retrait entre les extrémités de pièce évolue toujours dans le même sens, on ne remarque plus d'inversion de tendance avec la durée de conformation (figure 4.47).

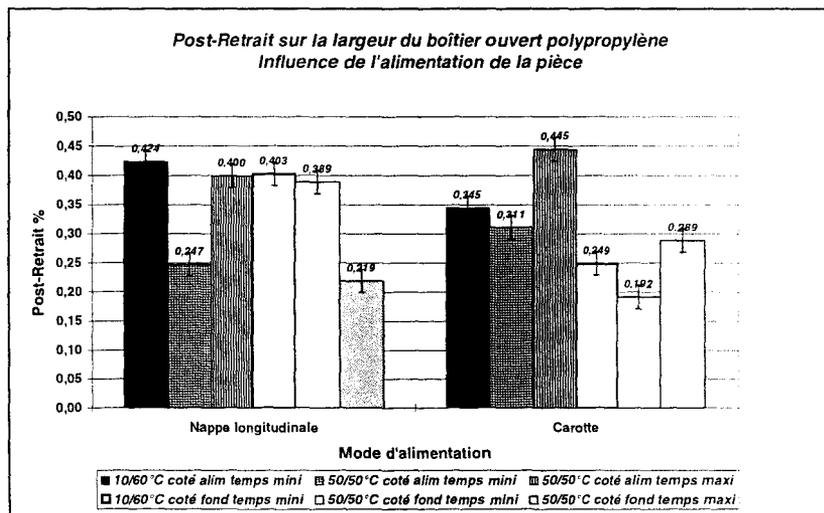


Fig 4.47 : Influence de l'alimentation de la pièce sur le post-retrait.

(temps mini : tm 5 s, tr 10 s ; temps maxi : tm 25 s, tr 20 s)

Le retrait total de la pièce stabilisée ne présente plus d'écarts très significatifs entre les extrémités. On observe l'écart le plus marqué pour les pièces moulées avec une dissymétrie de refroidissement (figure 4.48).

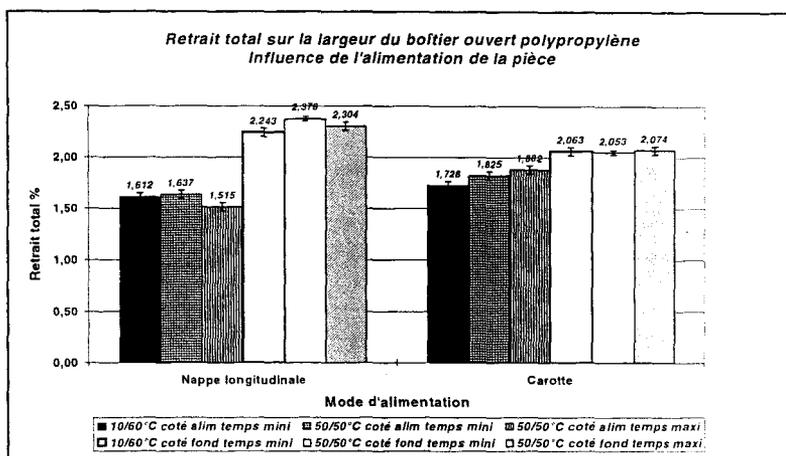


Fig 4.48 : Influence de l'alimentation de la pièce sur le retrait total.  
(temps mini : tm 5 s, tr 10 s ; temps maxi : tm 25 s, tr 20 s)

Le traitement thermique de recuit ne modifie pas le défaut de planéité de la pièce injectée par carotte (figure 4.49), la déformée longitudinale est peu affectée (figure 4.50), on note une amélioration de la déformée transversale sur les pièces transformées avec une dissymétrie thermique (figure 4.51).

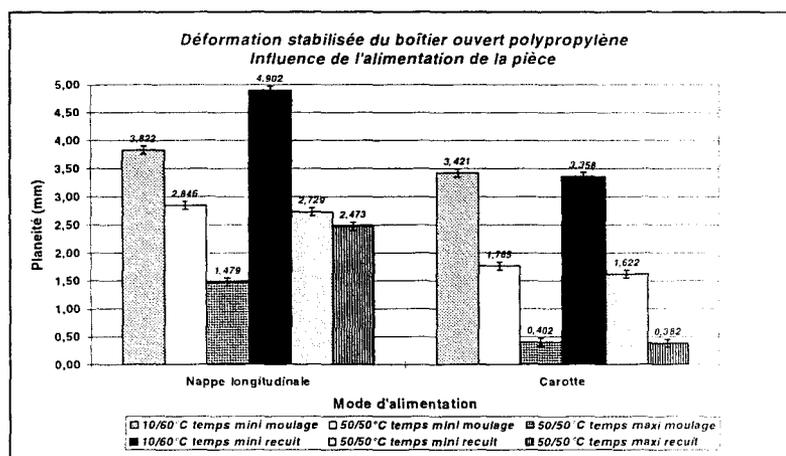


Fig 4.49 : Influence de l'alimentation de la pièce sur la planéité après recuit.  
(temps mini : tm 5 s, tr 10 s ; temps maxi : tm 25 s, tr 20 s)

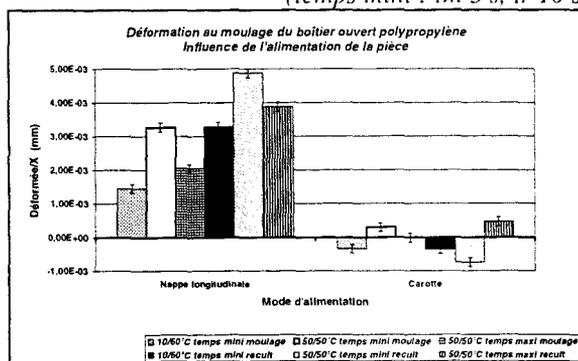


Fig 4.50 : Influence de l'alimentation de la pièce sur la déformée longitudinale après recuit.

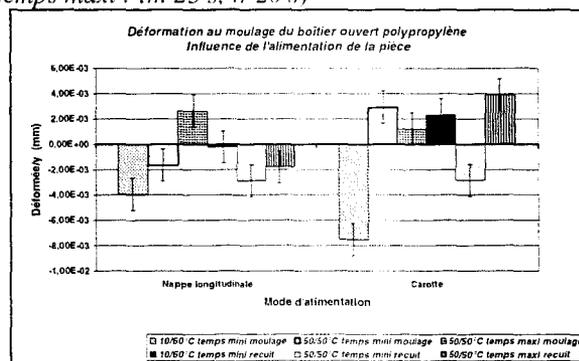


Fig 4.51 : Influence de l'alimentation de la pièce sur la déformée transversale après recuit.

#### 4.4. Influence d'une modification géométrique (boîtier fermé)

##### 4.4.1. Etudes dimensionnelle et géométrique après moulage

L'analyse dimensionnelle du boîtier complet montre que les retraits au moulage en fond d'empreinte restent en valeur relative du même ordre de grandeur que pour le boîtier ouvert. L'influence du temps de conformation de la pièce semble plus marquée (figure 4.52). Le retrait relevé du coté de la nappe d'alimentation est plus élevé. On retrouve comme dans le cas de l'alimentation centrale une amélioration de la symétrie dimensionnelle entre les extrémités de la pièce.

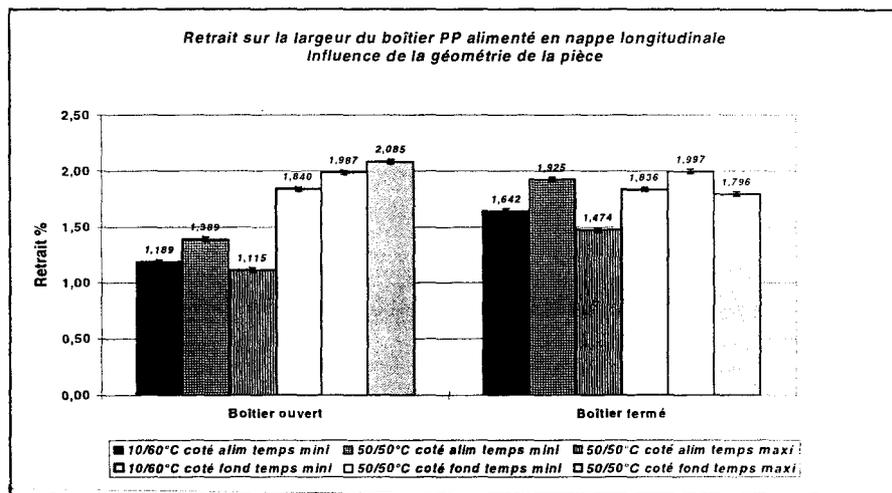


Fig 4.52 : Influence de la géométrie de la pièce sur le retrait au moulage.  
(temps mini : tm 5 s, tr 10 s ; temps maxi : tm 25 s, tr 20 s)

On note une diminution des pertes de charge entre les extrémités de pièce (figure 4.53) ainsi qu'un allongement du temps de solidification malgré une augmentation du temps de remplissage (figure 4.54) favorisant la compension volumique du fond de pièce.

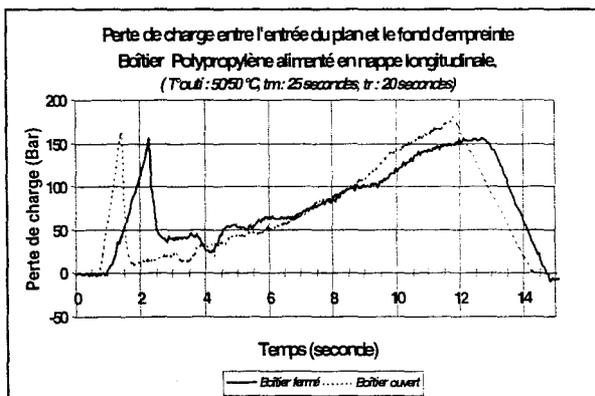


Fig 4.53 : Influence de la géométrie sur la perte de charge entre les extrémités de la pièce.

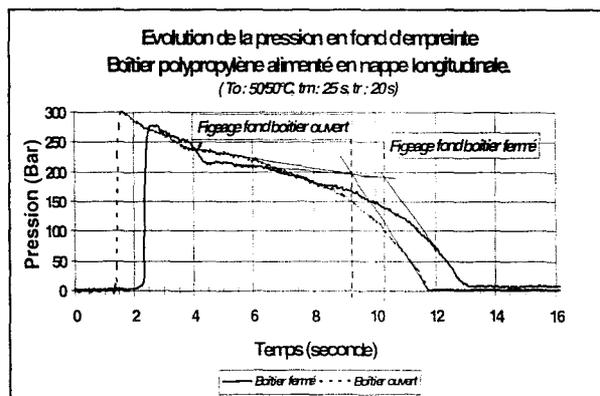


Fig 4.54 : Influence de la géométrie sur la solidification du fond d'empreinte.

Dans ce cas particulier de conformation de pièce, nous avons accès aux autres grandeurs dimensionnelles telles que la longueur ou la hauteur qui peuvent être mesurées sans augmenter l'incertitude puisque les pièces subissent peu de déformations. A titre de comparaison, nous allons nous intéresser aux retraits moyens mesurés selon les trois dimensions du boîtier représentant la moyenne arithmétique des retraits relevés aux extrémités de la pièce, l'écart type variant de 0,05% à 0,389%. On remarque alors une quasi isotropie des retraits moyens au moulage en dépit du manque de degré de liberté sur certaines dimensions lors de la variation dimensionnelle dans l'outillage (figure 4.55).

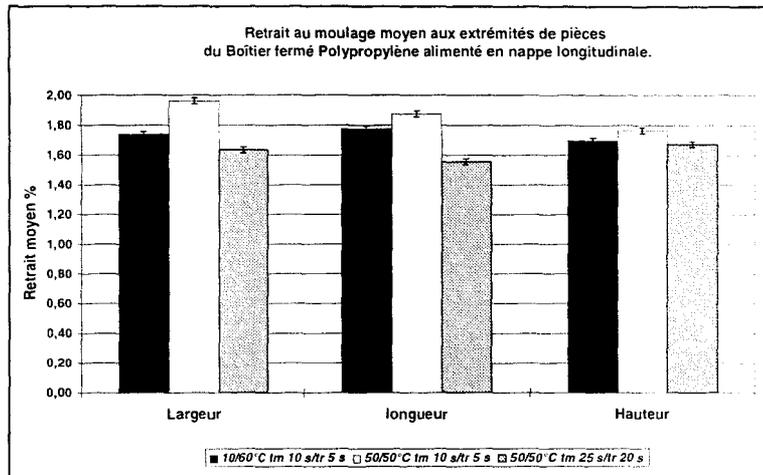


Fig 4.55 : Etude dimensionnelle sur le boîtier fermé : analyse des retraits moyens.

En ce qui concerne la précision géométrique de la pièce, on observe peu de déformation du plan supérieur, le défaut de planéité ne semble pas sensible aux modifications des paramètres d'entrée (figure 4.56). La pièce ne subit pas de déformation notable suivant l'axe d'écoulement (figure 4.57), mais montre une prédisposition au vrillage transverse (figure 4.58).

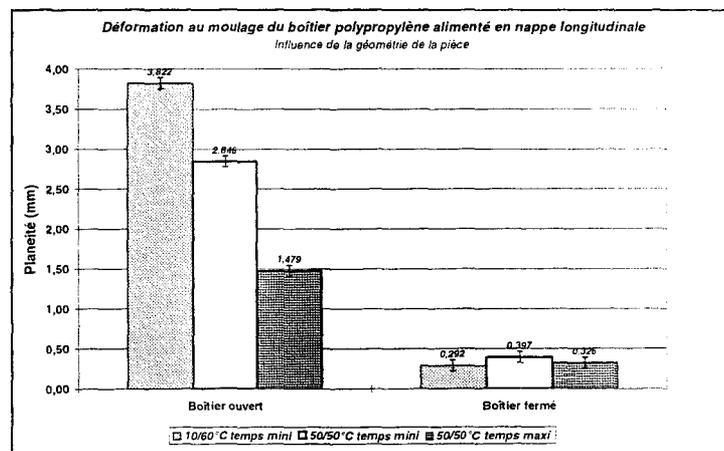


Fig 4.56 : Influence de la géométrie sur la déformation du plan de la pièce.

(temps mini : tm 5 s, tr 10 s ; temps maxi : tm 25 s, tr 20 s)

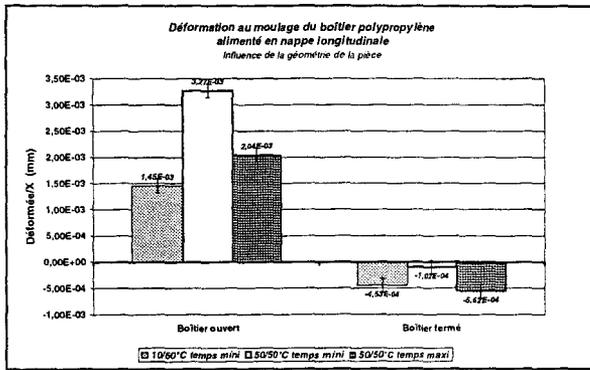


Fig 4.57 : Influence de la géométrie de la pièce sur la déformée longitudinale.

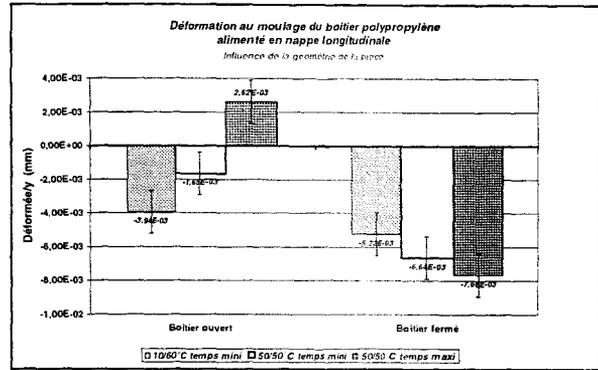


Fig 4.58 : Influence de la géométrie de la pièce sur la déformée transversale

(temps mini : tm 5 s, tr 10 s ; temps maxi : tm 25 s, tr 20 s)

On observe en revanche une déformation caractéristique en as de carreau du boîtier fermé avec une flèche maximale située environ au deux tiers de la pièce. Le repère 0 représente la nappe d'alimentation (figure 4.59). On constate une augmentation de la déformation des flancs longitudinaux lorsque le temps de séjour diminue, la dissymétrie de refroidissement déplace l'axe de la flèche maximale. La déformation du flanc transversal supportant la nappe est peu marquée à l'inverse du fond de pièce dont la flèche s'accroît avec le temps de conformation. La thermique de refroidissement ne semble pas altérer la déformation (figure 4.60). Si on compare la déformation des éléments communs avec le boîtier ouvert, on remarque que l'adjonction d'éléments rigidificateurs représentés par les flancs longitudinaux influent particulièrement sur la géométrie du fond de pièce par l'action des retraits différentiels aux angles. La nappe d'alimentation fait ici office de nervure rigidificatrice de l'élément en contrebalçant l'effet de la variation volumique aux angles.

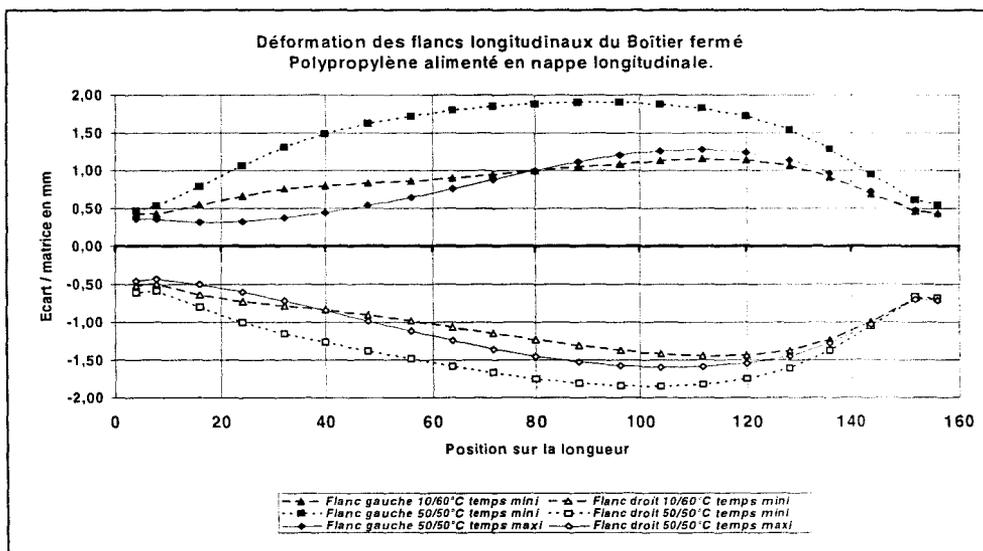


Fig 4.59 : Déformation des flancs longitudinaux du boîtier fermé: écart / matrice (temps mini : tm 5 s, tr 10 s ; temps maxi : tm 25 s, tr 20 s)

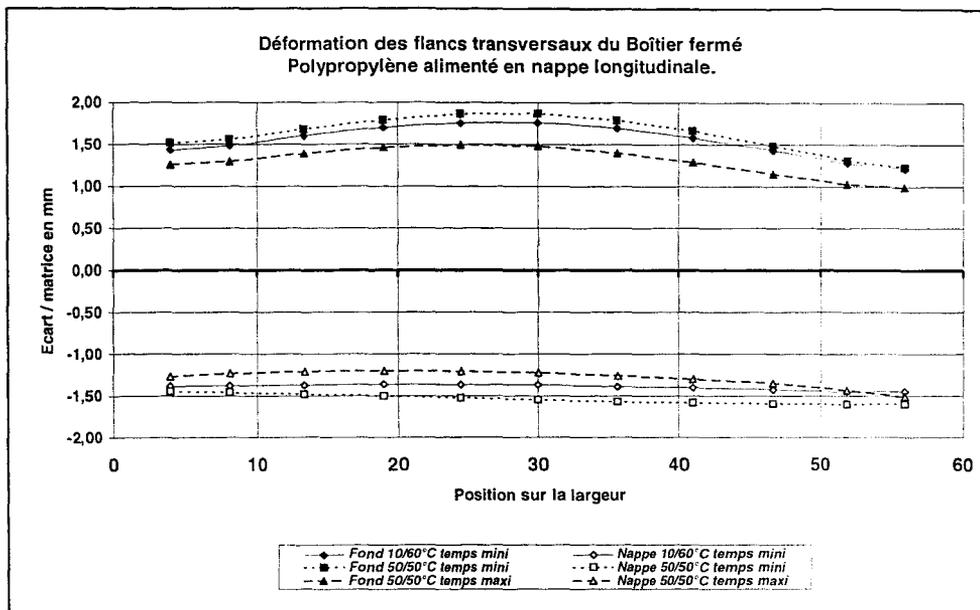


Fig 4.60 : Déformation des flancs transversaux du boîtier fermé : écart / matrice  
(temps mini : tm 5 s, tr 10 s ; temps maxi : tm 25 s, tr 20 s)

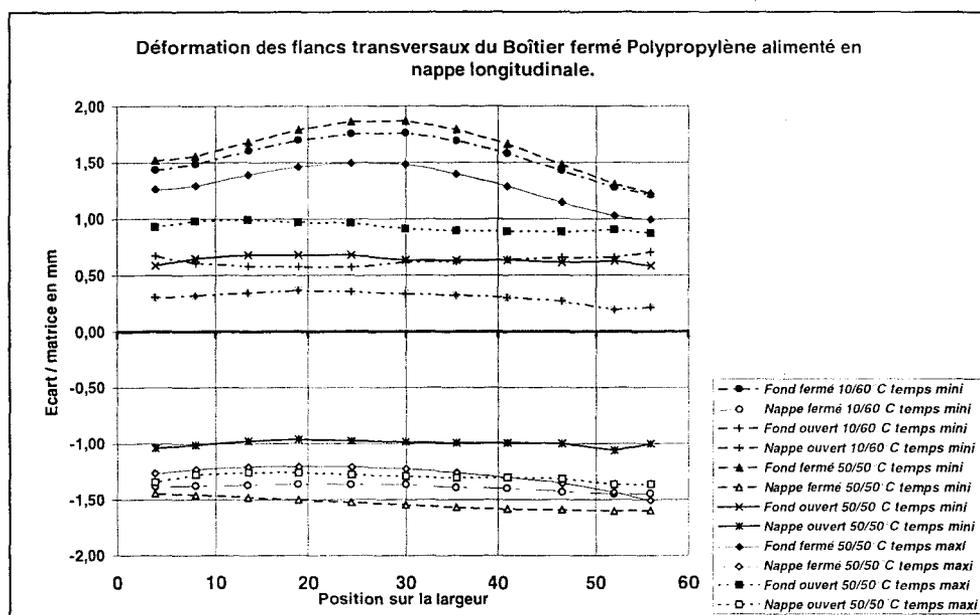


Fig 4.61 : Effet de l'addition d'éléments latéraux sur la déformation des flancs transversaux.  
(temps mini : tm 5 s, tr 10 s ; temps maxi : tm 25 s, tr 20 s)

#### 4.4.2. Etudes dimensionnelle et géométrique après recuit

Les post-retraits sont dans l'ensemble assez équilibrés entre les extrémités de pièces et en moyenne moins élevés que sur la géométrie ouverte. On observe le post-retrait minimum sur les pièces qui ont été soumises à un refroidissement lent sur un temps de conformation court, avec d'autre part une très bonne symétrie dimensionnelle que l'on note également avec

la dissymétrie thermique dans les mêmes conditions de temps. L'écart maximal entre la nappe et le fond d'empreinte apparaît pour des temps de conformation longs (figure 4.62).

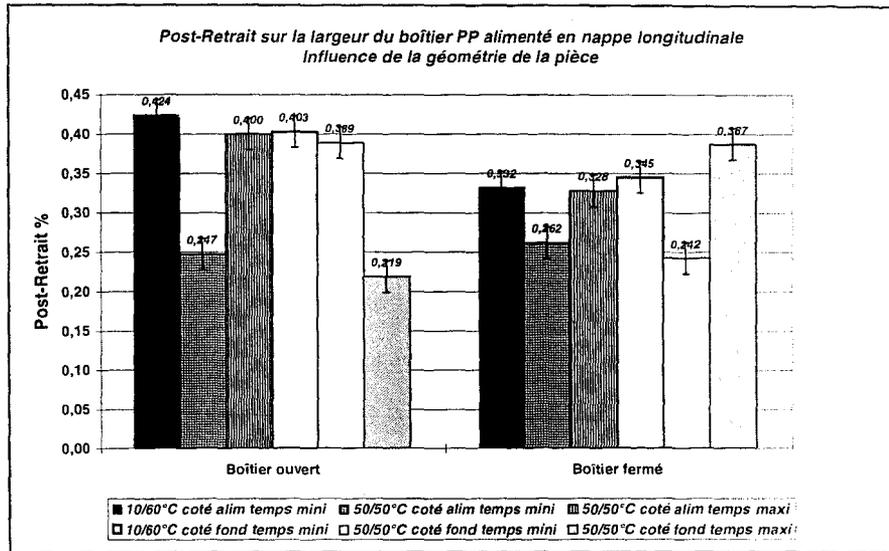


Fig 4.62 : Influence de la géométrie sur le post-retrait.  
(temps mini : tm 5 s, tr 10 s ; temps maxi : tm 25 s, tr 20 s)

Le retrait total montre une nette amélioration de l'équilibre dimensionnel des pièces. On remarque toutefois des variations significatives du coté de la nappe d'alimentation alors que le fond de pièce reste à un niveau constant de retrait quels que soient les paramètres de moulage (figure 4.63).

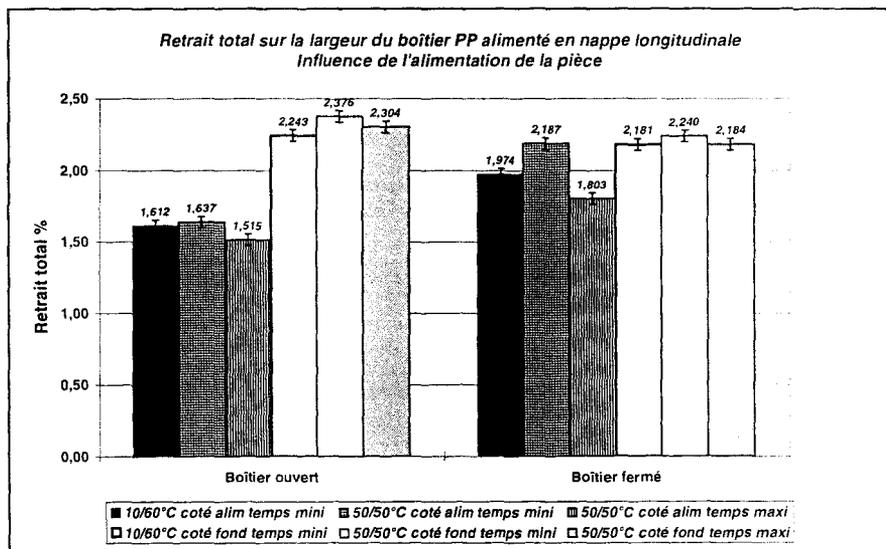


Fig 4.63 : Influence de la géométrie sur le retrait total des boîtiers.  
(temps mini : tm 5 s, tr 10 s ; temps maxi : tm 25 s, tr 20 s)

La stabilisation thermique affecte peu le défaut de planéité des pièces à l'exception du cas de dissymétrie thermique où l'on note une accentuation de plus de 95% du défaut (figure

4.64). La déformée longitudinale s'amplifie pour les temps de séjour faibles et dans le cas de dissymétrie de refroidissement (figure 4.65). La déformée transversale s'accroît dans le même cas de figure et diminue pour les autres d'autant plus que le temps de conformation est élevé (figure 4.66).

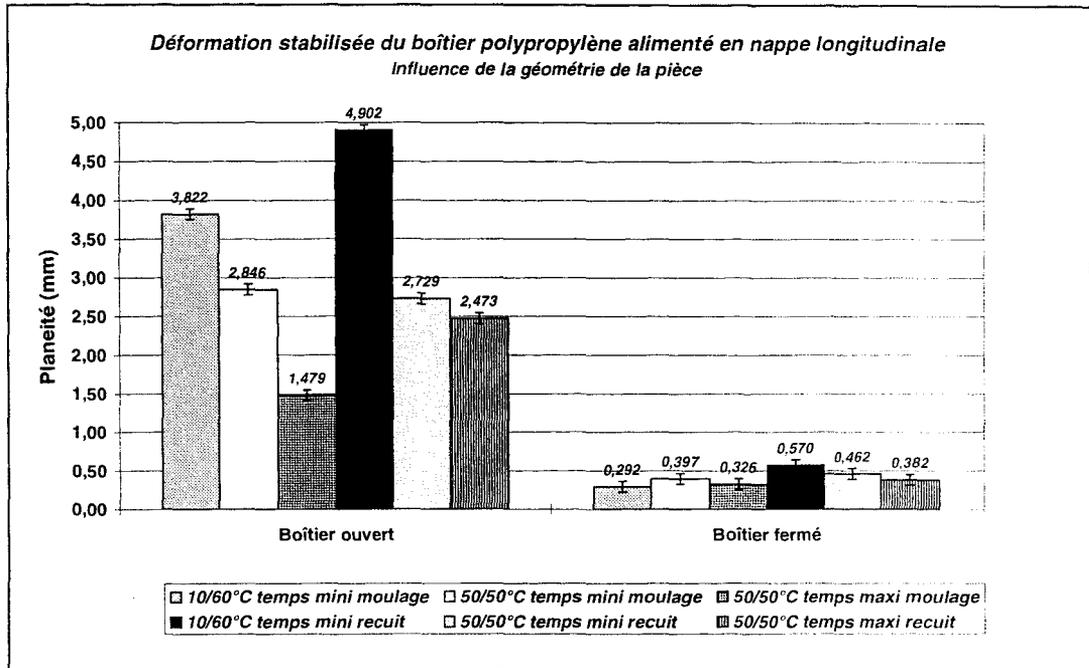


Fig 4.64 : Influence de la géométrie de la pièce sur la planéité après recuit.

(temps mini : tm 5 s, tr 10 s ; temps maxi : tm 25 s, tr 20 s)

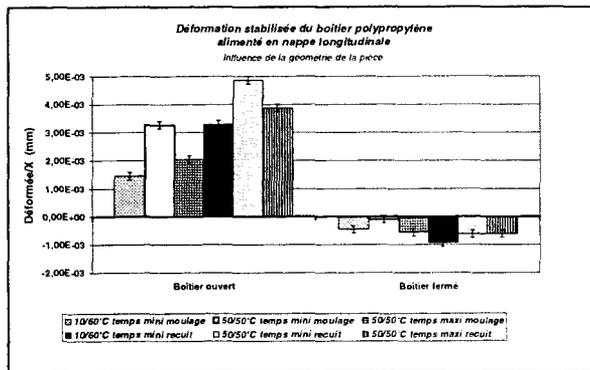


Fig 4.65 : Influence de la géométrie de la pièce sur la déformée longitudinale après recuit.

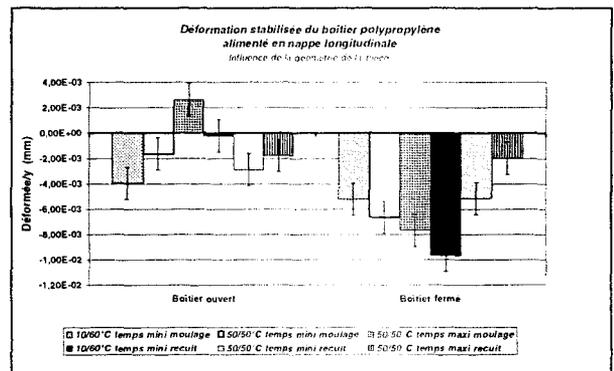


Fig 4.66 : Influence de la géométrie de la pièce sur la déformée transversale après recuit.

(temps mini : tm 5 s, tr 10 s ; temps maxi : tm 25 s, tr 20 s)

L'allure générale de la déformation des flancs du boîtier est conservée, on note une amplification de l'effet en " as de carreau " provoqué par le post-retrait. Le défaut de forme est principalement localisé sur les flancs longitudinaux dans le premier tiers de la pièce comme le montre la figure 4.67. Les flancs transversaux ne subissent qu'un déplacement par rapport à l'empreinte qui caractérise le post-retrait.

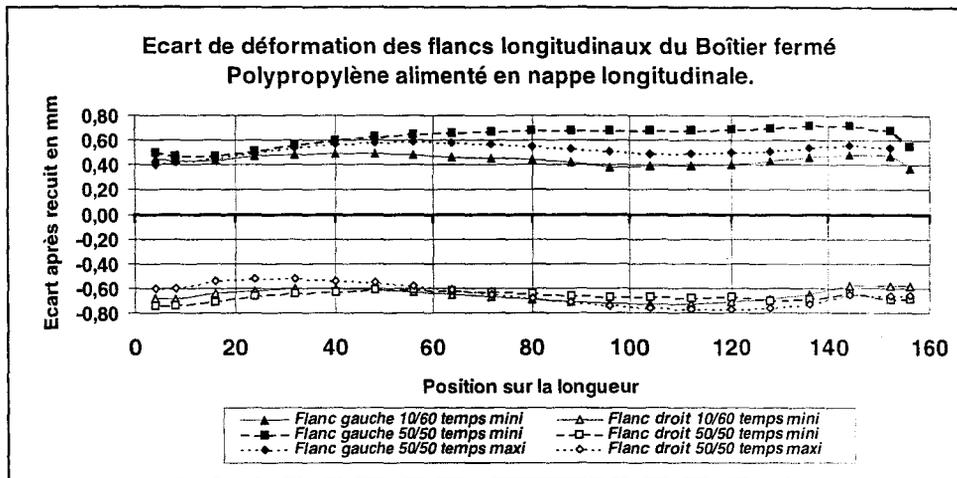


Fig 4.67 : Ecart de déformation des flancs longitudinaux après traitement thermique.

(temps mini : tm 5 s, tr 10 s ; temps maxi : tm 25 s, tr 20 s)

#### 4.5. Synthèse générale des résultats expérimentaux

L'analyse expérimentale des retraits au moulage avec l'alimentation en nappe longitudinale nous a révélé une dissymétrie dimensionnelle entre l'alimentation et le fond d'empreinte. Nous avons pu établir que cet écart est imputable à la perte de charge développée lors de la phase de maintien, qui est d'autant plus élevée que le refroidissement est intense. En outre, nous avons montré que l'augmentation de la durée de la compensation volumique contribuait à la précision dimensionnelle en particulier du côté de la nappe d'alimentation de la pièce où l'effet de nourrissage est prépondérant. Le refroidissement hors pression dans l'empreinte a un effet plus modéré à l'entrée de la pièce dans la mesure où la géométrie de la queue de carpe empêche son retrait libre. L'importance de la part thermique ou mécanique sur le retrait au moulage dépend des vitesses de solidification locales mises en jeu qui influencent la restructuration locale du polymère, et relève par conséquent de la configuration générale du refroidissement.

Nous avons mis en évidence la nette influence d'un écoulement radial central sur les retraits et déformations. L'écoulement uniforme et équilibré du polymère par rapport à l'axe de symétrie de la pièce pendant le remplissage de l'empreinte, et l'équilibre thermodynamique dans la phase de post-remplissage corrigent en grande partie la dissymétrie de retrait entre les extrémités des pièces que nous avons pu rencontrer avec un écoulement unidirectionnel imposé par une alimentation latérale. Il persiste néanmoins un écart dont l'origine semble être exclusivement d'ordre thermique et sans doute influencé également par un certain manque de degré de liberté au niveau de l'alimentation où existe un talon de 2 mm de longueur. La décomposition phase par phase de la variation dimensionnelle lors du refroidissement devrait lever cette ambiguïté.

L'adjonction des flancs longitudinaux réduit de la même manière l'anisotropie des retraits par une diminution des pertes de charges et une augmentation de la durée de compensation volumique de l'empreinte, on a pu remarquer un quasi isotropie des retraits moyens dans les trois dimensions de la pièce.

L'analyse géométrique a montré que les pièces présentent une déformation résiduelle malgré la symétrie de refroidissement qui leur a été imposée lors de la transformation, confirmant ainsi les résultats relevés dans la littérature [26,46,107]. Cette déformation convexe s'amplifie lorsque l'on applique une dissymétrie de refroidissement entre la matrice et le poinçon, le sens de la déformation dépend du signe de l'écart de température comme l'ont montré des études sur des disques injectés et est orientée vers la face chaude [26]. On remarque d'autre part que le temps de conformation dans l'empreinte (durée du maintien et du refroidissement) gouverne la déformation.

L'équilibrage des pressions dans la pièce, couplé à la durée de conformation sont les facteurs primordiaux de la précision géométrique comme le confirme les résultats de l'alimentation par carotte centrale. L'effet rigidificateur des flancs longitudinaux permet de conserver la géométrie globale du boîtier quels que soient les paramètres de transformation, en revanche on observe une déformation en "as de carreau" caractéristique de ce type de géométrie.

D'une manière générale, le traitement thermique de recuit induit une stabilisation dimensionnelle et géométrique des pièces en uniformisant leurs dimensions quelle que soit leur histoire thermomécanique. En revanche, il accroît aussi bien le retrait de la pièce que son défaut de forme de manière d'autant plus marquée que la pièce présente des dissymétries. Il sera donc nécessaire de déterminer si nous sommes confrontés à une restructuration superficielle ou globale du matériau, notamment en contrôlant le gradient de cristallinité dans l'épaisseur avant et après recuit.

---

**CHAPITRE 5 :**

***INTERPRETATIONS***



<b>CHAPITRE 5 : INTERPRETATIONS</b> .....	155
5.1. Introduction .....	155
5.2. Etude du retrait par une analyse thermodynamique des boîtiers injectés.....	155
5.2.1. Analyse thermodynamique .....	156
5.2.2. Analyse structurale .....	165
5.3. Analyse des mécanismes de déformation des pièces .....	166
5.3.1. Quantification des contraintes de refroidissement .....	167
5.3.2. Quantification de l'orientation moléculaire .....	170
5.3.2.1. Profil d'orientation dans les boîtiers injectés .....	170
5.3.2.2. Approche théorique de l'orientation moléculaire dans le boîtier .....	174
5.3.2.3. Influence d'une dissymétrie thermique de refroidissement .....	180
5.3.3. Incidence de la structure locale sur les propriétés du polymère .....	182
5.3.3.1. Etude de la rigidité locale du polymère .....	182
5.3.3.2. Etude des propriétés dilatométriques locales .....	184
5.3.4. Influence du couplage des orientations et des contraintes de refroidissement.....	186
5.3.4.1. Incidence du gradient de structure sur la flèche .....	186
5.3.4.2. Incidence des contraintes de refroidissement sur la flèche .....	190
5.3.4.3. Vérification expérimentale appliquée à un cas de dissymétrie de refroidissement .....	193
5.3.5. Incidence du recuit à 120°C sur la déformation des pièces.....	197
5.4. Application à un code de calcul .....	201
5.4.1. Présentation du code de calcul .....	201
5.4.2. Les données du calcul.....	201
5.4.3. Résultats du calcul et comparaison avec l'expérimentation .....	203
5.5. Analyse des écarts simulation/expérience et conclusion.....	204



**CHAPITRE 5 :**

**INTERPRETATIONS**

**5.1. Introduction**

L'exploitation des résultats expérimentaux s'établira selon trois axes principaux. Dans un premier temps, on s'intéressera à quantifier le retrait au moulage du boîtier ouvert. On choisira de mener la discussion à partir des résultats obtenus avec l'alimentation centrale par carotte dans le but de mettre en évidence, par une étude thermodynamique du cycle d'injection l'hétérogénéité de retrait au moulage que nous avons mesurée entre les extrémités de la pièce.

L'axe d'interprétation principal sera consacré à l'étude des relations entre la déformation des pièces et les tensions internes locales, notamment en évaluant l'incidence de la dissymétrie de structure par une étude du couplage des tensions d'ordre thermique et de l'orientation moléculaire lors d'une variation de la température. Le choix du cas expérimental se porte sur le boîtier ouvert alimenté en nappe et se justifie par l'existence d'un écoulement unidirectionnel engendré par la nappe d'alimentation de la pièce induit des gradients d'orientations moléculaires, et par conséquent une anisotropie et hétérogénéité structurale, capable d'influencer sa déformation. Le cas particulier d'une pièce moulée avec une dissymétrie de refroidissement servira à confirmer les hypothèses d'interprétation.

La dernière partie de la discussion sera consacrée à la comparaison entre les résultats d'un calcul des déformées par un code de calcul commercial et les valeurs expérimentales, où nous aborderons une analyse en termes d'écart et d'interprétations entre la simulation et l'expérience, notamment après intégration de nos données.

**5.2. Etude du retrait par une analyse thermodynamique des boîtiers injectés**

Il s'agit ici d'interpréter, du moins en tendance, l'hétérogénéité des retraits au moulage observés expérimentalement sur différentes configurations du boîtier et pour laquelle deux origines sont envisagées. La première correspond à une différence de parcours thermodynamique appliqué au polymère lors du cycle de transformation. On replacera alors dans un diagramme PVT le parcours thermodynamique moyen du polymère aux points de mesure et on tentera d'estimer la part respective des phénomènes thermiques et mécaniques sur le retrait au moulage. La deuxième origine est supposée directement liée à la première, se base sur une différence de morphologie de la matière induite par la géométrie locale et liée aux orientations. On mesurera donc les taux de cristallinité du polymère en certains points

particuliers du boîtier et on estimera l'effet de cette hétérogénéité de structure sur le retrait au moulage.

L'analyse sera conduite dans le cas particulier du boîtier à alimentation centrale injecté avec une régulation thermique symétrique à 50°C, pour lequel on a relevé une dissymétrie de retrait sur la largeur entre ce qui est appelé par convention le "fond" et "l'alimentation", malgré une évolution quasi indentique des pressions de part et d'autre de l'axe de symétrie de la pièce (figure 5.1).

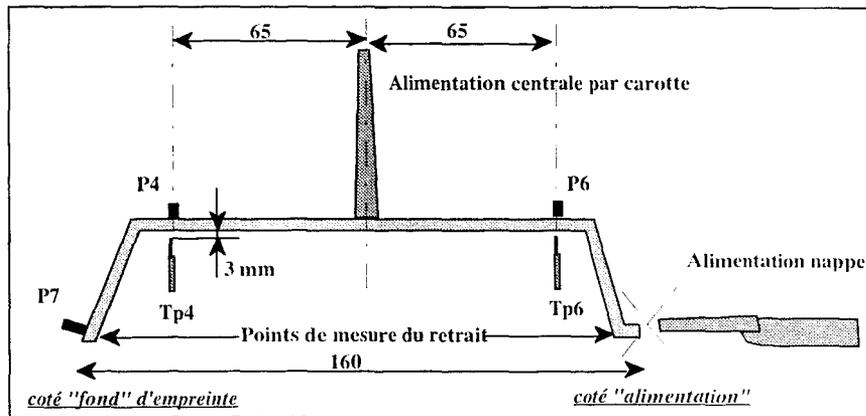


Fig 5.1 : Définition des points conventionnels d'analyse thermomécanique.

### 5.2.1. Analyse thermodynamique

Pour mener à bien cette analyse, il est nécessaire de connaître l'histoire thermodynamique moyenne du polymère aux points de mesure pendant le cycle d'injection. Or le moule n'est pas instrumenté à ces positions particulières. On s'intéressera donc aux points instrumentés les plus proches de ceux de mesure du retrait, à savoir les limites du plan supérieur de la pièce, caractérisés par les capteurs de pression P6 et P4 et les sondes de température Tp6 et Tp4 (figure 5.1).

Les enregistrements de pression (figure 5.2) montrent que la pression maximale mesurée par les capteurs à la surface de l'empreinte est de 350 bars. Or la pression de maintien théorique (pression hydraulique x rapport de surface vérin hydraulique/vis) est de 510 bars. Deux hypothèses permettent d'expliquer cette différence : soit le transfert de charge entre la pression d'huile dans le vérin d'injection et la matière dans l'empreinte n'est pas intégral (pertes de charge du système), soit (et/ou) la pression au niveau de la peau est plus faible qu'en coeur.

La pression enregistrée en buse (500 bars), et une étude antérieure menée sur les mêmes équipements industriels [132] indiquent que la première hypothèse est la plus vraisemblable. C'est pourquoi dans la suite de l'étude, on admet que la gaine solide transmet intégralement la pression du polymère fondu. Ainsi, la pression mesurée en surface par le

capteur sera la même que celle que l'on mesurerait à coeur si cela était possible, en tout point de la section transversale de la pièce.

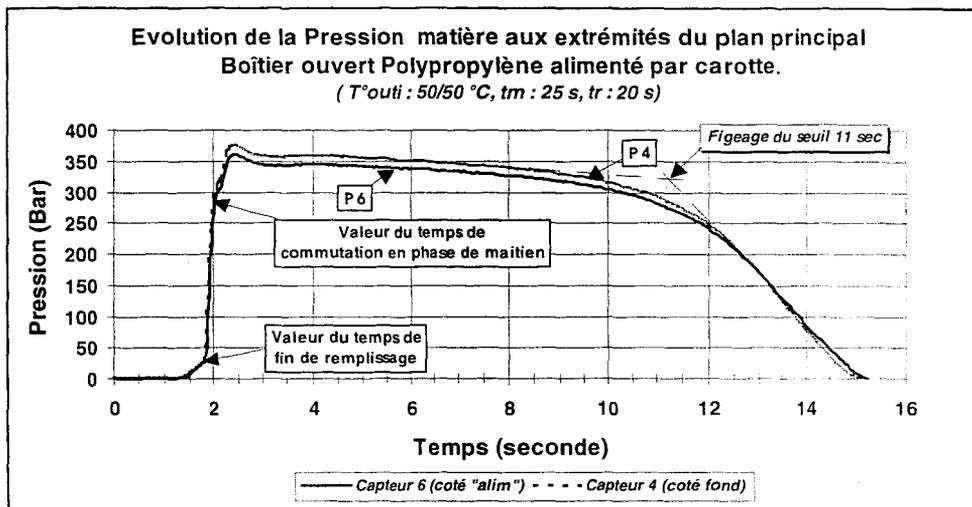


Fig 5.2 : Variations de pression dans l'empreinte aux extrémités du plan de la pièce.

La commutation en phase de maintien s'effectue sur un niveau de pression matière dans le moule à partir du capteur P7 situé en fond d'empreinte (figure 5.1). Dans l'analyse, on suppose que le refroidissement de la pièce démarre à ce point soit 1,97 secondes après le déclenchement de l'injection en prenant comme hypothèse que la phase de remplissage est isotherme.,

La réponse des sondes de température situées à 3 mm (figure 5.1) de la paroi de l'empreinte, représentée sur la figure 5.3, indique un décalage de température de l'ordre de 2,5°C aux maxima des courbes entre les deux points de mesure.

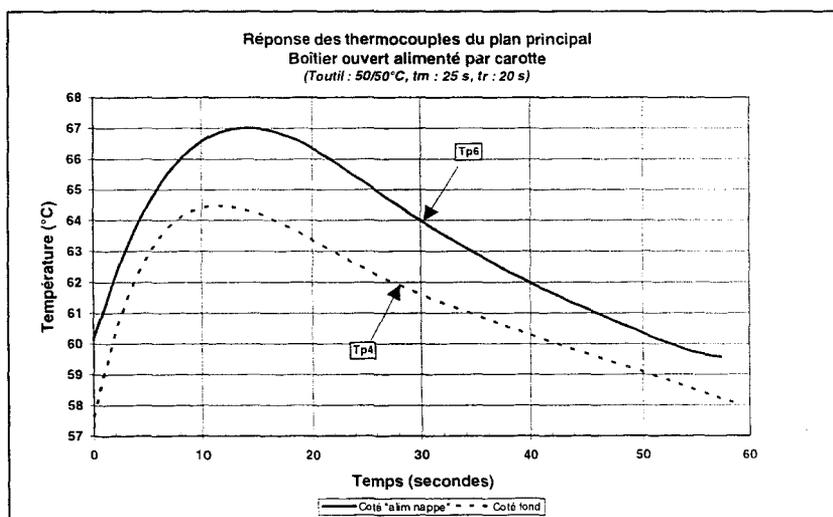


Fig 5.3 : Variations de température dans l'outillage aux extrémités du plan de la pièce  
(profondeur de mesure : 3 mm de la paroi de l'empreinte)

On a remarqué également lors des essais complémentaires que le sens de circulation des fluides de régulation thermique de l'outillage est responsable d'un gradient thermique le long de l'empreinte (*chap4 § 4.3.1.*), ce qui peut justifier l'écart de température enregistré sur les deux sondes représentées par la figure 5.3.

Le problème posé est le suivant, compte tenu d'une histoire mécanique sensiblement identique aux extrémités de pièce, la dissymétrie de retrait mesurée de l'ordre de 24 % est-elle exclusivement tributaire du parcours thermique ?

Les enregistrements des sondes de température ne sont qu'une image de la solidification de la surface de la pièce et ne peuvent être directement exploités pour connaître les variations de température à l'intérieur du boîtier. Cette information n'est actuellement accessible que par le calcul, celui-ci consiste à résoudre l'équation de la chaleur monodimensionnelle dans un matériau au repos pour lequel on connaît les conditions aux limites (figure 5.3). Le calcul s'effectue en posant les hypothèses suivantes :

⇒ On assimile le plan (150x50x2 mm) à une plaque infinie d'épaisseur 2 mm. Ce qui signifie que les gradients de température et les flux de chaleur sur la longueur  $x$  et la largeur  $z$  sont négligeables devant ceux dans l'épaisseur  $y$  (figure 5.4).

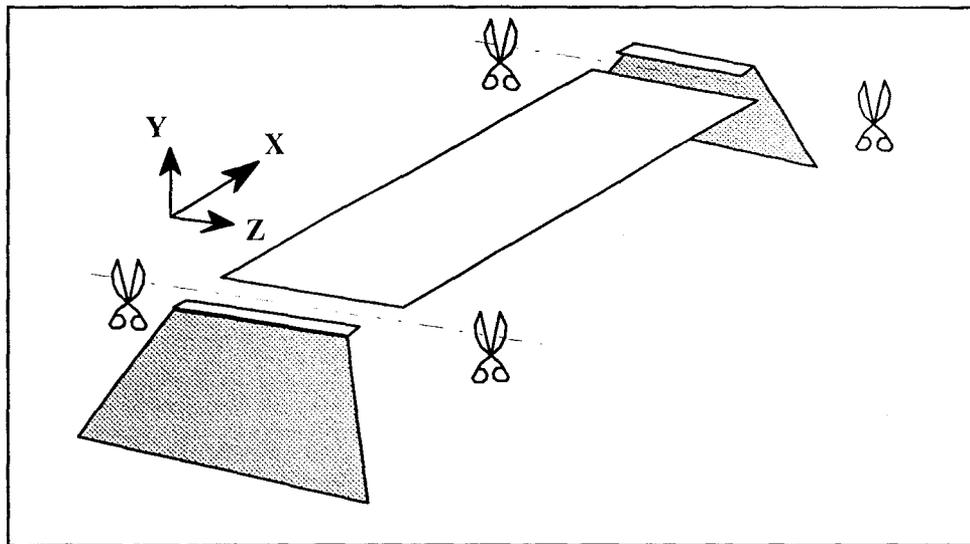


Fig 5.4 : Définition de la pièce pour le calcul thermique.

⇒ On suppose que le polymère fondu est à la température homogène et constante égale à celle mesurée  $T_0 = 224^\circ\text{C}$ . Il est mis instantanément en contact avec le moule régulé (en régime thermique d'équilibre) dont la température ( $T_w$ ) est constante et égale à  $58^\circ\text{C}$  coté fond et à  $60^\circ\text{C}$  coté "alimentation".

⇒ Nous ne tenons pas compte de l'exothermie liée à la cristallisation du polymère.

⇒ La conductivité thermique (k) et la capacité calorifique (Cp) sont prises en valeurs moyennes (leur dépendance vis à vis de la pression et de la température [13] est négligée) soit  $k = 0,21 \text{ W/m.}^\circ\text{C}$  et  $C_p = 2678 \text{ J/Kg.}^\circ\text{C}$ .

Compte tenu de ces hypothèses, on montre que d'un point de vue thermique, l'écoulement est dans un régime transitoire, donc qu'une partie de la dissipation visqueuse sera évacuée par conduction ( $10^{-2} < \text{nombre de Cameron} < 1$ ) [8]. En effet, si on considère que le fluide suit un comportement Newtonien, le champ de vitesse dans la plaque peut se mettre sous la forme :

$$u(y) = \frac{\Delta P}{8\eta L} (h^2 - 4y^2) \quad \{111\}$$

Ce qui conduit aux expressions du débit volumique d'injection Q et de la vitesse moyenne suivants :

$$Q = \frac{wh^3\Delta P}{12\eta L} \quad \{112\}$$

$$\langle V \rangle = \frac{Q}{S} = \frac{h^2\Delta P}{12\eta L} \quad \{113\}$$

Le nombre de Cameron (Ca) peut alors être calculé par :

$$Ca = \frac{aL}{\langle V \rangle h^2} \quad \{114\}$$

Avec

$\Delta P$  : perte de charge de l'écoulement

$\eta$  : viscosité du polymère

h : 1/2 épaisseur de l'empreinte

y : position

w : largeur de l'écoulement

L : longueur de l'écoulement

a : diffusivité thermique

$\rho$  : masse volumique du polymère

L'application numérique conduit à  $Ca = 0,033$ , caractéristique d'un régime thermique transitoire.

Sur ces bases de calcul, le refroidissement de la plaque s'effectue de la manière suivante :

⇒ Au début du refroidissement, la pièce est à une température homogène  $T_0$  égale à la température d'injection ( $224^\circ\text{C}$ ). La plaque est mise en contact avec la surface de l'empreinte réglée à une température  $T_w$  ( $58$  ou  $60^\circ\text{C}$  en fonction du point de mesure). La température d'interface qui s'établit instantanément aux parois est donnée par la relation suivante :

$$T_i = \frac{b_w \cdot T_w + b_o \cdot T_0}{b_w + b_o} \quad \{115\}$$

où  $b_w$  et  $b_o$  sont les effusivités du moule et du polymère :

$$b = \sqrt{k \cdot \rho \cdot C_p} \quad \{116\}$$

Avec  $k$ ,  $\rho$  et  $C_p$  la conductivité thermique, la masse volumique et la capacité calorifique du corps considéré.

⇒ On peut connaître l'évolution de la température dans la pièce en résolvant l'équation de la chaleur, qui se limite dans ce cas à :

$$\rho C_p \frac{dT}{dt} = k \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} \quad \{117\}$$

Nous avons choisi de résoudre cette équation sous forme adimensionnelle par la méthode des différences finies. Les notations utilisées sont les suivantes :

$$\theta = \frac{T}{T_0} ; X = \frac{y}{h} ; \tau = \frac{a}{h^2} t \text{ avec } a = \frac{k}{\rho C_p}$$

Avec	$h$ : la demie épaisseur	$T$ : la température
	$k$ : la conductivité thermique	$T_0$ : la température initiale
	$\rho$ : la masse volumique	$C_p$ : la capacité calorifique
	$a$ : la diffusivité thermique	$\tau$ représente le facteur temps
	$t$ : le temps	

Le calcul est incrémenté en fonction de la position dans l'épaisseur et du temps ( $i$  représente la valeur de  $y$  et  $j$  l'image du temps). Les conditions aux limites sont les suivantes :

Température d'interface  $j=0$  et  $i=0$

$$\theta(0,0) = \left[ \frac{bw \cdot Tw + bo \cdot To}{bw + bo} \right] / Tw \quad \{118\}$$

$i=1$  à  $P$

$$\theta(i,0) = To / Tw \quad \{119\}$$

$j \neq 0$

$$\theta(0,j) = \left[ \frac{To\theta(i,j-1)bo + Tw \cdot bw}{bw + bo} \right] / Tw \quad \{120\}$$

$i=1$  à  $P-1$

$$\theta(i,j) = \theta(i,j-1) + \Delta\tau \left[ \frac{\theta(i+1,j-1) + \theta(i-1,j-1) - 2\theta(i,j-1)}{\Delta X^2} \right] \quad \{121\}$$

$i=P$

$$\theta(P,j) = \theta(P,j-1) + \Delta\tau \left[ \frac{2\theta(P-1,j-1) - 2\theta(P,j-1)}{\Delta X^2} \right] \quad \{122\}$$

où  $P$  est le pas de calcul

$$\text{Le coefficient de convergence doit satisfaire : } \Delta t \leq \frac{\Delta X^2}{2a} \quad \{123\}$$

La figure 5.5 représente l'évolution de la température et de la vitesse de refroidissement en fonction du temps et de la distance à la paroi, pour un polymère injecté à 224°C (température relevée en sortie de buse) dans un moule réglé à la température de 58°C (figure 5.3).

Sur ces graphes sont reportés les temps correspondant au figeage de la pièce tel qu'il a été mis en évidence sur les courbes de pression et le temps où la pression s'annule sur le capteur (temps de figeage = temps de figeage réel 11 sec - temps de remplissage 1,97 sec). Au moment de la détection du figeage, on relève une température de + 73,5°C à 0,5 mm de la paroi et de +80,1°C au centre, températures inférieures à la température de cristallisation du polypropylène. En effet, les essais de cristallisation effectués en DSC montrent un pic de cristallisation à 108°C pour une vitesse de refroidissement de 50°C/min (0,83°C/sec) avec un début de cristallisation vers 121°C. Cela signifie que notre modélisation, compte tenu des vitesses de refroidissement plus élevées qui déplacent le pic de cristallisation vers les basses

températures (90°C à une vitesse de 80°C/min sur le même polymère [26]), semble s'accorder avec le figeage expérimental obtenu.

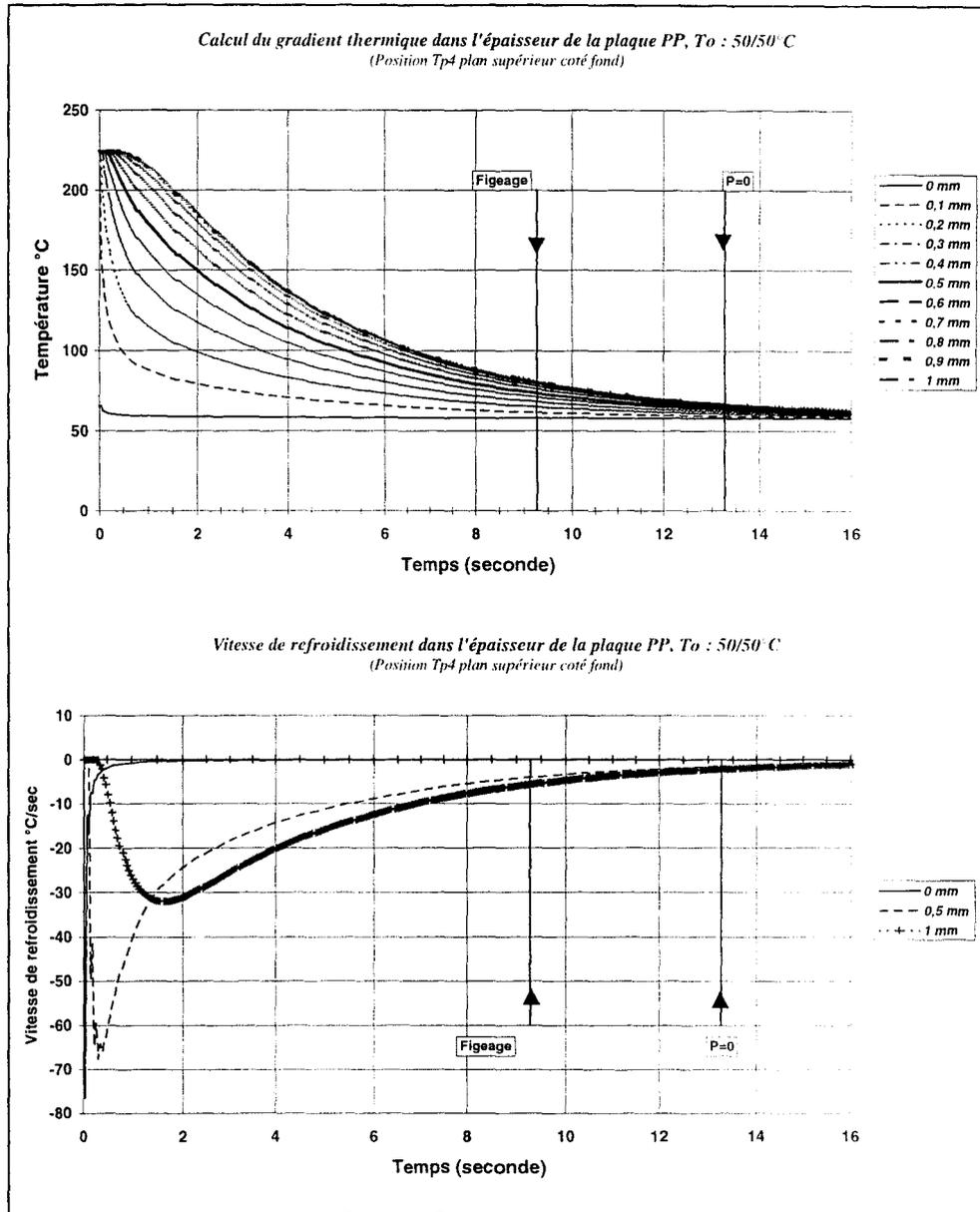


Fig 5.5 : Modélisation des variations de température et de vitesse de refroidissement dans le plan supérieur du boîtier ouvert polypropylène alimenté par carotte, injecté à 223,7°C dans un moule à 57,7°C (représentation de la température enregistrée sur la sonde Tp4 "fond" en régime stabilisé)

Connaissant ces évolutions, on peut calculer aux points Tp4 et Tp6, celle de la température moyenne  $\bar{T}$  en fonction du temps par :

$$\bar{T} = \frac{1}{h} \int_0^h T(y) dy \quad \{124\}$$

On dispose dès lors du parcours thermodynamique à chaque extrémité du plan de la pièce que l'on peut replacer dans le diagramme PVT du polymère. Ce diagramme est fourni par le producteur de matière et correspond à la référence 3050MN4 dite "équivalente" au 3050MN1 (figure 5.6). Bien que ce type de diagramme soit une source peu adaptée à l'application directe au cas de l'injection, en particulier par sa dépendance vis à vis des vitesses de refroidissement et les limites expérimentales de détermination [18], ce sont les seules bases disponibles pour prévoir quantitativement les retraits.

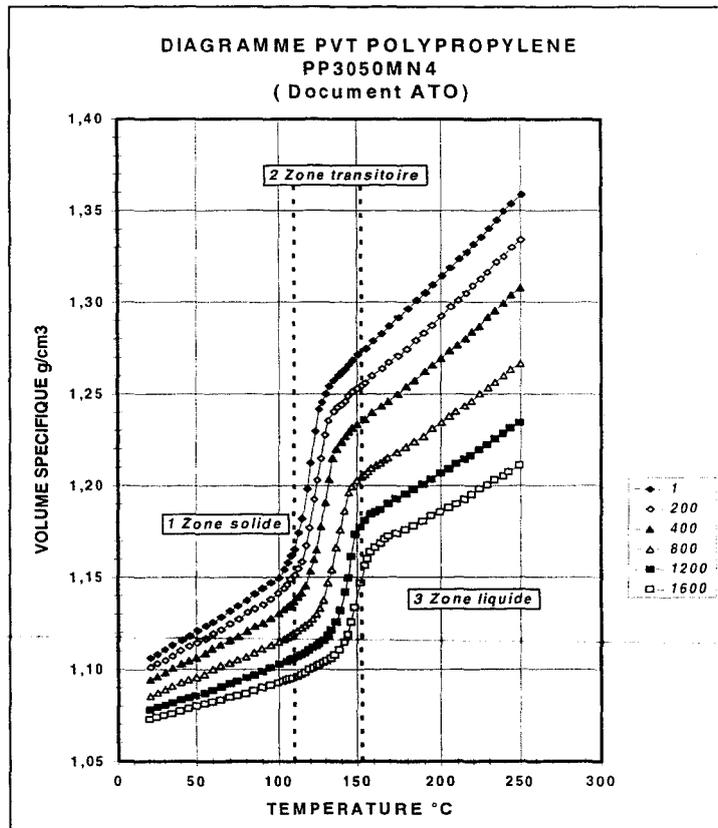


Fig 5.6 : Diagramme PVT du polypropylène.

Pour réaliser l'analyse, on segmente le diagramme en trois zones distinctes : zone solide, zone de transition, zone liquide, qui servent, en première approximation, à calculer les relations linéaires multiples entre la pression, la température et le volume spécifique. En connaissant l'évolution de pression et de température moyennes dans l'empreinte on peut alors calculer le parcours thermodynamique moyen et le tracer dans le diagramme comme le montre la figure 5.7. Le calcul de la variation volumique de la pièce est ensuite réalisé en tenant compte des critères suivants :

⇒ Le figeage est obtenu pour une température moyenne de 108°C, repère ❶. Le nourrissage de la pièce devient nul, le volume spécifique reste constant jusqu'au retour à l'isobare 1, où on relève un volume spécifique de 1,152 cm<sup>3</sup>/g.

⇒ L'éjection de la pièce est effectuée au repère ②.

⇒ Le calcul de la variation volumique de la pièce s'effectue à partir du point ① jusqu'au retour à la température ambiante ③ où on note un volume spécifique de  $1,106 \text{ cm}^3/\text{g}$ , soit une variation volumique moyenne de :

$$\left(\frac{\Delta V}{V}\right) = \frac{V_{\text{spec.1}} - V_{\text{spec.3}}}{V_{\text{spec.1}}} = \frac{1,152 - 1,106}{1,152} \cdot 100 \approx 4\%$$

{125}

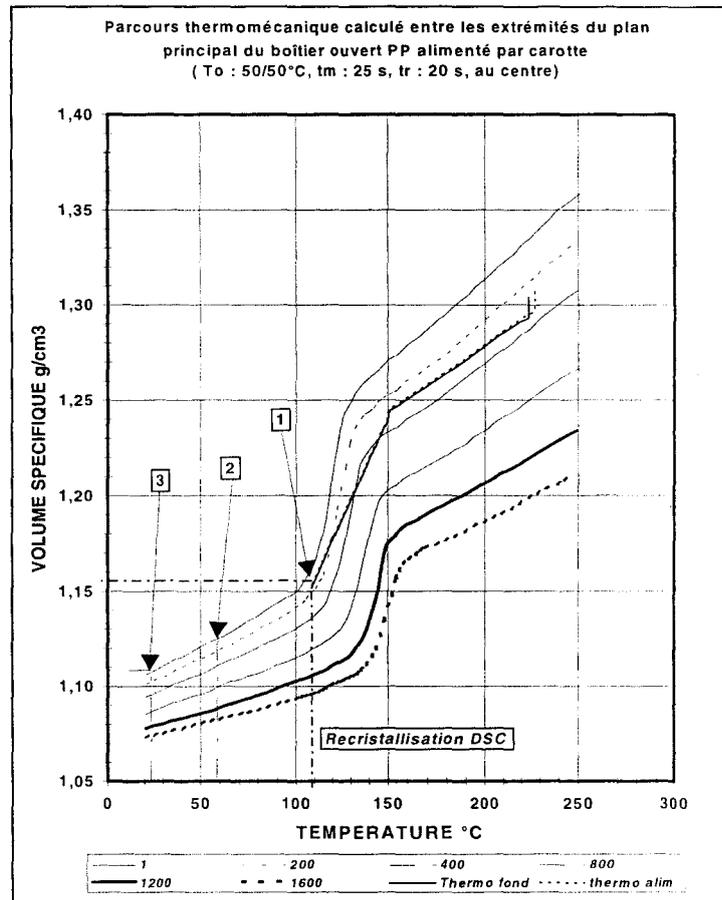


Fig 5.7 : Parcours thermo-mécanique simulé aux deux extrémités du plan du boîtier.

Le linéaire peut s'obtenir en considérant le matériau parfaitement isotrope où le retrait volumique se répartit en fonction des degrés de liberté de la pièce (Cf chapitre 1, § 7.1), ce qui donne un retrait linéaire de 1,33 %. Or, dans le cas des polymères semi-cristallins, le retrait sur l'épaisseur dépend en grande partie des phénomènes liés à la cristallisation et à l'orientation des cristaux donnant ainsi des grandeurs fondamentalement différentes de celles relevées sur les autres dimensions [26]. Dans le cas de notre étude expérimentale, les retraits moyens mesurés sur l'épaisseur des pièces montrent un rapport moyen de l'ordre de **0,6** avec les retraits moyens mesurés sur la largeur du boîtier. En supposant que les retraits dans la direction de la largeur sont équivalents à ceux sur la longueur ( $R_L \equiv R_L$ ) et que la pièce évolue librement lors de son retrait, on peut estimer que le retrait linéaire moyen intervient dans un rapport de **2,6 sur le retrait volumique global**. Auquel cas, on obtient un retrait linéaire

moyen calculé de 1,535 % pour une valeur expérimentale mesurée comprise entre 1,437 et 1,785 %.

En conclusion, si l'analyse thermodynamique permet d'estimer globalement les retraits, elle ne met pas en évidence des écarts très significatifs entre les retraits sur la largeur observés expérimentalement entre les extrémités avec une différence de la température initiale du moule de 2°C (environ 0,6%, soit 1,54% en "fond" d'empreinte et 1,53% en "alimentation"). Les causes principales de l'indétermination peuvent être attribuées :

- au manque de précision du calcul et aux hypothèses trop simplificatrices,
- au manque d'informations précises sur les niveaux de pression et de température aux positions de mesure du retrait,
- aux effets engendrés par la géométrie locale de la pièce, "fond" d'empreinte et talon résiduel de "l'alimentation en nappe" qui génèrent des effets de bord et des orientations transverses des flux de matière, où les flux thermiques autres que dans l'épaisseur ne sont plus négligeables,
- à la précision des informations données par le diagramme PVT (influence de la cinétique de refroidissement).

**5.2.2. Analyse structurale**

Pour lever l'indétermination, il paraît nécessaire d'effectuer des contrôles locaux de structure du matériau pour permettre de comprendre, du moins d'un point de vue morphologique, l'origine de la dissymétrie de retrait. Une mesure locale du taux de cristallinité moyen par DSC obtenu à partir de coupes microtomes prélevées sur des échantillons découpés aux endroits de mesure des retraits (figure 5.8), permet d'observer un écart de 9 points entre le "fond" et "l'alimentation" de la pièce soit respectivement un taux de cristallinité moyen de 67% et 58%.

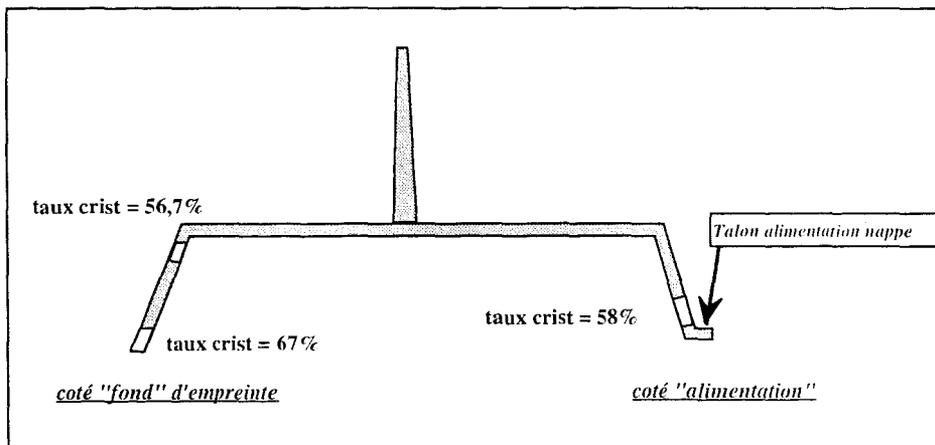


Fig 5.8 : Points de contrôle des taux de cristallinité moyens.

Le passage de l'état fondu totalement amorphe ( $X_c=0$ ) à un état partiellement cristallisé entraînerait donc, si la transformation se faisait à 1 bar et à température constante, une variation relative de volume donnée par les expressions [14]:

$$\text{Coté fond :} \quad \left( \frac{\Delta V}{V} \right) = \frac{V_{(X_c=0,67)} - V_{(X_c=0)}}{V_{(X_c=0)}} = X_c \cdot \frac{\rho_{cr} - \rho_{am}}{\rho_{cr}} = 6,58\% \quad \{126\}$$

$$\text{Coté "alimentation" :} \quad \left( \frac{\Delta V}{V} \right) = \frac{V_{(X_c=0,58)} - V_{(X_c=0)}}{V_{(X_c=0)}} = X_c \cdot \frac{\rho_{cr} - \rho_{am}}{\rho_{cr}} = 5,70\% \quad \{127\}$$

Avec  $\rho_{cr} = 0,946$  et  $\rho_{am} = 0,853$ .

Soit une différence relative de variation volumique d'environ **13% pour un écart expérimental mesuré de l'ordre de 24%**.

Il reste à vérifier que la différence de morphologie du polymère provient directement de la différence du comportement thermodynamique et de l'orientation des flux de matière en fin de remplissage, influencés par la géométrie locale de la pièce. Lorsque l'on mesure le taux de cristallinité moyen sur un échantillon prélevé au sommet du flanc latéral coté "fond" (figure 5.8), où les effets de bord n'influencent ni l'orientation des flux de matière, ni les flux thermique, on remarque qu'il baisse de 10 points à 57%. Le taux de cristallinité moyen devient alors équivalent à celui mesuré sur le flanc opposé avant le "talon" de la nappe. On peut alors conclure que la géométrie locale est responsable de l'hétérogénéité de retrait entre les extrémités de la pièce, le comportement thermodynamique contrôle l'amplitude des écarts.

### **5.3. Analyse des mécanismes de déformation des pièces**

On intéresse ici aux relations entre la déformation des pièces et les tensions internes, en particulier à l'incidence de l'effet couplé entre la structure du polymère (orientations moléculaires, cristallinité) et les tensions internes sur la flèche du boîtier. Pour réaliser cette étude, les différents types de contraintes générées par le cycle de moulage sont quantifiées en termes de contraintes d'écoulement (et d'influence de l'orientation moléculaire), et de contraintes de refroidissement (et d'incidence du caractère morphologique de la pièce). Le choix du cas expérimental faisant l'objet de l'étude est le boîtier ouvert alimenté en nappe (figure 3.61 chap3) pour les raisons suivantes:

⇒ la pièce peut être assimilée à une forme géométrique simple (plaque 150x50x2mm) affectée d'effets de bord particuliers créés par ses flancs latéraux,

⇒ l'écoulement unidirectionnel engendré par la nappe d'alimentation induit un gradient d'orientations moléculaires dans l'axe d'écoulement et donne une anisotropie des propriétés et une hétérogénéité structurale de la pièce susceptible d'influencer sa précision géométrique.

Les conditions opératoires de transformation sont fixées à leur niveau bas, soit un temps de maintien de 10 secondes et un temps de refroidissement hors pression de 5 secondes. En effet, on a vu lors du calcul de refroidissement que la solidification de la pièce intervient aux environs de 9 secondes. Il ne paraît donc pas nécessaire de s'intéresser à des temps supérieurs, pour ce qui concerne l'effet du post-remplissage.

On analysera également les déformations obtenues avec un refroidissement symétrique de la pièce à une température moyenne d'outillage de 50°C. Une pièce moulée avec un refroidissement dissymétrique à 10°C/60°C servira ensuite à confirmer, en terme de tendance, le sens de la déformée induite par une forte dissymétrie de morphologie par rapport au plan moyen de la pièce.

### 5.3.1. *Quantification des contraintes de refroidissement*

Le refroidissement hétérogène des pièces injectées génère des retraits différentiels bloqués par l'emprisonnement de l'objet dans le moule et crée ainsi des contraintes d'origine thermique (ou contraintes de refroidissement) dont la relaxation après moulage, en cours d'utilisation, est à l'origine de l'instabilité géométrique.

Les contraintes de refroidissement sont estimées à partir de mesures en dilatométrie par analyse d'image sur des coupes microtomes de 20µm selon la méthode mise au point par P.DELBARRE [26] et présentée au *chapitre 1 § 6.3.5*.

Des échantillons de 10x6x2 mm sont prélevés le long de l'axe de symétrie de la pièce. Parmi les échantillons découpés, nous choisissons d'en évaluer deux pour nous permettre de contrôler la dispersion de contraintes sur la pièce : l'un repéré en position **A** est proche de l'intersection entre le plan principal de la pièce et le flanc latéral, l'autre repéré **B** est situé au tiers de la pièce (figure 5.9).

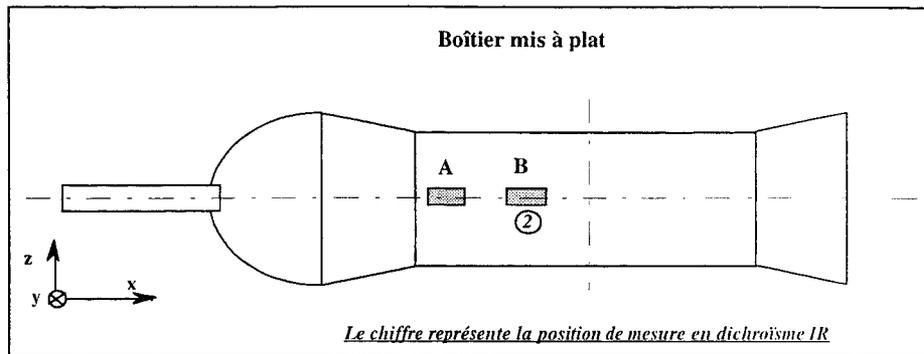


Fig 5.9 : Repérage des échantillons pour les mesures en DAI

Le traitement thermique est effectué de 30 à 100°C avec une rampe de chauffage de 5°C/min. La courbe représentative de la variation de l'écart de dilatation thermique entre les deux recuits en fonction de la température (figure 5.10) montre un plateau à partir d'une température de 60 à 70°C où la relaxation est totalement achevée. On s'impose alors une température de mesure de 80°C qui servira de base aux calculs des contraintes afin de s'assurer d'une relaxation totale de l'échantillon mesuré.

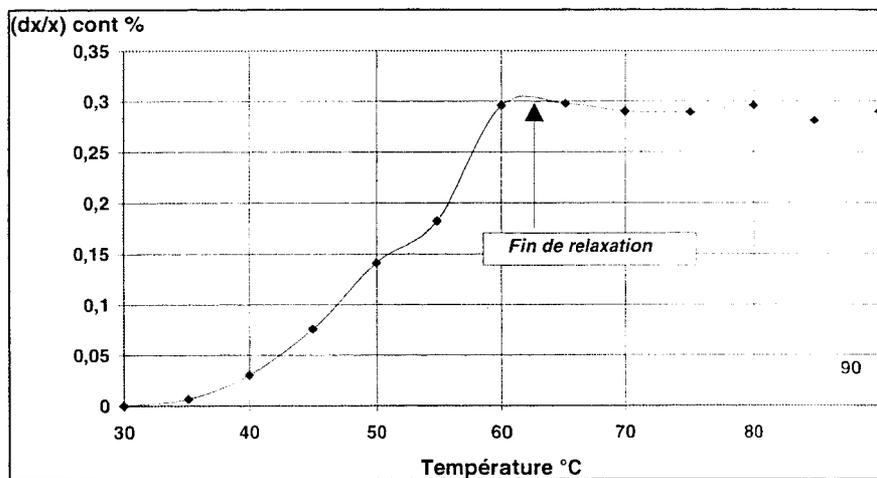


Fig 5.10 : Evolution de la déformation liée à l'action des contraintes  $(dx/x)_{cont}$  en fonction de la température.

Le module d'Young à cette température est tiré de données techniques du polypropylène, soit une valeur  $E_{90}$  de 350 Mpa [82], le coefficient de Poisson est fixé à 0,33 sur la base de résultats d'une étude antérieure [26]. La contrainte est calculée en supposant le matériau homogène, que les états de contrainte ne dépendent que du gradient thermique dans l'épaisseur, soit :

$$\sigma_{xx} = \frac{E}{1-\nu} \cdot \epsilon_{xx} \quad \{128\}$$

Le profil de contraintes de refroidissement est présenté sur la figure 5.11. On observe des contraintes de compression en peau et de tension à coeur avec des valeurs évoluant entre - 3 MPa et +2 MPa , ce qui reste en accord avec la littérature [113]. On note une certaine

dissymétrie de contrainte entre les deux parois de la pièce avec une contrainte compressive moins intense du côté de la matrice, ce qui révèle une cinétique différente dans le refroidissement de la pièce par rapport au plan moyen. Cette observation confirme les mesures géométriques expérimentales où l'on observe un défaut de planéité de l'ordre de 2,8 mm avec un boîtier incurvé vers la matrice. Le profil parabolique généralement rencontré dans la littérature lors de calculs de simulation n'apparaît pas dans ce cas. Il est perturbé par deux pics dont l'origine peut être attribuée aux orientations moléculaires et la structure cristalline qui influencent le module d'Young et le coefficient de Poisson comme le suggèrent certains auteurs [13,105].

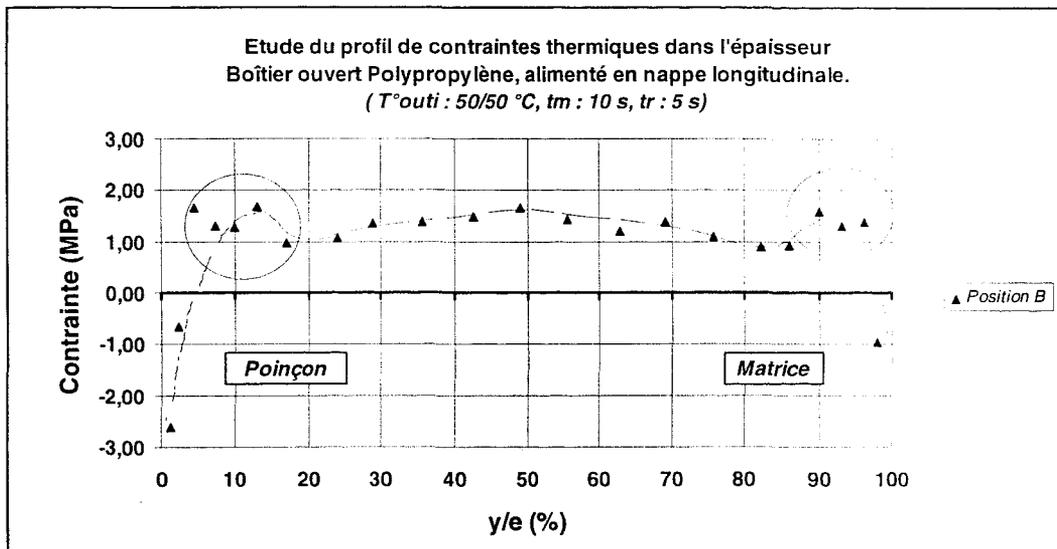


Fig 5.11 : Profil de contraintes internes de refroidissement pour une régulation thermique symétrique du moule à 50°C.

Pour en confirmer l'origine, il suffit de tracer le profil de dilatation thermique dans l'épaisseur de l'échantillon à partir des mesures de dilatation pure obtenues lors du second passage en traitement thermique des coupes microtomes lorsque les contraintes de refroidissement ont été relaxées (figure 5.12). On remarque alors un profil de dilatation thermique qui présente une zone de faible dilatation sous la peau (environ 8% de l'épaisseur), caractéristiques d'une organisation structurale prononcée, correspondant aux fortes orientations relevées en infra-rouge (§5.3.2). On relève également une dilatation élevée au centre de l'échantillon, zone où le matériau est isotrope.

La superposition du profil de répartition du taux de cristallinité dans l'épaisseur, mesuré par DSC sur des coupes microtomes de 25  $\mu\text{m}$ , montre qu'il n'existe pas un gradient important entre les deux demi épaisseurs avec un écart de l'ordre de 10 % entre le taux maximal et minimal. Il semble donc que l'orientation moléculaire soit dans ce cas particulier, le facteur prépondérant des propriétés dilatométriques.

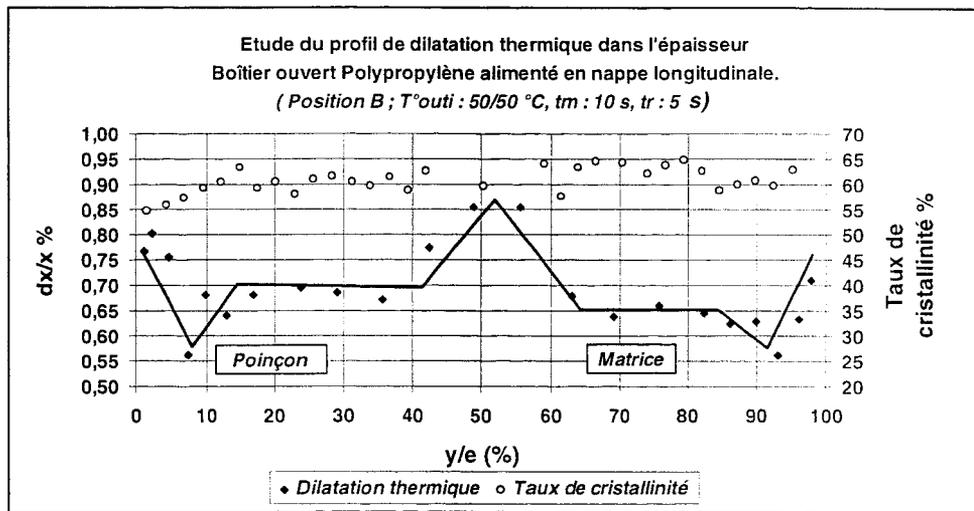


Fig 5.12 : Profil dilatométrique relevé à 80°C dans l'échantillon lors du second traitement, Profil de cristallinité dans l'épaisseur (mesures DSC).

Le profil de contraintes internes de refroidissement sur l'échantillon (A) placé à la jonction du plan supérieur de la pièce et du flanc latéral (figure 5.9), indique une évolution similaire à l'échantillon précédent (figure 5.13). On peut alors admettre en première approximation que la pièce est homogène, du moins en ce qui concerne son plan principal.

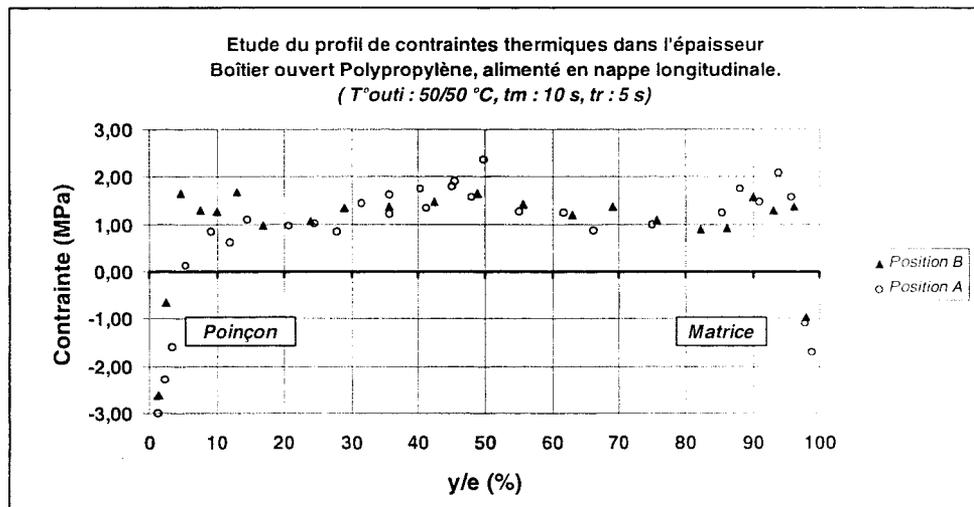


Fig 5.13 : Etude du profil de contraintes internes de refroidissement : influence d'un élément géométrique latéral.

### 5.3.2. Quantification de l'orientation moléculaire.

#### 5.3.2.1. Profil d'orientation dans les boîtiers injectés

Des échantillons de 10x6x2 mm sont prélevés le long de l'axe de symétrie de la pièce dans la direction de l'écoulement du polymère lors du remplissage de l'empreinte. Ces

positions de mesure correspondent respectivement au début du remplissage de l'empreinte ( $\approx 5\%$  de la pièce) lorsqu'un front d'avancée plat s'est établi, au 1/3 et 2/3 du remplissage sur le plan principal de la pièce, et enfin la fin de remplissage ( $\approx 95\%$ ). Le prélèvement sur l'axe de symétrie permet de rester dans une zone non perturbée par des effets de bord qui sont évalués à partir d'un prélèvement (n°3) situé à 10 mm du bord de la pièce à 50% du remplissage (figure 5.14).

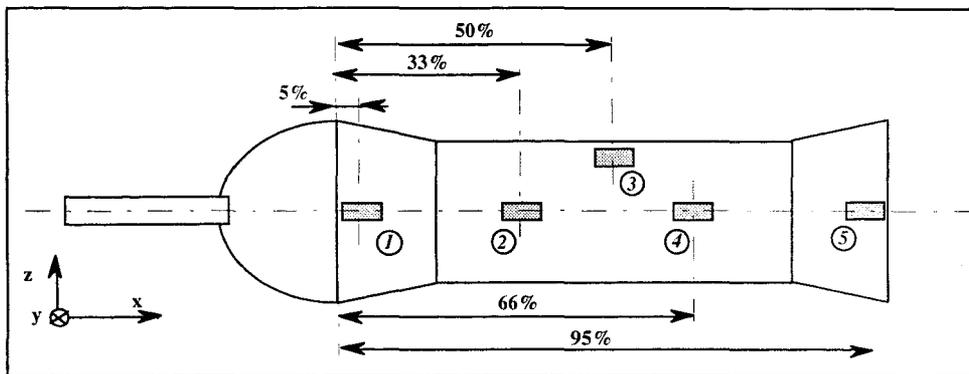


Fig 5.14 : Localisation des points de mesure de l'orientation moléculaire.

L'orientation moléculaire est obtenue par dichroïsme infra-rouge sur des coupes microtomes de  $20\mu\text{m}$  prélevées parallèlement au plan du boîtier selon la méthode présentée au chapitre 3. On choisit de s'intéresser à la bande cristalline caractéristique de la structure locale du polymère et dont on peut calculer la fonction d'orientation contrairement à la bande amorphe où l'angle  $\alpha$  que fait le moment dipolaire avec l'axe de la chaîne n'est pas connu.

La figure 5.15 représente le profil d'orientation de la bande cristalline ( $998\text{ cm}^{-1}$ ) à l'entrée de l'empreinte (position n°1). On reconnaît le profil type d'orientation dans l'épaisseur mis en évidence par de nombreux auteurs. Il se décompose en quatre zones caractéristiques comme le suggèrent MENGES et al [44] :

- ⇒ Une zone ❶ où l'orientation croît sous l'effet des contraintes de cisaillement et de l'effet fontaine engendrés par le remplissage de l'empreinte (environ 5% de l'épaisseur).
- ⇒ Une zone ❷ où l'orientation décroît rapidement, ce phénomène est généralement attribué à un effet de trempé dû à la pression de compactage qui déplace l'isotherme de cristallisation vers le centre de la pièce (augmentation de la température de cristallisation de  $47^\circ\text{C}$  pour une variation de 100 MPa), en figeant l'orientation en cours de relaxation après l'écoulement [134].
- ⇒ Une zone ❸ où l'orientation augmente sous l'effet de la pression de maintien [44].

⇒ Une zone ④ où l'effet de relaxation est prépondérant, l'orientation décroît rapidement pour conduire à un matériau quasi-isotrope.

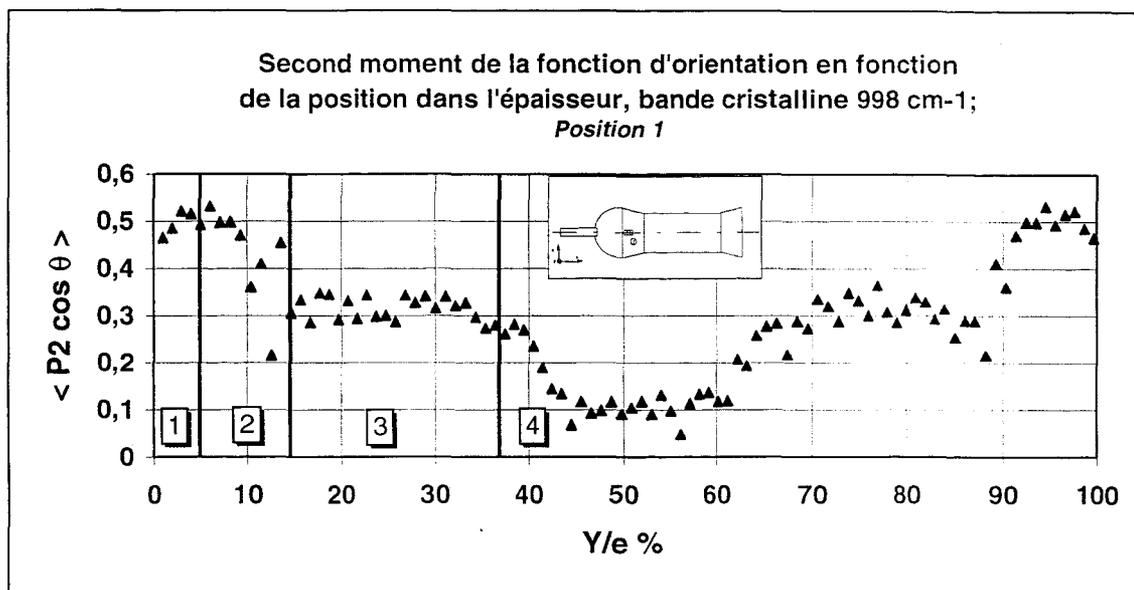


Fig 5.15 : Profil d'orientation de la bande cristalline à l'entrée de l'empreinte  
Boîtier ouvert alimenté en nappe longitudinale

Si on s'intéresse à l'évolution du profil d'orientation suivant l'axe d'écoulement pour chaque zone caractéristique, on remarque (figure 5.16) :

⇒ une diminution assez nette de la zone affectée au post-remplissage (**zone 3 : 20% et 80%**), traduisant ainsi une baisse de rendement dans la transmission de la pression dans la pièce.

⇒ Les orientations de la zone de peau (**zone 1 : 1% et 99%**) diminuent rapidement pour atteindre un palier à partir du tiers du parcours, qui correspond à la stabilisation de la vitesse du front de matière (Cf tab 5.1 p175).

⇒ Le pic d'orientation de la zone sous-peau (**zone 2 : 5% et 95%**) reste constant, seule une diminution significative est enregistrée en fin de remplissage où les effets de bords induits par le compactage semblent influencer une réorientation transverse.

⇒ La zone de coeur présente une orientation quasi constante où le matériau ne montre pas une organisation particulière et donc proche de l'isotropie.

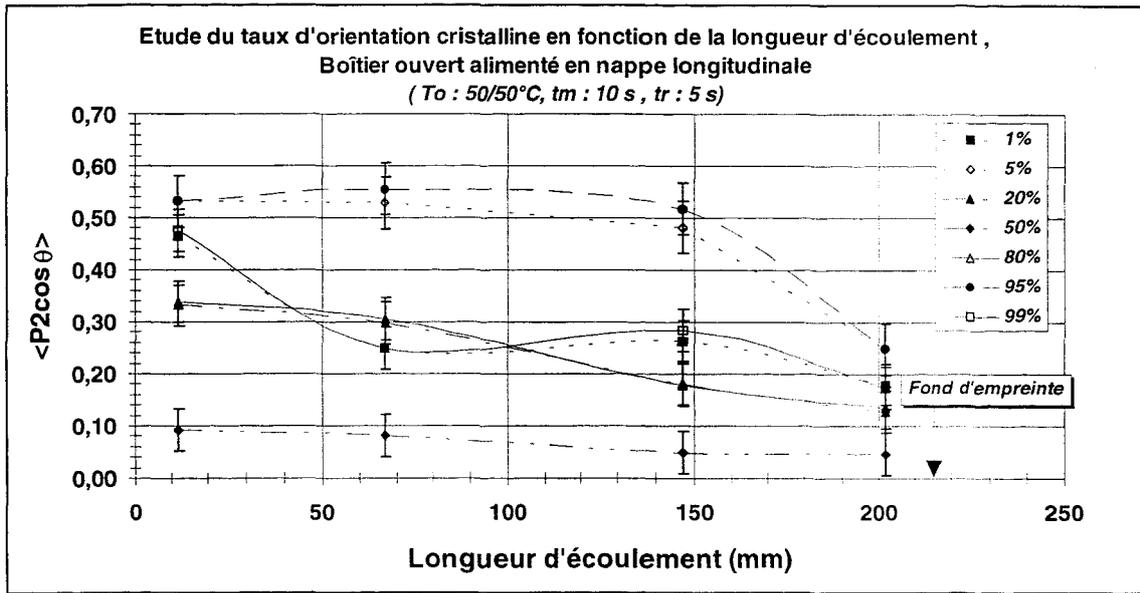


Fig 5.16 : Etude de l'orientation moléculaire en fonction de la longueur d'écoulement pour 1%, 5%, 20%, 50%, 80%, 95% et 99% de l'épaisseur de la pièce.

Les effets de bord sont estimés à partir de mesures d'orientations d'un échantillon prélevé sur le plan supérieur de la pièce à mi-parcours d'écoulement (échantillon n°3 fig 5.14). On relève une diminution générale du taux d'orientation, l'orientation moléculaire tend à devenir perpendiculaire à la direction de l'écoulement au centre de la pièce ( $\langle P_2 \cos \theta \rangle = -0,5$  pour une orientation parfaitement perpendiculaire) comme le montre la figure 5.17.

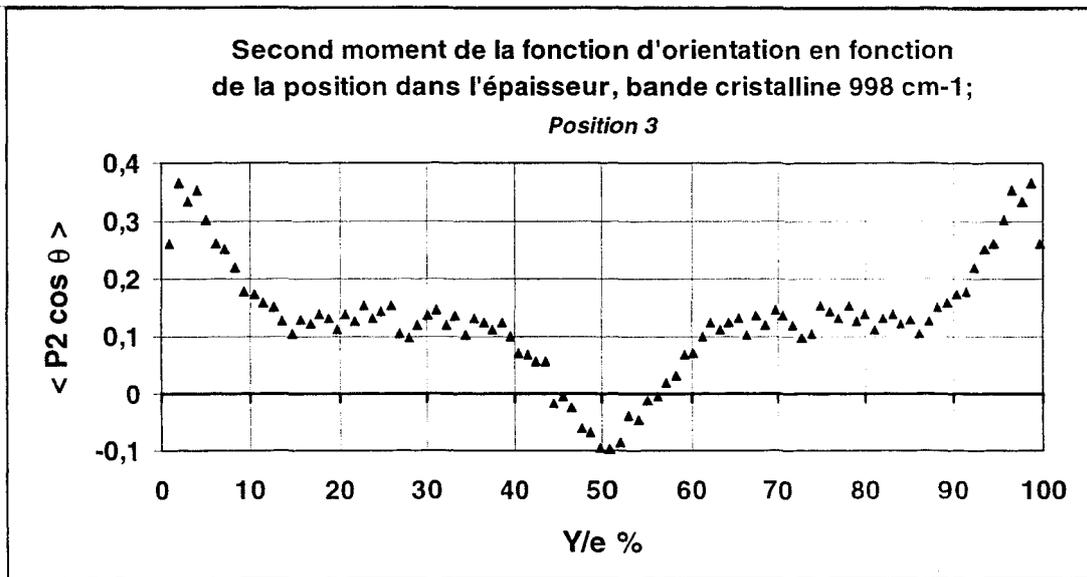


Fig 5.17 : Profil d'orientation de la bande cristalline en bord de pièce Boîtier ouvert alimenté en nappe longitudinale.

Nous pouvons expliquer cette particularité en remarquant que l'échantillon n°3 est localisé dans un système divergent créé par les refroidissements intenses en arrière du front à

partir des deux parois actives où évolue l'écoulement. L'orientation moléculaire est alors tangentielle au front d'écoulement [44,47]. En surface, les cisaillements intenses apportés par la superposition des gradients de vitesses, dans l'épaisseur et dans la largeur (figure 5.18), induisent une orientation préférentielle dans le sens de l'écoulement. A coeur, les faibles gradients limitent l'orientation de la macromolécule. La solidification rapide sur les bords fige cet état d'orientation initial.

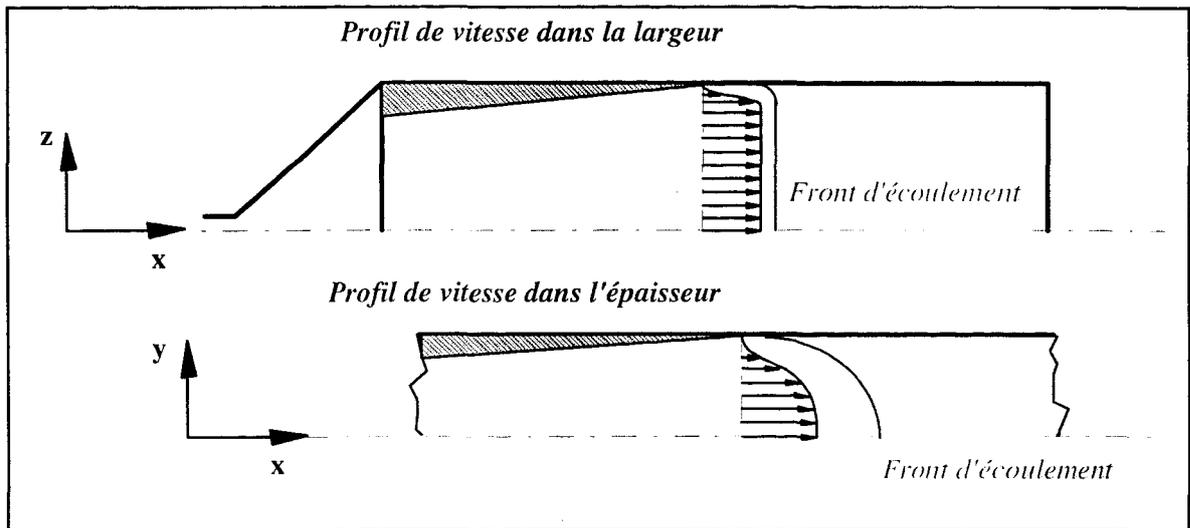


Fig 5.18 : Champs de vitesses dans la plaque lors du remplissage.

### 5.3.2.2. Approche théorique de l'orientation moléculaire dans le boîtier

Il s'agit de confirmer, en tendance, l'évolution de l'orientation moléculaire mis en évidence expérimentalement (cf fig 5.16). L'étude bibliographique a montré que l'orientation moléculaire découle directement de la différence de profil de vitesse entre l'arrière du front et le front (manifestation de l'effet fontaine), qu'elle peut être caractérisée par la première différence de contraintes normales et qu'elle dépend du couplage entre la vitesse de refroidissement (évolution de l'épaisseur de couche solidifiée) et de la vitesse de cisaillement à l'interface solide-liquide [49]. On se propose donc, de calculer l'évolution et la répartition des contraintes d'orientation générées par l'écoulement du polymère supposé viscoélastique et en loi puissance.

Les enregistrements de pression, pendant le cycle d'injection du boîtier, permettent de déterminer les temps de passage du front de matière devant les différents capteurs et d'en déduire l'évolution des débits locaux au front d'écoulement (figure 5.19 et tableau 5.1).

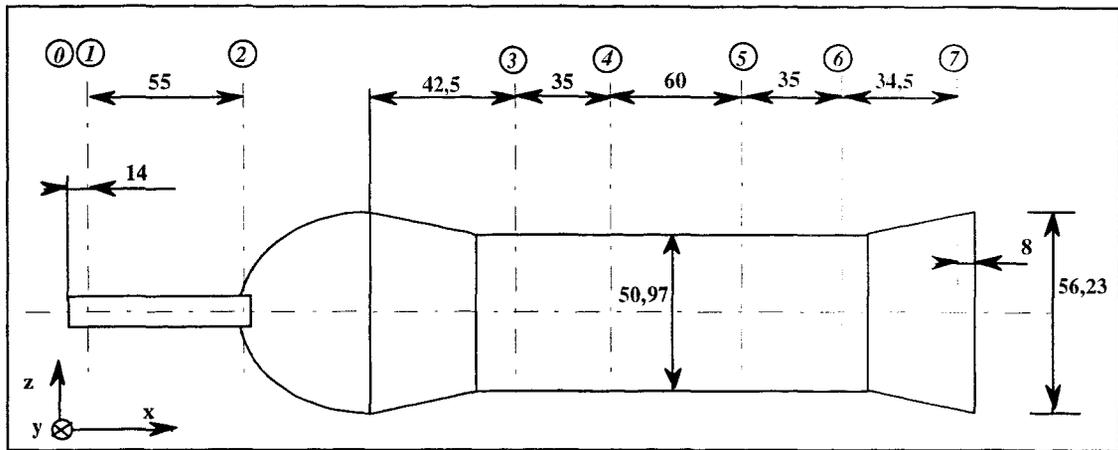


Fig 5.19 : Décomposition schématique du boîtier à alimentation en nappe en éléments de volume pour l'estimation des temps de passage du front de matière devant les capteurs et du débit local au front.

Indices	Volume local cm <sup>3</sup>	Temps Sec	Débit volumique local cm <sup>3</sup> /sec	Vitesse moyenne locale cm/sec
0-1	0,7073	0,247	2,850	
1-2	2,764	0,154	17,950	
2-3	8,655	0,319	27,133	25,645
3-4	3,568	0,150	23,786	23,320
4-5	6,117	0,254	24,080	23,620
5-6	3,568	0,148	24,100	23,640
6-7	3,598	0,147	24,480	23,950

Tab 5.1 : Evolution des débits locaux et vitesses locales au front de matière pendant le remplissage.

L'évolution de l'épaisseur de la gaine solide, en regard des différents points de mesure de pression, est estimée à partir du modèle de DIETZ et al [50], avec les mêmes hypothèses (écoulement stationnaire et isotherme, isolé des parois froides du moule par une gaine solide d'épaisseur  $\delta$ ) :

$$\delta(t) \approx 1,9 \cdot \left( \frac{T_c - T_w}{T_m - T_w} \right) \cdot \sqrt{a \cdot t_c} \quad \{129\}$$

Avec  $T_c$  : température de cristallisation

$T_w$  : température du moule

$T_m$  : température matière

$a$  : diffusivité thermique

$t_c$  : temps de contact entre le polymère et la paroi du moule égal à la différence entre le temps de remplissage et le temps de passage du front d'écoulement.

L'application numérique correspond au cas expérimental choisi, soit :

$$T_c = 108^\circ\text{C}$$

$$T_w = 57^\circ\text{C}$$

$$T_m = 223,7^\circ\text{C}$$

$$a = 1,3 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2/\text{s}$$

Elle conduit à l'évolution de l'épaisseur de la gaine solide en fonction du temps de contact du polymère/moule. On calcule des épaisseurs de gaine solide variant de 0,017 mm à 0,025 mm entre le passage du front au point ③ (figure 5.19) et la fin de remplissage. La résolution du problème thermique par le système d'équations {118 à 123} conduit quant à lui à une épaisseur de gaine solide de 0,030 (figure 5.20) ; elle est déterminée sur un critère de température, à savoir qu'appartiennent à la gaine solide tous les points dont la température calculée est inférieure à la température de cristallisation.

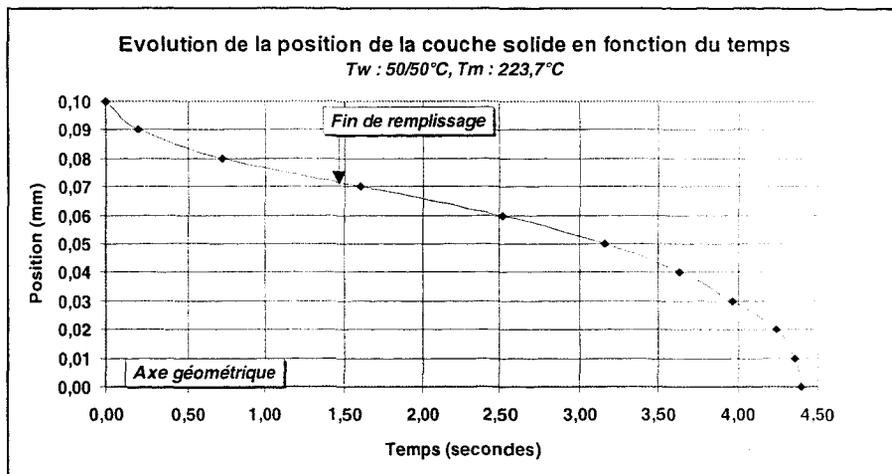


Fig 5.20 : Evolution de la gaine solide en fonction du temps de contact polymère/moule.

Connaissant l'évolution spatiale et temporelle de l'épaisseur de la gaine solide, on peut calculer celle du profil de vitesse dans la veine fluide en supposant le polymère viscoélastique et pseudoplastique (cf annexe I)

$$u(x, y) = \langle V \rangle \cdot \left( \frac{h}{h - 2\delta} \right) \cdot \frac{2m + 1}{m + 1} \cdot \left[ 1 - \left( \frac{2y}{h - 2\delta} \right)^{\frac{m+1}{m}} \right] \quad \{130\}$$

où la vitesse moyenne au front  $\langle V \rangle = \left( \frac{\Delta P}{KL} \right)^{1/m} \frac{m}{2m + 1} \left( \frac{h}{2} \right)^{\frac{m+1}{m}} \quad \{131\}$

Cette évolution au point ③ (figure 5.19) est présentée sur la figure 5.21. On note une composante négative à l'interface solide-liquide qui correspond au fait que l'on considère l'écoulement stationnaire dans lequel les parois se déplacent en sens contraire à celui du polymère à une vitesse équivalente à la vitesse moyenne du front de matière [80].

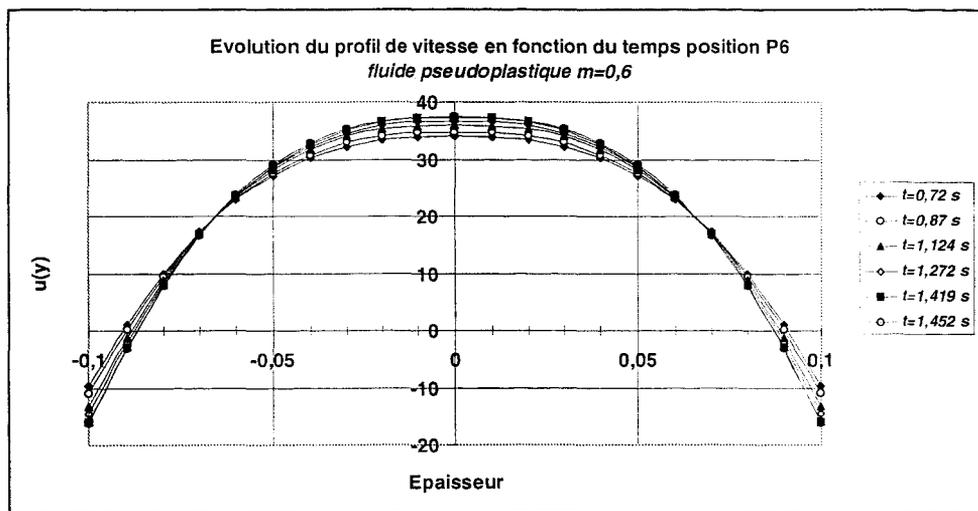


Fig 5.21 : Evolution du champ de vitesses au point ③ (fig 5.19) au cours du remplissage.

Le gradient de vitesse s'obtient en dérivant l'expression du champ de vitesses {130} par rapport à l'épaisseur :

$$\dot{\gamma}(y) = \frac{\partial u}{\partial y} = -\langle V \rangle \frac{2m+1}{m} \left( \frac{H}{H-2\delta} \right) \left( \frac{2}{H-2\delta} \right)^{\frac{m+1}{m}} (y)^{1/m} \quad \{132\}$$

On peut alors calculer les contraintes de cisaillement  $\tau_{12}$  et la première différence de contraintes normales  $N_1$  qui s'expriment par :

$$\tau_{12} = K \left( \frac{\partial u}{\partial y} \right)^m \quad \{133\}$$

$$N_1 = \sigma_{11} - \sigma_{22} = 2\theta K \left( \frac{\partial u}{\partial y} \right)^{m+1} \quad \{134\}$$

où  $\theta$  est le temps de relaxation

$K$  étant la consistance du polymère obtenu expérimentalement à partir de mesures rhéologiques en rhéomètre capillaire :

$$K = 95903 * \exp(-0,01208 * T) \quad \{135\}$$

$\theta$  est également déterminé expérimentalement par des mesures rhéologiques sur filières plates [133], qui donnent pour un gradient de  $10^3 \text{ s}^{-1}$ ,  $\theta = 0,02 \text{ s}$ .

La figure 5.22 présente l'évolution calculée de la première différence de contraintes normales dans l'épaisseur de la pièce en fonction du temps de remplissage, en d'autres termes en fonction de la longueur d'écoulement.

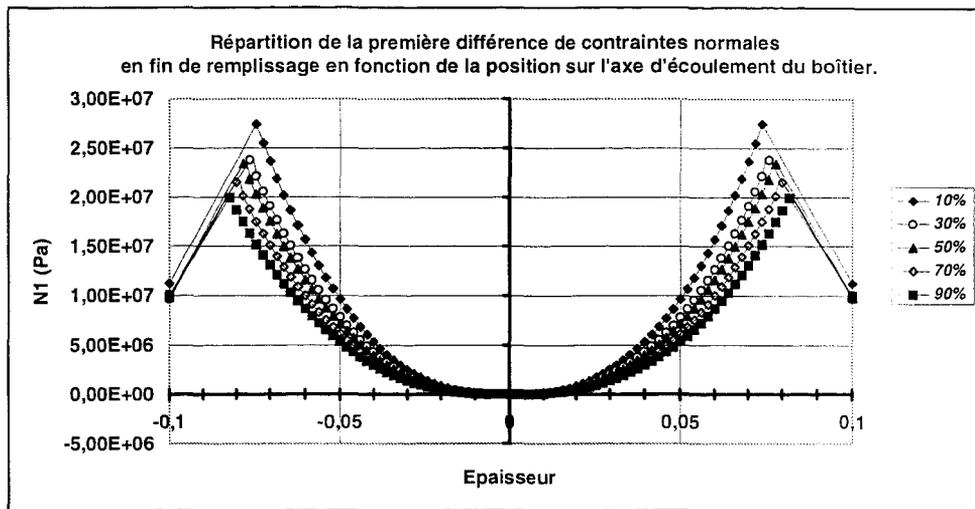


Fig 5.22 : Répartition des contraintes N1 en fin de remplissage le long de l'axe d'écoulement à 10%, 30%, 50%, 70% et 90% de la longueur totale d'écoulement.

L'ordre de grandeur d'une dizaine de MPa reste en accord avec la littérature [16,19], bien que l'épaisseur de la couche solide soit ici surestimée par rapport aux mesures expérimentales. Le calcul met en évidence le déplacement du maximum de contraintes normales vers l'axe du plan moyen de la même manière que sur les mesures d'orientation (figure 5.23).

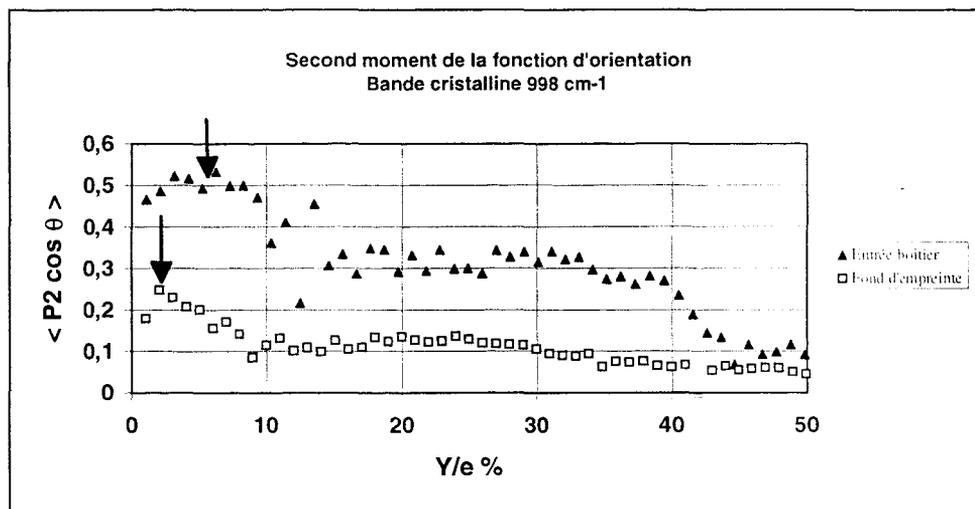


Fig 5.23 : Orientation moléculaire entre l'entrée et le fond de la pièce mesurée par dichroïsme IR.

Il révèle également une diminution de contraintes normales, par conséquent de l'orientation moléculaire, lorsque l'on s'éloigne du seuil d'injection. On remarque, comme pour les mesures expérimentales (cf fig 5.16), une diminution de la première différence de contraintes normales en paroi qui atteint un palier au tiers du parcours, une décroissance du maximum de N1 en fin de remplissage (figure 5.24).

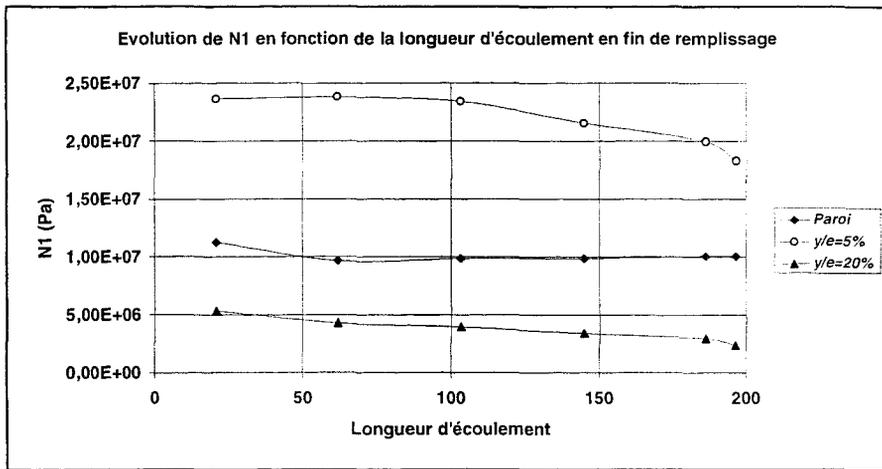


Fig 5.24 : Evolution de la première différence de contraintes normales N1 en fonction de la longueur d'écoulement et de l'épaisseur.

Cette approche simplifiée ne prend en compte ni la phase de maintien ni les effets de relaxation qui interviennent après le remplissage de la pièce comme l'ont effectué K.K. KABAMI et al pour l'étude des contraintes résiduelles dans une plaque injectée [16] où ils montrent une baisse des niveaux de contraintes d'environ une décade à la fin de la relaxation comme l'indique la figure 5.25. On peut néanmoins conclure qu'un modèle simple donne une bonne approche de l'orientation moléculaire et peut donc servir de base à un calcul informatisé du moins pour une évaluation qualitative de l'orientation moléculaire.

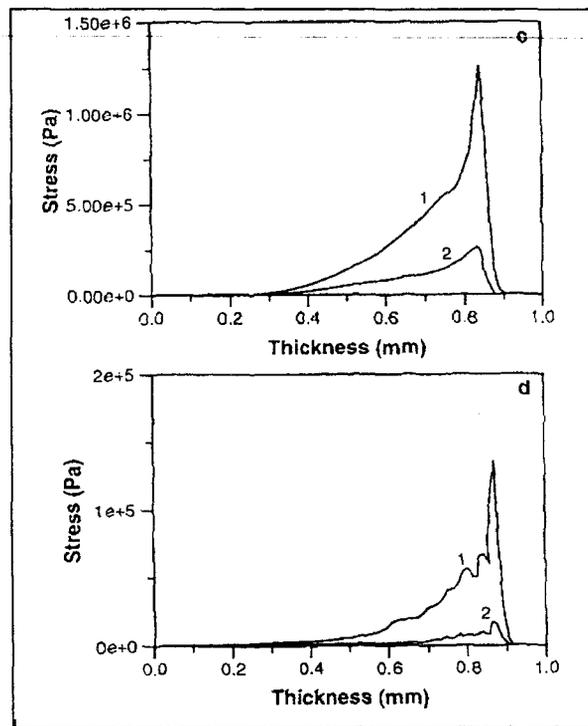


Fig 5.25 : Contraintes d'écoulement (1) normales, (2) cisaillement, pour une plaque à la fin du remplissage (c) et à la fin de la relaxation (d) ; calculs résultants d'un profil de température [16].  
(résultat sur une 1/2 épaisseur, l'axe de la pièce est représenté par l'abscisse 0.0) .

5.3.2.3. Influence d'une dissymétrie thermique de refroidissement

La dissymétrie de régulation thermique de l'outillage à 10°C/60°C aux conditions opératoires identiques, ne modifie pas en valeurs absolues les niveaux d'orientations moléculaires comme l'indique la figure 5.26. La position de la zone centrale où le matériau est quasi isotrope évolue avec l'amplitude thermique appliquée aux parois en se déplaçant du côté chaud. On note également une diminution de l'orientation de surface du côté de la paroi froide de l'outillage, dont on peut attribuer l'origine à un abaissement du taux de cristallinité provoqué par un effet de trempe de la paroi froide induisant un amincissement des lamelles cristallines. Cette hypothèse se confirme par des mesures du taux de cristallinité réalisées en DSC puisque l'on relève une différence de l'ordre de 7 % de taux de cristallinité entre les deux faces de la pièce comme le montre la figure 5.27.

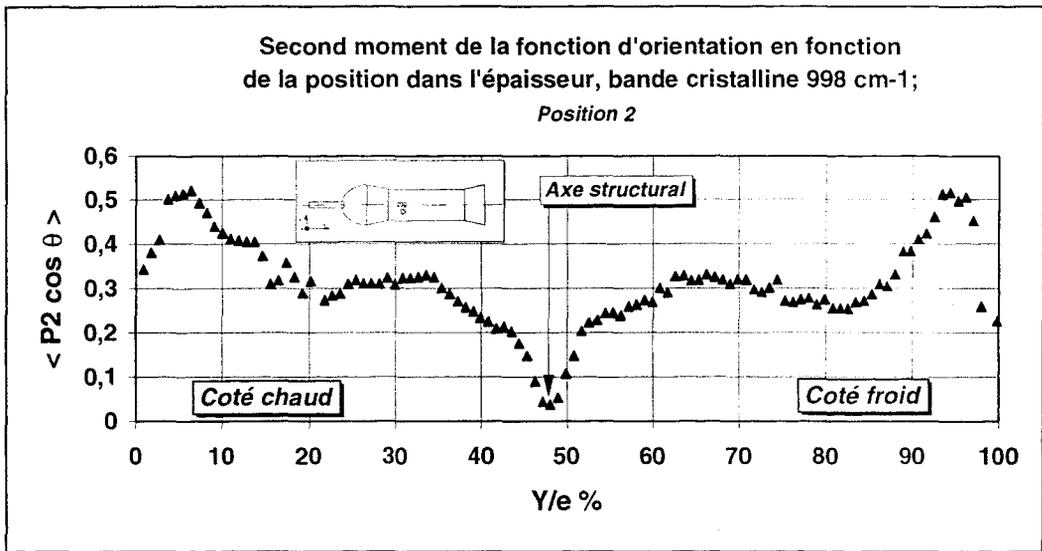


Fig 5.26 : Influence d'une dissymétrie thermique sur le profil d'orientation.

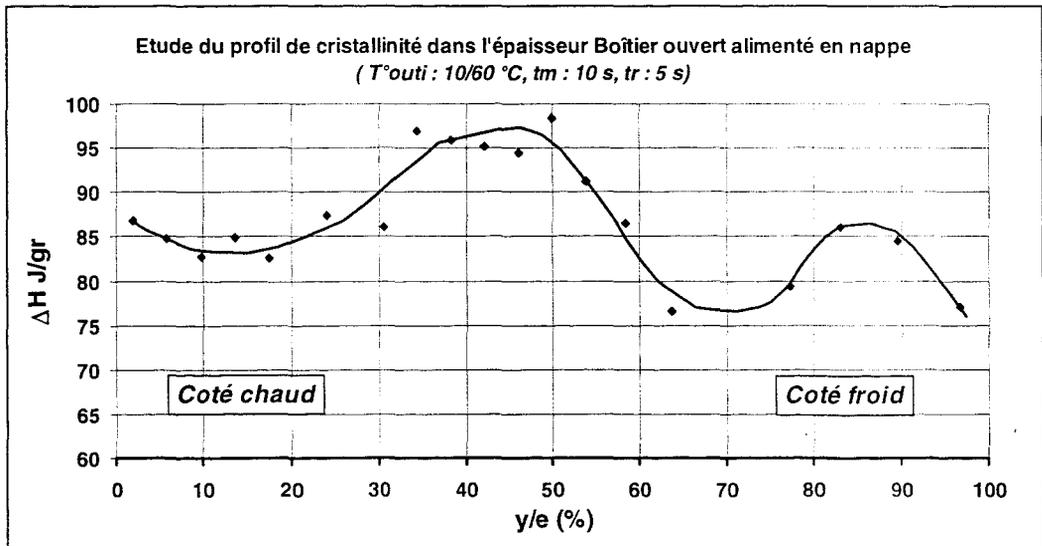


Fig 5.27 : Etude du profil de cristallinité dans l'épaisseur.

Les observations réalisées en microscopie optique sur une coupe microtome transverse (figure 5.28) confirment les résultats obtenus par dichroïsme infra-rouge. On observe en effet un déplacement de l'axe structural de 2% par rapport à l'axe moyen de la pièce. Cette zone non orientée est matérialisée par une ligne de couleur sombre représentant environ 20% de l'épaisseur de l'échantillon, ce qui correspond sensiblement à l'amplitude de la décroissance sur la courbe de profil d'orientation de la *figure 5.26*. Nous pouvons la décomposer en deux secteurs : une ligne "noire" déjà décrite par P DELBARRE [26] lors de l'étude de l'orientation dans des disques injectés, d'environ 8% de large, où le matériau est quasi-isotrope et un secteur de teinte plus nuancée représentant la baisse d'orientation. On note par ailleurs deux bandes claires d'environ 4 à 5% de large matérialisant la zone d'orientation maximale que l'on distingue sur les bords de la coupe.

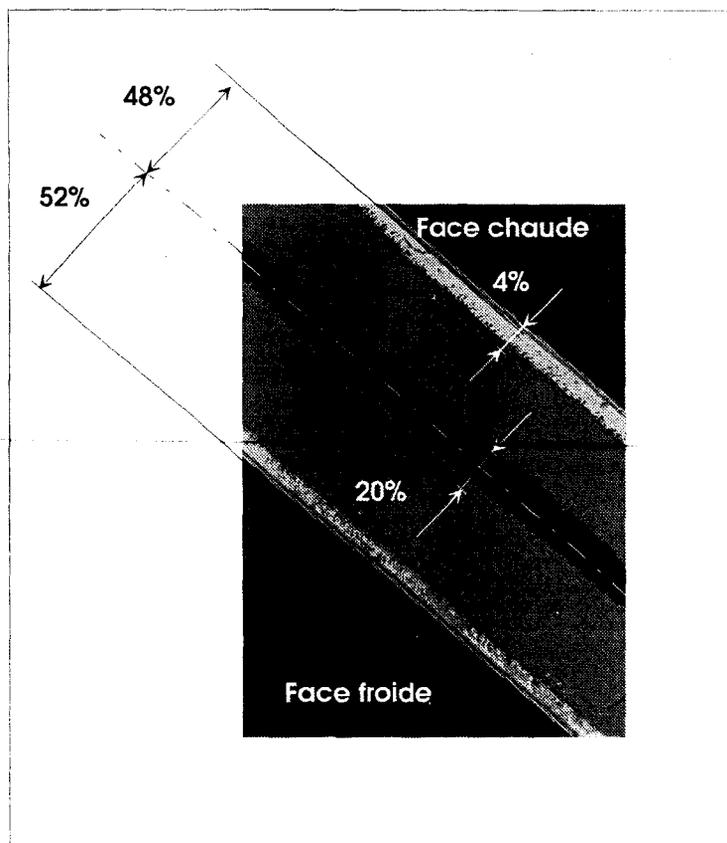


Fig 5.28 : Etude de la dissymétrie de structure sur coupe microtome

En conclusion, les fonctions d'orientation confirment une dissymétrie de structure de la pièce par rapport au plan moyen. Elles caractérisent un état d'entropie figée qui sera responsable d'une hétérogénéité locale des propriétés du polymère dans l'épaisseur (de la rigidité et du coefficient de dilatation linéaire). Elle sera susceptible d'affecter indirectement les niveaux de contraintes locales d'origine thermique et d'induire une déformation exclusivement liée à la dissymétrie des propriétés du polymère par rapport au plan moyen de la pièce.

**5.3.3. Incidence de la structure locale sur les propriétés du polymère**

Les mesures d'orientation moléculaire et de dilatation thermique désignent le boîtier comme un matériau anisotrope et hétérogène dont la structure locale tend à influencer les niveaux de contraintes internes de refroidissement dans l'épaisseur. En d'autres termes, il existe donc un effet couplé entre la structure locale dirigée par les orientations moléculaires et les tensions internes de refroidissement qui va directement influencer la géométrie globale de la pièce. Pour étudier ce couplage, on se doit de séparer les effets des différents facteurs pour connaître leur niveau d'influence sur la déformation.

**5.3.3.1. Etude de la rigidité locale du polymère**

Du point de vue de la structure, nous sommes en présence d'un matériau multicouche de rigidité locale variable selon le taux d'orientation de la couche. On peut ainsi décomposer la pièce en cinq couches principales :

⇒ 2 couches de peau fortement orientées, de rigidité élevée, représentant environ 10% chacune de l'épaisseur totale de la pièce.

⇒ 1 couche de coeur faiblement orientée, de faible rigidité, couvrant 15 à 20% de l'épaisseur.

⇒ 2 couches intermédiaires d'orientation moyenne.

Pour déterminer les rigidités locales, on réalise des essais de flexion 3 points sur des éprouvettes prélevées sur les boîtiers afin d'obtenir un spectre d'orientations moléculaires aussi large que possible. On dispose alors d'échantillons dont le second moment de la fonction de distribution des orientations  $\langle P_2 \cos^2 \theta \rangle$  couvre une plage de 0,1 à 0,6 selon la position du prélèvement sur la pièce (cf fig 5.16). On peut ensuite par polissage supprimer les différentes couches d'orientation et d'épaisseur connues, les essais mécaniques donnant le module moyen global, on accède alors au module de chaque couche grâce à une méthode de calcul utilisée pour des matériaux "sandwich". Un échantillon prélevé en fond d'empreinte où la couche faiblement orientée couvre 80% de l'épaisseur, sert à l'évaluation du module moyen pour  $\langle P_2 \cos^2 \theta \rangle = 0,1$  en éliminant par polissage les deux zones de peau orientée à 0,3.

Le calcul des modules locaux se base sur l'hypothèse que le rayon de courbure  $R$  induit par la déformation, reste identique pour les toutes les couches de l'échantillon. On peut alors écrire que le moment total  $M$  est égal à la somme des moments dans chaque couche, ce qui revient à dire que la rigidité globale est égale à la somme des rigidités locales. Par convention on se réfère généralement au module d'Young moyen estimé en traction, dans ce cas le module équivalent moyen se définirait par la relation {136} pour un matériau tri couches représenté sur la figure 5.29, chaque couche étant isotrope et homogène:

$$\bar{E}_g = \frac{[E_1 \cdot e_1 + E_2 \cdot (e_2 - e_1)]}{e_2} \quad \{136\}$$

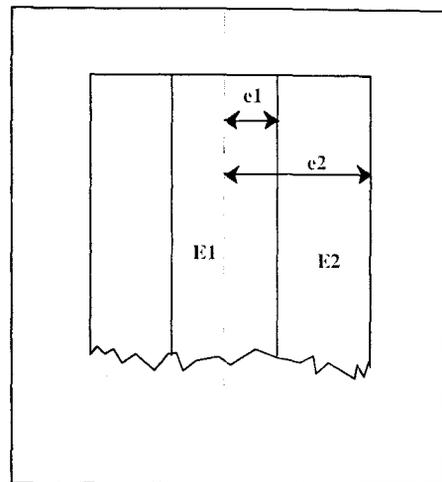


Fig 5.29 : Matériau sandwich tri couches

Les résultats des essais mécaniques de flexion sont repertoriés dans le tableau 5.2 pour l'évaluation du module équivalent moyen des échantillons, le tableau 5.3 reprenant les résultats des calculs des modules locaux de chaque couche.

Nombre de couches	Plage d'orientation	Module MPa	Moyenne	Ecart type
1	0,1	1425	1386	41
		1390		
		1343		
3	0,1 - 0,3	1533	1553	18
		1569		
		1558		
5	0,1 - 0,3 - 0,6	1652	1639	
		1626		

Tab 5.2 : Résultats expérimentaux des essais de flexion sur échantillons orientés.

Orientation moyenne	Module d'Young MPa
0.1	1386
0.3	1557
0.5	1662
0.6	1734

Tab 5.3 : Résultats des calculs des modules locaux.

A partir des données expérimentales, on trace la courbe représentant l'évolution du module d'Young en fonction de l'orientation moléculaire du matériau comme le représente la

figure 5.30, la valeur mesurée pour un matériau non orienté provient d'essais de flexion réalisés sur une plaque polypropylène moulée par compression [69].

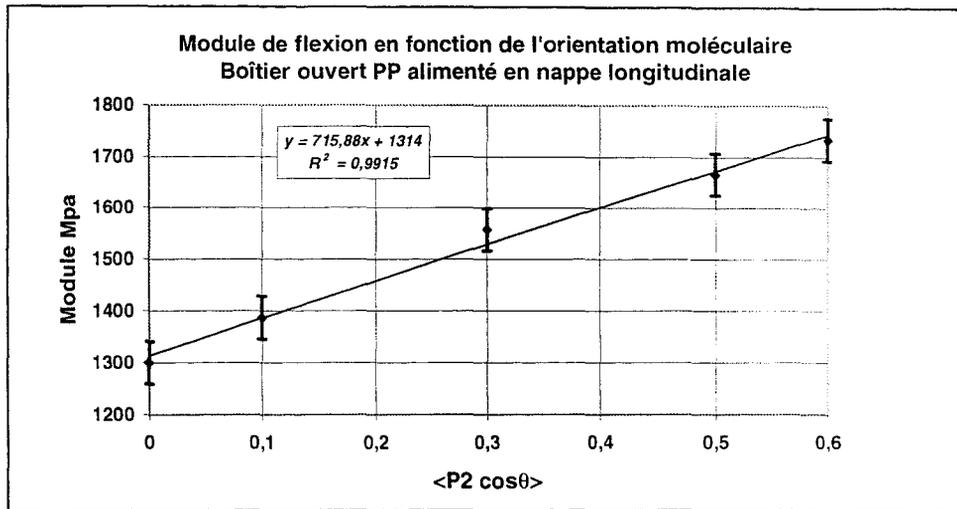


Fig 5.30 : Evolution du module de flexion en fonction de l'orientation moléculaire.

On remarque une progression linéaire du module avec le taux d'orientation dans la gamme d'orientations observée. Ces résultats confirment tout à fait les observations réalisées sur un film polypropylène étiré, comme l'indique la figure 5.31 [68].

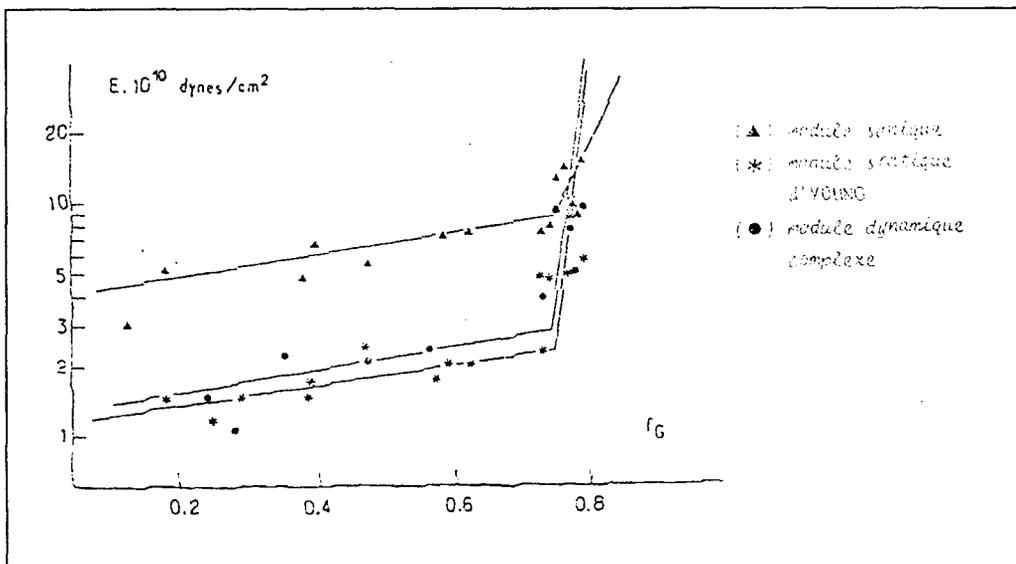


Fig 5.31 : Variation du module d'un polypropylène étiré en fonction de la fonction d'orientation générale d'après [68].

### 5.3.3.2. Etude des propriétés dilatométriques locales

Pour compléter cette approche, on s'intéresse à l'évolution du coefficient de dilatation linéaire en fonction de l'orientation moléculaire afin que l'ensemble de ces résultats puisse

servir à caractériser entièrement les propriétés locales du polymère et à calculer les déformées des pièces. Cette évaluation des propriétés est obtenue à partir des mesures de dilatation thermique effectuées en DAI lors du second passage en traitement thermique sur des coupes microtomes.

On dispose donc de la courbe de répartition dans l'épaisseur des déformations dues à la dilatation de l'échantillon, caractérisée par la figure 5.12. Le calcul du coefficient de dilatation thermique linéaire est réalisé entre 30°C et 80°C, soit par exemple pour une déformation  $dx/x$  de 0,75 %, on obtient un coefficient de :

$$\alpha = \frac{0,75}{100} \cdot \frac{1}{\Delta T} = 1,54 \cdot 10^{-4} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1} \quad \{137\}$$

Cette valeur est tout à fait cohérente vis à vis de celles présentées dans la littérature pour le polypropylène [130]. On connaît la distribution des orientations moléculaires dans l'épaisseur, par superposition, on obtient alors une corrélation entre le coefficient de dilatation thermique linéaire local mesuré dans la direction de l'orientation et l'orientation moléculaire locale (figure 5.32).

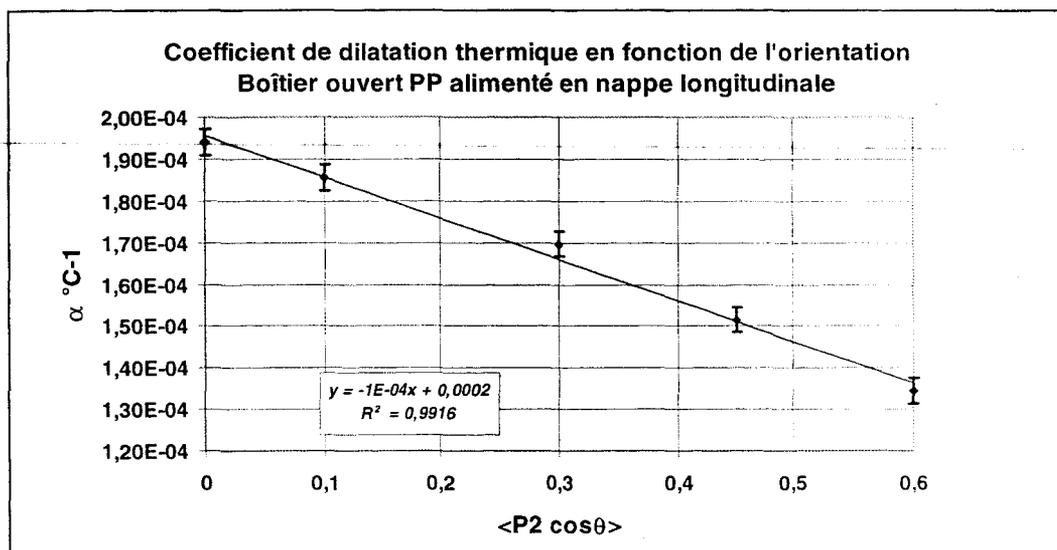


Fig 5.32 : Distribution du coefficient de dilatation thermique linéaire entre 30°C et 80°C, mesuré dans la direction de l'orientation en fonction de l'orientation moléculaire pour le polypropylène 3050MN1.

Connaissant dès lors les propriétés locales du polymère dans l'épaisseur, la répartition des orientations moléculaires et la répartition des contraintes internes de refroidissement dans l'épaisseur, on peut étudier maintenant l'effet couplé de la structure locale et des tensions internes locales et mesurer son incidence sur la déformation globale du boîtier.

5.3.4. Influence du couplage des orientations et des contraintes de refroidissement

5.3.4.1. Incidence du gradient de structure sur la flèche

Les mesures locales sur le polymère ont montré l'existence d'un gradient de structure influencé par les orientations moléculaires et par la cristallinité, qui influence le profil de contraintes internes de refroidissement par les propriétés locales qu'il induit. On va poser l'hypothèse que l'on dispose d'un matériau multicouche constitué de cinq couches élémentaires, chacune homogène et définie par sa rigidité et son coefficient de dilatation thermique linéaire. On considère la pièce réduite à son plan principal (sans les flancs latéraux), on s'intéresse dans un premier temps au cas d'un boîtier moulé avec une symétrie de refroidissement. Dans ce cas, le système peut être schématisé de la façon suivante :

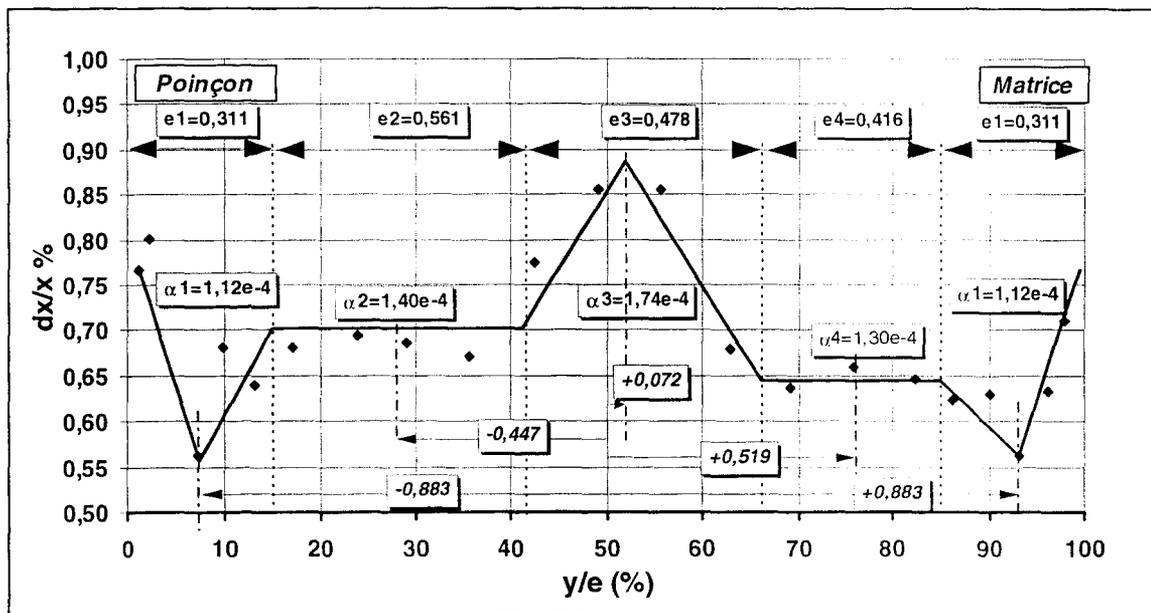


Fig 5.33 : Définition du multicouche pour les données du calcul.

Si le gradient de structure est dissymétrique par rapport au plan moyen de la pièce, il induira une courbure qui résulte de la dimension de chaque couche élémentaire à la température de référence. Par conséquent, si une variation de cette température est appliquée à la structure multicouche, elle modifiera les déformations locales et à fortiori la déformation globale de la pièce. On propose d'effectuer une vérification expérimentale en étudiant la variation de la flèche en fonction de la température du matériau multicouche incluant l'ensemble des contraintes de refroidissement. Le dispositif expérimental est simple, la pièce est constituée du plan principal de dimensions 125x50,97x2mm qui repose sur deux appuis. La flèche est mesurée par un capteur de position à transformateur différentiel de type IFELEC L50 placé au centre du plan (figure 5.34). L'ensemble est placé dans une enceinte thermique ventilée à une température de 40°C puis 50°C qui est la température limite au delà de laquelle

s'opère la relaxation des contraintes de refroidissement (cf fig5.10), une mesure à une température de  $-20^{\circ}\text{C}$  est effectuée après un séjour de 5 heures au froid de la pièce.

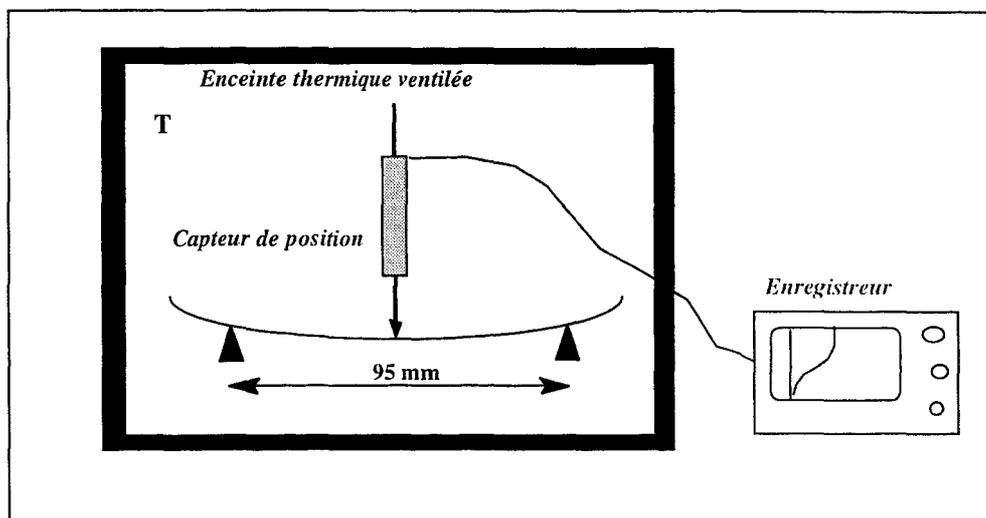


Fig 5.34 : Dispositif expérimental de mesure de flèche en température

Le résultat de la mesure montre que la courbure donc la structure répond à une variation de la température. Le retour à la déformation initiale lorsque l'on revient à la température de référence ( $23^{\circ}\text{C}$ ) indique la réversibilité du système (figure 5.35).

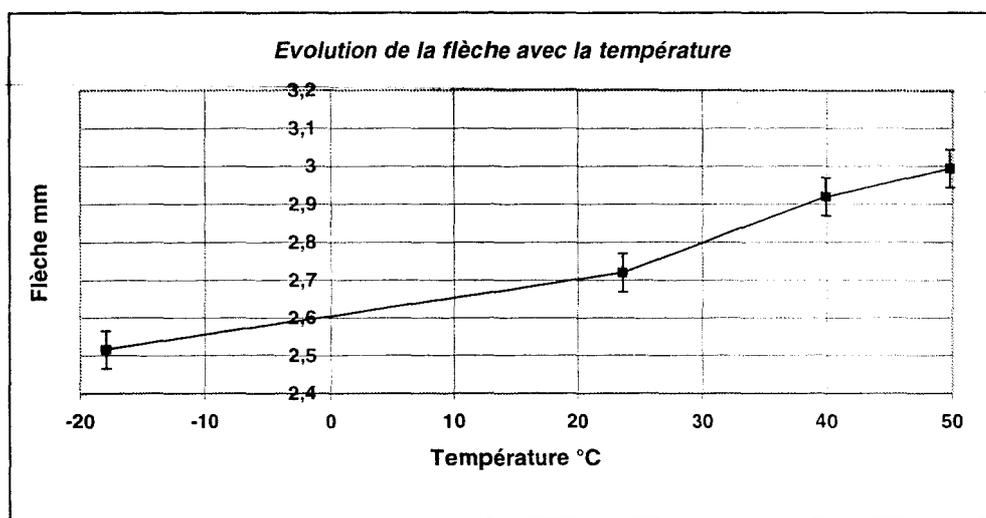


Fig 5.35 : Variation de la flèche en fonction de la température.

Cette expérience confirme que la structure multicouche a une part active dans la déformation de la pièce. On peut concrétiser ce comportement par un calcul de déformation du matériau multicouche. Les données nécessaires sont celles présentées sur la figure 5.33. Sur la base de mesures expérimentales, on considérera en première approximation que les modules locaux sont constants dans la plage de température du calcul [82] (figure 5.36), et par

conséquent on supposera que les coefficients de dilatation thermique linéaire locaux le sont aussi.

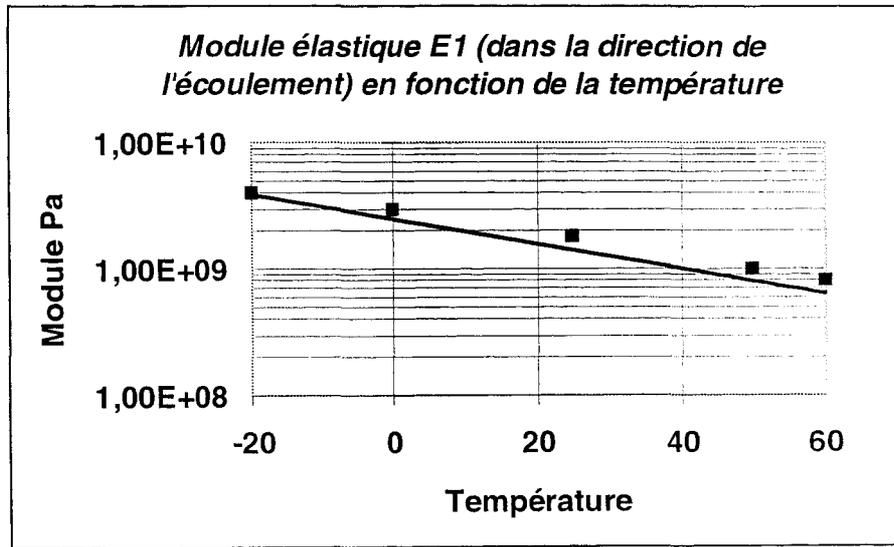


Fig 5.36 : Evolution du module élastique avec la température [82].

On considère que chaque couche est constituée d'un matériau homogène, la rigidité axiale moyenne du multicouche est définie par la somme des rigidités de chacun des éléments le constituant [15]:

$$\overline{AE} = \sum_{i=1}^n A_i E_i \quad \{138\}$$

Avec E : Module D'Young  
A : la section transversale

Le changement de dimension du multicouche lors d'une variation de température est relié au coefficient de dilatation thermique linéaire  $\alpha$  par la relation :

$$\varepsilon^T = \alpha \cdot \Delta T \quad \{139\}$$

La déformation libre  $\varepsilon^T$  est alors associée à la contrainte par la loi de Hooke telle que :

$$\sigma^T = E \cdot \varepsilon^T \quad \{140\}$$

Soit  $F^T = A \cdot E \cdot \varepsilon^T \quad \{141\}$

La force équivalente totale  $F^T$  du multicouche représente la somme des forces unitaires de chaque couche soit :

$$F^T = \sum_{i=1}^n F_i^T = \sum_{i=1}^n A_i E_i \alpha_i \Delta T \quad \{142\}$$

La déformation globale du multicouche  $\varepsilon$  est donnée par le rapport de la force équivalente  $F^T$  sur la rigidité axiale effective, soit :

$$\varepsilon = F^T / A\bar{E} \quad \{143\}$$

A partir des équations {138}, {141} et {142}, la déformation globale du multicouche s'exprime alors :

$$\varepsilon = \frac{\Delta T \cdot \sum_{i=1}^n A_i E_i \alpha_i}{\sum_{i=1}^n A_i E_i} \quad \{144\}$$

La déformation résiduelle  $\varepsilon^R$  est produite par la déformation globale  $\varepsilon$  résultant des excès de déformations thermiques des couches individuelles  $\varepsilon^T$ . On a donc :

$$\varepsilon_i^R = \varepsilon - \varepsilon_i^T \quad \{145\}$$

Soit pour la couche 1 des 5 couches du matériau :

$$\varepsilon_1^R = \frac{\Delta T (A_2 E_2 (\alpha_2 - \alpha_1) + A_3 E_3 (\alpha_3 - \alpha_1) + A_4 E_4 (\alpha_4 - \alpha_1))}{(A_1 E_1 + A_2 E_2 + A_3 E_3 + A_4 E_4)} \quad \{146\}$$

La contrainte correspondante est ensuite calculée par la relation :

$$\sigma_1^R = E_1 \varepsilon_1^R \quad \{147\}$$

Le calcul est réalisé pour chaque couche, on peut alors en déduire le moment total:

$$M_T = \sum_{-y}^{+y} \sigma_i^R \cdot w \cdot \delta y \cdot y_i \quad \{148\}$$

Le rayon de courbure et la flèche sont ensuite estimées à partir des relations :

$$R = \frac{EI_x}{M_T} = \frac{Ewh^3}{12M_T} \quad \{149\}$$

$$f = R \left[ 1 - \cos\left(\frac{L}{2R}\right) \right] \quad \{150\}$$

- Où
- h est l'épaisseur de la plaque
  - w la largeur de la plaque
  - L la longueur de la plaque
  - $I_x$  le moment d'inertie
  - E le module d'Young moyen

On suppose que l'état initial est l'état de déformation mesuré à 23°C correspondant à une flèche de 2,72 mm pour l'échantillon d'une longueur de 125 mm. Les données du calcul sont les suivantes :

Couche	Module Mpa à 23°C	Coefficient de dilatation thermique °C <sup>-1</sup>	Section m <sup>2</sup>
1	1730	1,120E-4	1,585E-5
2	1557	1,400E-4	2,859E-5
3	1350	1,740E-4	2,436E-5
4	1600	1,300E-4	2,120E-5
5	1730	1,120E-4	1,585E-5

Tab 5.4 : Données du calcul de flèche du multicouche.

Le calcul montre une bonne corrélation avec les résultats expérimentaux comme l'illustre le graphe 5.37.

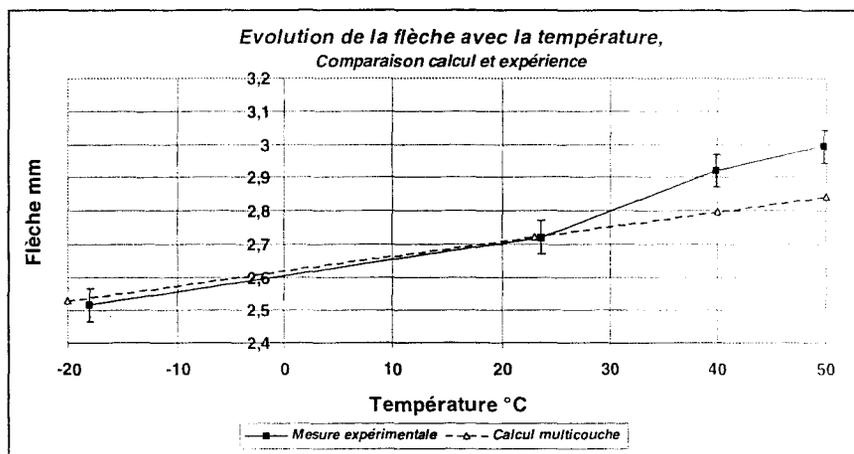


Fig 5.37 : Détermination de la flèche en fonction de la température.  
comparaison entre le calcul et la mesure.

#### 5.3.4.2. Incidence des contraintes de refroidissement sur la flèche

Il reste à valider l'hypothèse de départ selon laquelle la déformation globale de la pièce est le résultat du couplage des contraintes de refroidissement et des contraintes induites par le gradient de structure. On va donc séparer les deux effets en réalisant un traitement thermique de la pièce à une température de 100°C pendant 5 heures pour supprimer l'ensemble des contraintes de refroidissement pour lesquelles on a remarqué une relaxation au dessus d'une température de 60°C (cf fig 5.10) en évitant de modifier les orientations moléculaires ou la structure cristalline qui ne subissent de réelles modifications qu'à partir d'une température de 120°C [26].

On contrôle en premier lieu le profil d'orientation après traitement thermique par dichroïsme IR. Le résultat montre que les niveaux d'orientation ne sont pas affectés par le recuit (figure 5.38).

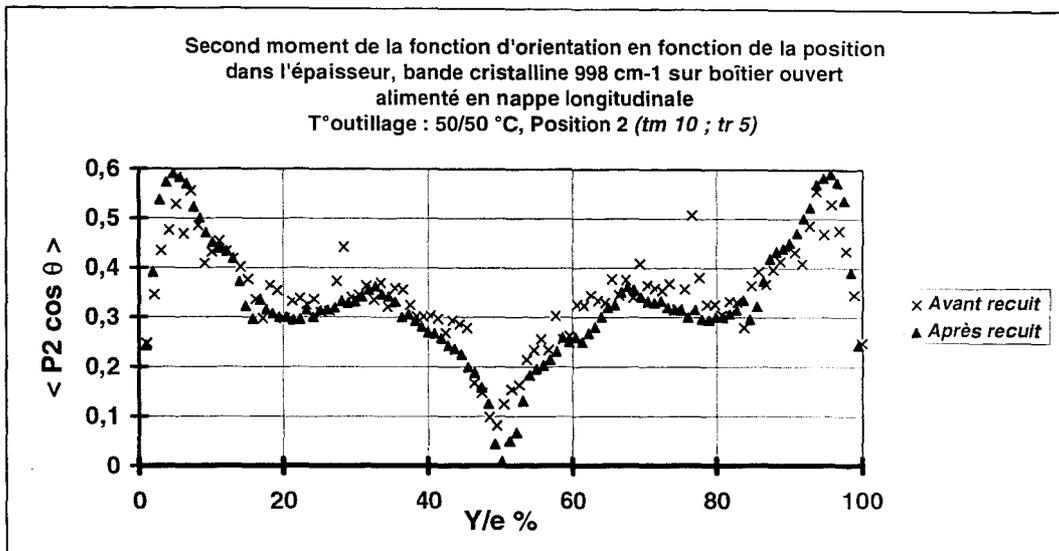


Fig 5.38 : Effet d'un traitement thermique sur l'orientation moléculaire.

Il reste à s'assurer que le traitement thermique a bien relaxé l'ensemble des contraintes de refroidissement et que le profil de dilatation thermique dans l'épaisseur n'est pas affecté. Des mesures en DAI sur l'échantillon recuit indiquent un niveau de contraintes relativement faible dans la pièce voire négligeable en regard au profil initial (figure 5.39), et que le profil de dilatation thermique dans la pièce n'a subi aucune modification structurale majeure (figure 5.40).

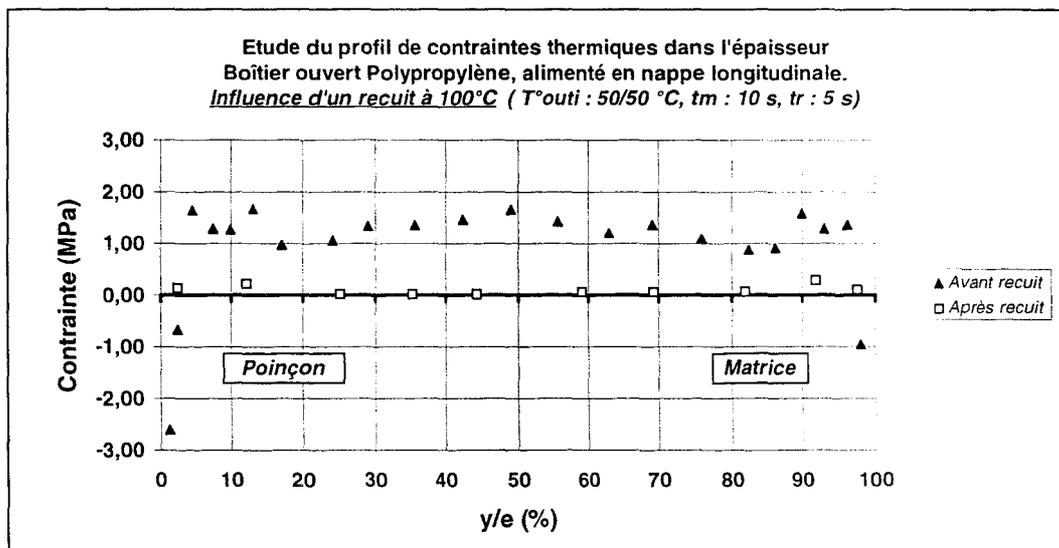


Fig 5.39 : Profil de contraintes dans l'épaisseur : influence d'un recuit à 100°C

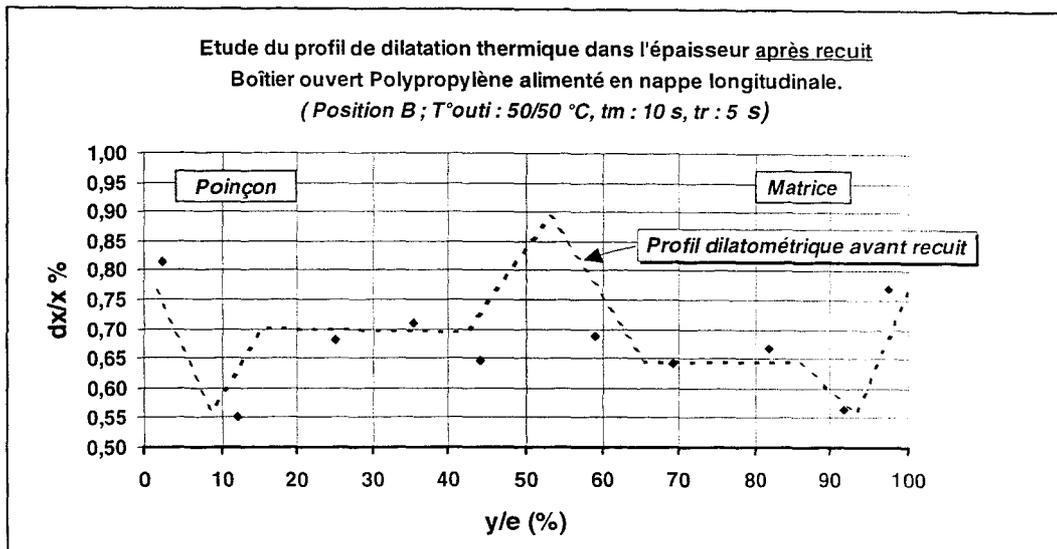


Fig 5.40 : Profil dilatométrique dans l'épaisseur : influence d'un recuit à 100°C.

Après ces vérifications d'usage, la pièce est replacée dans le dispositif expérimental défini par la figure 5.34, la flèche est de nouveau mesurée en fonction de la température appliquée. En superposant le graphe avec l'évolution initiale (figure 5.41), on remarque alors que le traitement thermique a réduit la flèche de l'ordre de 30% dans une proportion sensiblement identique pour chaque température de mesure.

En fonction des résultats obtenus, on admet que le moment total responsable de la déformation initiale résulte de la somme algébrique du moment induit par la répartition des contraintes de refroidissement dans l'épaisseur de la pièce et de celui du gradient de structure ( $M_T = M_{structure} + M_{\sigma_r}$ ).

Connaissant la flèche après le traitement thermique, on connaît, en utilisant les relations {150} et {149}, le moment attribué au seul gradient de structure puisque les contraintes de refroidissement n'existent plus. On peut par conséquent en déduire le moment induit par les contraintes de refroidissement soit 0,017 N.m.

La différence entre le moment calculé à partir de l'état initial expérimental défini par la figure 5.33 et le moment induit par les contraintes de refroidissement déduit des mesures après recuit, permet de calculer les flèches résultantes. Les points calculés reportés sur le graphe 5.41 montrent une bonne corrélation avec les mesures effectuées à la suite du traitement thermique, corroborant alors les hypothèses posées.

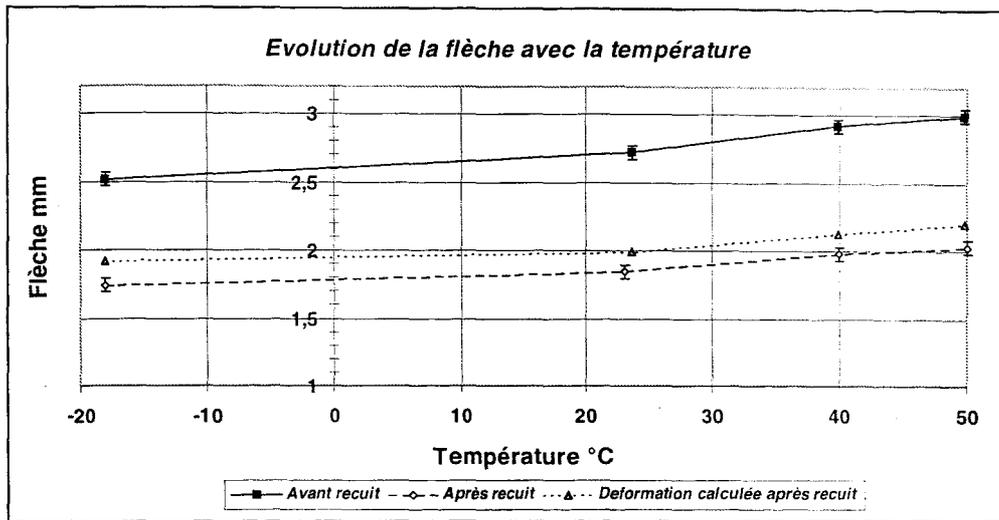


Fig 5.41 : Influence d'un traitement thermique sur la flèche, comparaison entre l'expérimentation et le calcul.

En conclusion, on peut dire que la déformation globale de la pièce est bien le résultat de la superposition des effets générés par les contraintes de refroidissement dont la dissymétrie par rapport au plan moyen induit un moment donc une courbure, et des effets d'un gradient de structure également dissymétrique par rapport au plan moyen, tributaire des orientations moléculaires et de la morphologie du polymère, lui même responsable d'un moment provoquant une déformation. On a donc un effet couplé des contraintes dues au refroidissement hétérogène avec l'organisation structurale de la pièce induite par le procédé (remplissage, compactage et maintien) pour les orientations moléculaires et les vitesses de refroidissement pour la cristallinité.

L'étape suivante consiste à vérifier l'analyse sur un cas présentant une nette dissymétrie de structure à savoir un boîtier injecté dans les mêmes conditions opératoires à l'exception des vitesses de refroidissement imposée par une dissymétrie de régulation thermique de l'outillage de 10°C pour le poinçon et de 60°C pour la matrice.

#### 5.3.4.3. Vérification expérimentale appliquée à un cas de dissymétrie de refroidissement

On a mis en évidence sur les mesures d'orientation un déplacement du minimum d'orientation moléculaire de l'axe moyen vers la paroi chaude du moule (figure 5.26) qui, couplé aux vitesses de refroidissement sur chaque face, doit normalement entraîner une dissymétrie marquée par rapport au plan moyen de la pièce tant du point de vue de la structure que des niveaux de contraintes de refroidissement.

Les mesures en dilatométrie par analyse d'image montrent une nette dissymétrie de contraintes entre la paroi froide et la paroi chaude de l'empreinte avec une amplitude de l'ordre de 3 MPa (figure 5.42).

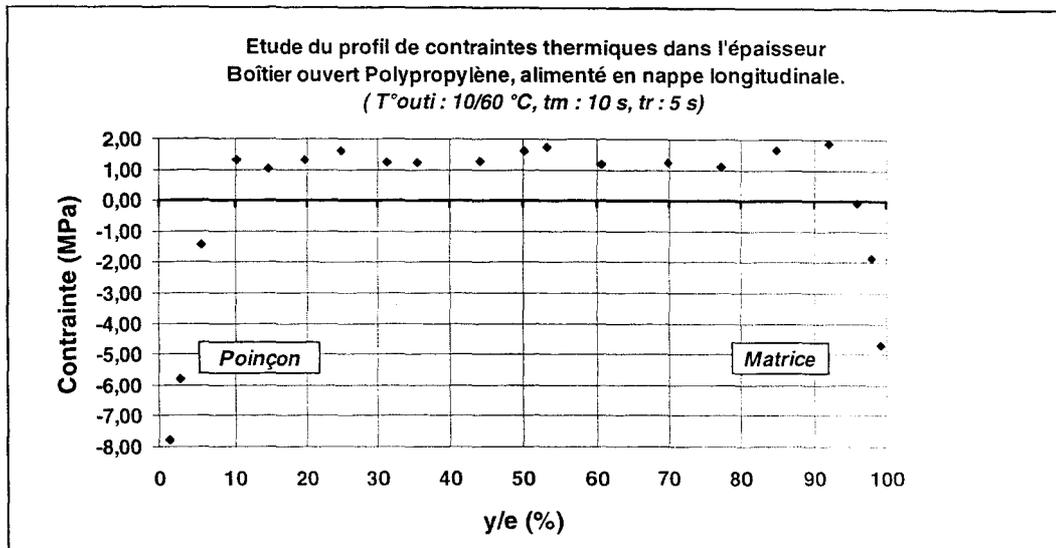


Fig 5.42 : Profil de contraintes internes avec une dissymétrie de régulation thermique d'outillage.

Le profil de dilatation thermique dans l'épaisseur de l'échantillon présente une différence importante de structures de la peau entre les deux parois du moule (figure 5.43). On a remarqué une morphologie moins cristalline de la face en contact avec la paroi froide de l'empreinte (cf fig 5.27), elle est associée à une différence d'orientation moléculaire entre les deux parois (cf fig 5.26). On note également un déplacement de la zone centrale vers la paroi chaude, ce qui corrobore les mesures du profil d'orientation moléculaire.

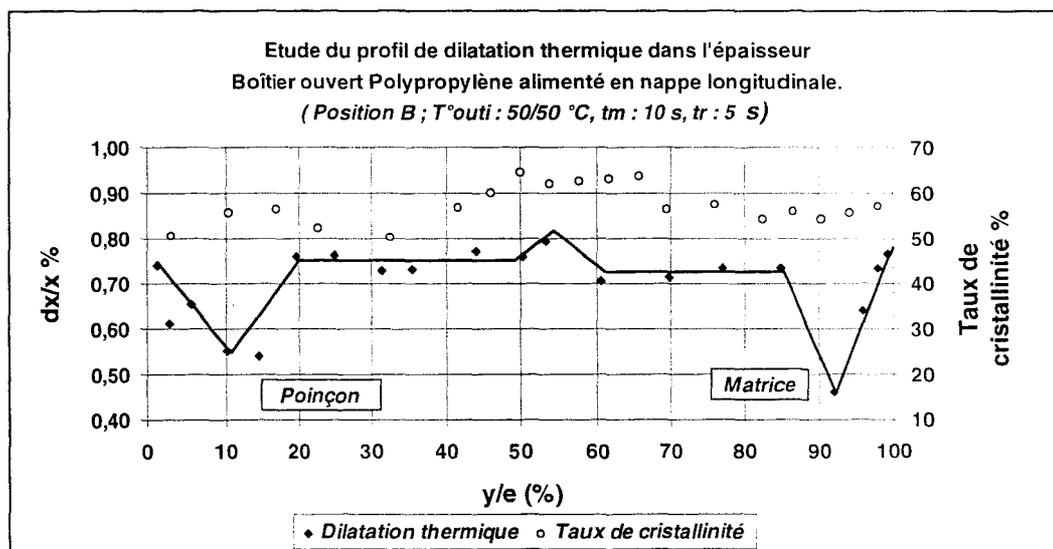


Fig 5.43 : Profil dilatométrique à 80°C : effet d'une dissymétrie de refroidissement, Profil de cristallinité dans l'épaisseur (DSC).

La décomposition de l'échantillon en matériau multicouche de 5 couches élémentaires se définit dans ce cas particulier de la manière suivante :

Couche	Module Mpa à 23 °C	Coefficient de dilatation thermique °C <sup>-1</sup>	Position m	Section m <sup>2</sup>
1	1660	1,040E-4	-8.38E-4	1,330E-5
2	1557	1,500E-4	-3.25E-4	3,894E-5
3	1350	1,640E-4	+1.0.5E-4	1,284E-5
4	1557	1,460E-4	+5.08E-4	2,829E-5
5	1660	9,200E-5	+9.16E-4	1,330E-5

Tab 5.5 : Données du calcul de flèche du multicouches.

Les hypothèses restent identiques à celles posées pour l'analyse précédente, à savoir que l'état initial correspond à l'état de déformation à 23°C avec une flèche de 3,82 mm, que les modules et coefficients de dilatation thermique linéaire sont constants dans la plage de températures considérées (-20°C à 50°C), que la pièce est réduite au plan principal de dimensions 125x51x2mm. La flèche est enregistrée en fonction de la température conformément au dispositif de mesure présenté sur la figure 5.34 afin de tester la réponse du multicouche à une modification de la température de référence. Les résultats expérimentaux sont ensuite validés par un calcul à l'aide du système d'équations {138} à {150} pour la représentation de la courbure ou de la flèche. Comme dans le cas du boîtier moulé avec une température moyenne de l'outillage à 50°C, les résultats montrent une variation de l'état de déformation (flèche) avec la température, il existe également une bonne corrélation entre le calcul multicouche et les mesures expérimentales de flèche quelle que soit la température appliquée (figure 5.44).

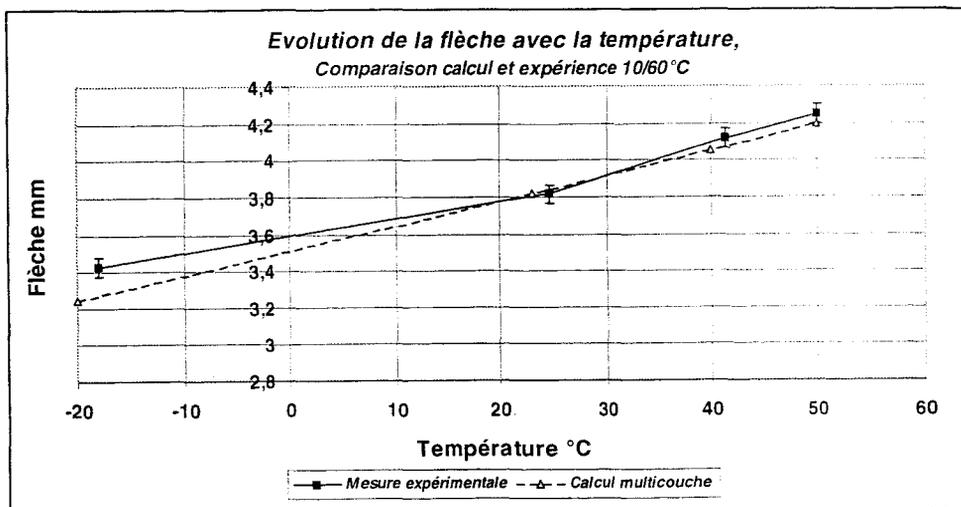


Fig 5.44 : Détermination de la flèche en fonction de la température, comparaison entre le calcul et la mesure . Cas de dissymétrie de régulation thermique du moule.

Pour séparer la part de déformation attribuée à l'hétérogénéité structurale et celle induite par la répartition des contraintes de refroidissement, la pièce est placée en traitement thermique à 100°C pendant 5 heures. La flèche résultant de ce recuit montre une diminution significative par rapport à l'état initial non recuit (figure 5.45). La séparation des effets des contraintes de refroidissement sur la déformation de la pièce est déduite des mesures de flèche obtenues après le recuit. On quantifie le moment attribué aux contraintes de refroidissement par différence avec le moment calculé à l'état initial (pièce non recuite à 23°C), soit un moment de 0,0257 N.m ( $\Rightarrow f=1,19\text{mm}$ ). Cette démarche d'approximation confirme les résultats obtenus sur le boîtier injecté avec un refroidissement symétrique et donne une nouvelle fois une bonne approche de la déformation de la pièce (figure 5.45).

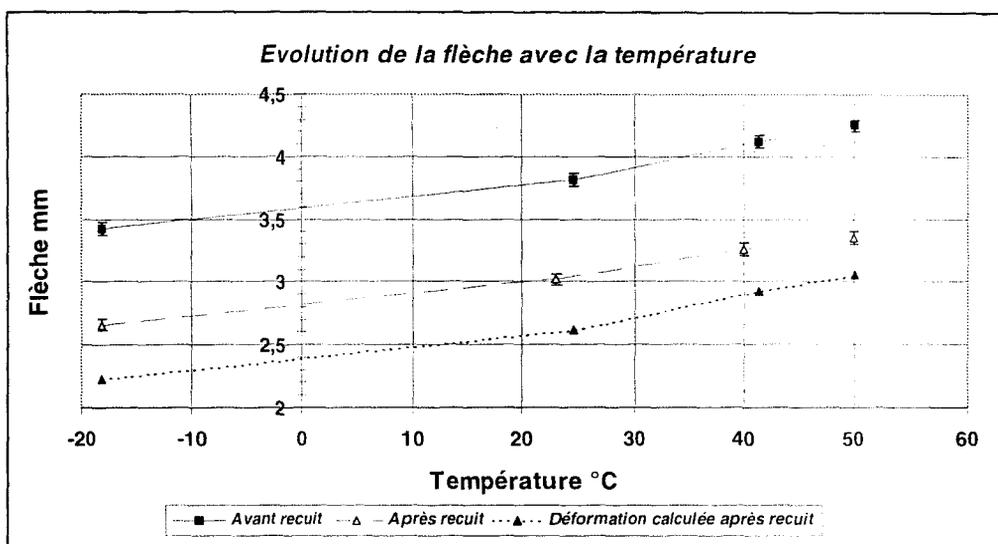


Fig 5.45 : Influence d'un traitement thermique sur la flèche, cas de dissymétrie de régulation thermique. comparaison entre l'expérimentation et le calcul.

En conclusion, on peut admettre, d'une manière générale, que l'état de déformation globale du boîtier injecté dépend directement de l'effet couplé entre les contraintes internes de refroidissement et de la structure engendrée par les orientations moléculaires et par la morphologie locale du polymère.

Pour terminer cette analyse, et avant de passer à la dernière partie de la discussion concernant la modélisation informatique de la déformation, on doit lever une ambiguïté sur les effets du recuit sur la déformation des pièces. On a mis en évidence lors de l'étude expérimentale que le recuit à 120°C des boîtiers stabilise ses dimensions et formes géométriques mais augmente ses déformations. Or, on révèle ici qu'un recuit à 100°C diminue la déformation. La question qui se pose est : quels phénomènes interviennent lors d'un traitement thermique à 120°C pour accentuer l'état de déformation des boîtiers?

5.3.5. Incidence du recuit à 120°C sur la déformation des pièces

Le cas choisit pour cette étude est celui associé à une dissymétrie de refroidissement car l'effet du recuit à 120°C est très significatif puisque l'on passe d'un état initial avec une flèche mesurée de 3,82 mm à un état final donnant une flèche de 4,90 mm comme le montre la figure 5.46 (cf fig 4.32 chapitre4 § 4.2.4).

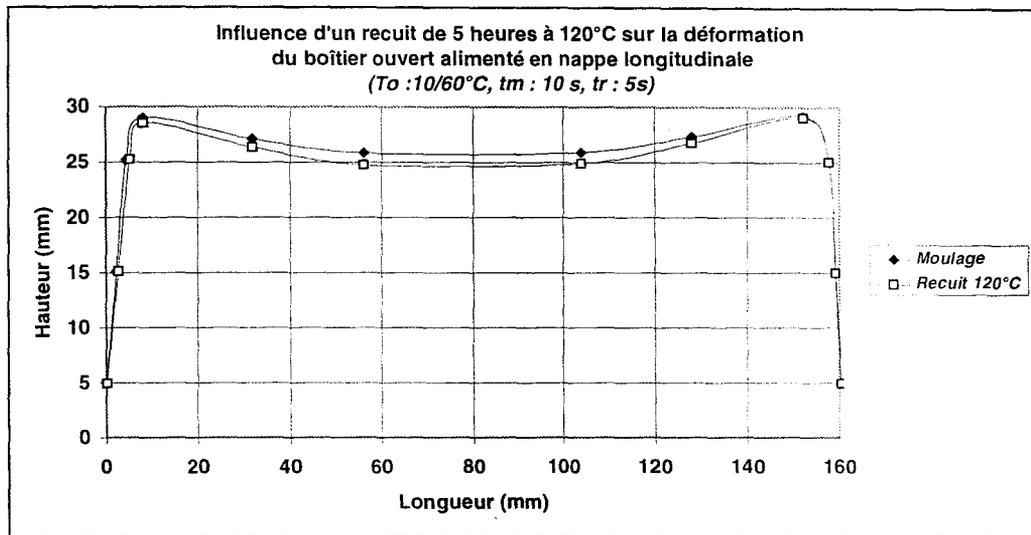


Fig 5.46 : Influence d'un recuit à 120°C sur la déformation de la pièce.

Cet écart de comportement entre deux températures de recuit peut s'expliquer par une modification structurale de la pièce au delà d'une température limite qui avoisine les 110°C. On montre en effet par des mesures de DSC que le début du pic de fusion se situe vers les 108°C (figure 5.47).

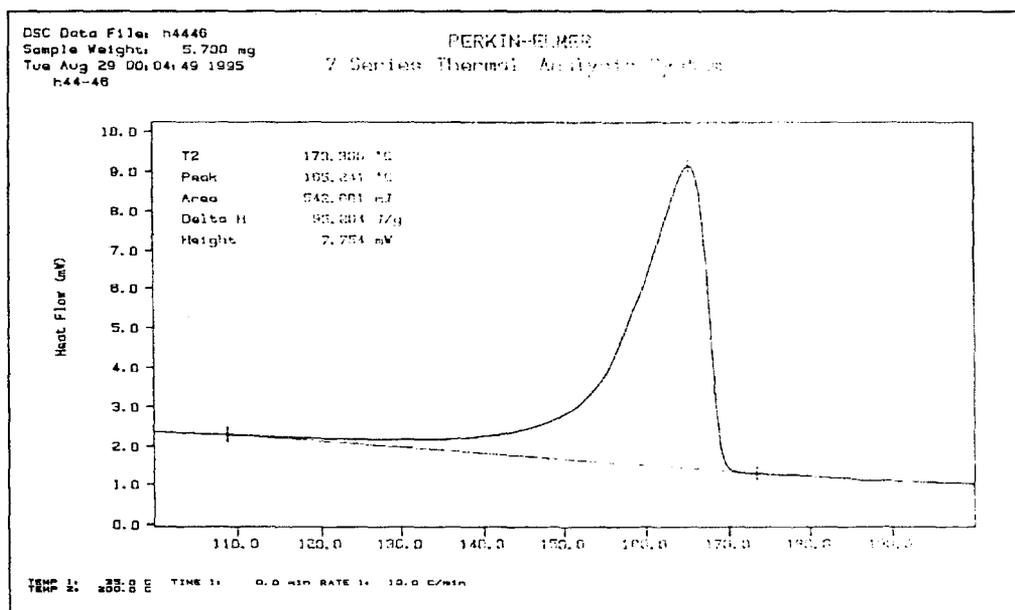


Fig 5.47 : Mesure de cristallinité sur coupes microtomes (y/e ~ 5%) par DSC.

Si on réalise des passages successifs en dilatométrie sur une coupe microtome de prélevée par exemple dans une zone proche de la paroi ( $y/e \approx 5\%$ ), le premier passage jusqu'à  $100^\circ\text{C}$  libère les contraintes de refroidissement, le second passage jusqu'à  $150^\circ\text{C}$  montre une rupture de linéarité à  $105^\circ\text{C}$  et le troisième passage décale vers le bas la courbe de dilatation thermique en révélant ainsi la modification de structure (figure 5.48).

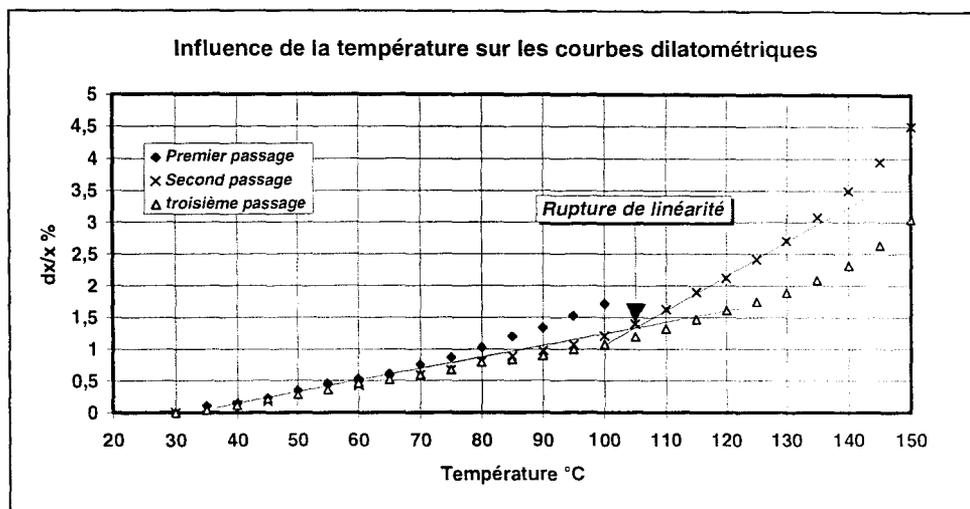


Fig 5.48 : Etude dilatométrique sur coupe microtome : influence de la température d'essai.

Ce changement de structure du polymère apparaît lors de mesures de de dilatation thermique dans l'épaisseur de l'échantillon comme on peut le remarquer sur la figure 5.49.

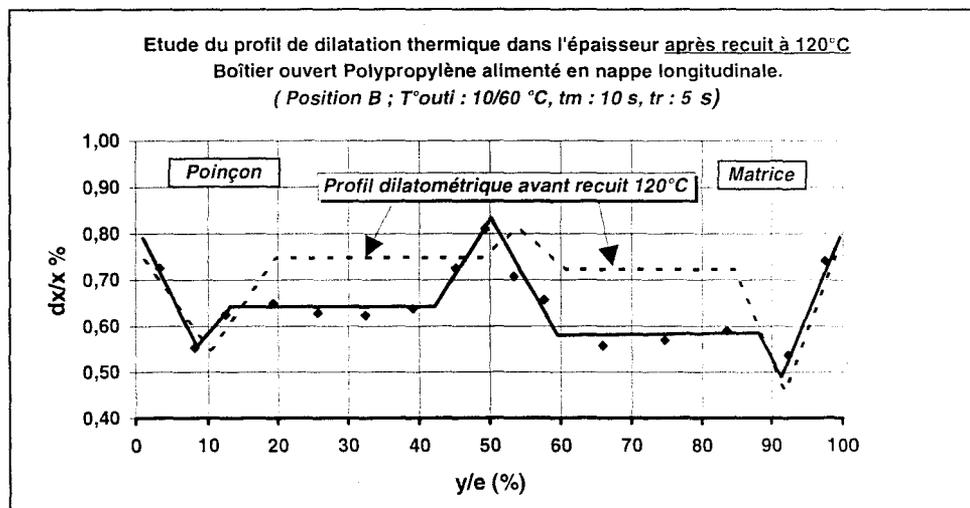


Fig 5.49 : Influence d'un recuit à  $120^\circ\text{C}$  sur le profil dilatométrique dans l'épaisseur.

On note une diminution du coefficient de dilatation thermique linéaire dans les couches intermédiaires d'orientation moyenne. Un contrôle d'orientation en dichroïsme infra-rouge révèle également une modification du profil, on observe une élévation du taux moyen d'orientation dans ces zones intermédiaires ainsi qu'en peau (figure 5.50). Cet effet peut être

attribuée à un épaississement des lamelles cristallines provoqué par une fusion des cristallites "imparfaites" qui participent à un renforcement des lamelles existantes plus stables et orientées dans la direction du flux [26]. En conséquence, la rigidité locale sera modifiée en même temps que les propriétés dilatométriques locales.

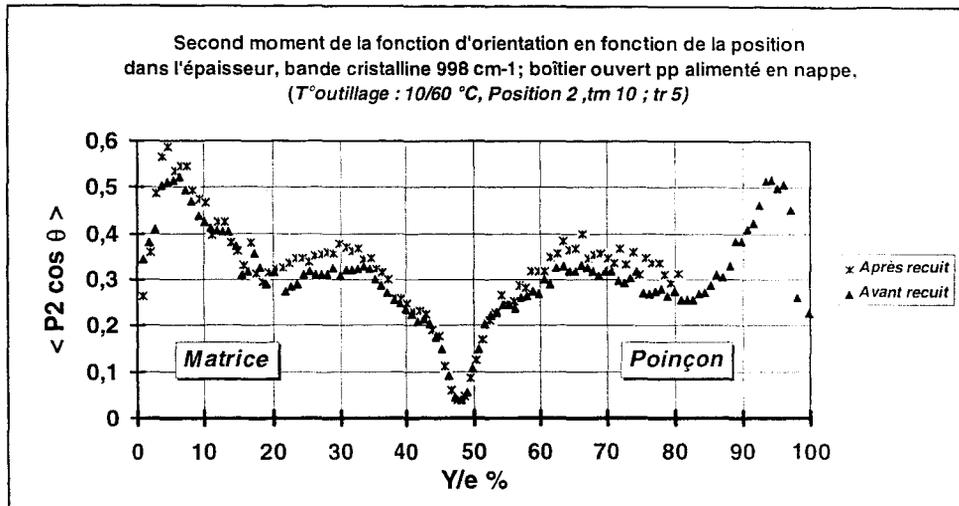


Fig 5.50 : Effet d'un recuit à 120°C sur le profil d'orientation moléculaire.

Sur la base de ces observations, on peut alors interpréter les conséquences du traitement thermique à 120°C sur la déformation de la pièce par un schéma se décomposant en quatre étapes :

❶ ⇒ de 23°C à 70°C la pièce se déforme conformément au gradient de structure initial mis en évidence par le graphe 5.43 et associé aux contraintes de refroidissement décrites par la figure 5.42.

❷ ⇒ De 70°C à 105°C, les contraintes de refroidissement se relaxent, la déformation n'est plus tributaire que du gradient de structure, la flèche diminue.

❸ ⇒ De 105°C à 120°C, on amorce une modification de structure tant du point de vue de la cristallinité que des orientations moléculaires, un nouveau profil structural se met en place, la flèche s'accroît par l'action de nouvelles rigidités locales et de propriétés thermiques locales.

❹ ⇒ De 120°C à 23°C, la recouvrance de la déformation n'est pas totale et dépend des étapes 2 et 3. Il subsiste une déformation résiduelle qui accentue la flèche initiale.

Ce comportement se démontre par le calcul en considérant les paramètres d'entrée définis par le tableau 5.5 de 23°C à 105°C et par les données suivantes à partir de la modification du gradient de structure :

Couche	Module Mpa à 23°C	Coefficient de dilatation thermique °C <sup>-1</sup>	Position m	Section m <sup>2</sup>
1	1730	1,040E-4	-9,24E-4	1,345E-5
2	1600	1,260E-4	-5,21E-4	2,849E-5
3	1350	1,640E-4	+0,00E-4	2,151E-5
4	1600	1,140E-4	+4,90E-4	3,073E-5
5	1730	9,200E-5	+9,24E-4	1,345E-5

Tab 5.6 : Données du calcul de flèche du multicouches à 120°C.

On obtient alors une flèche résultante de 4,25 mm pour le parcours calculé repéré par le trait pointillé du graphe 5.51. Si on considère l'erreur due à l'imprécision du calcul qui se manifeste par un décalage de la courbe calculée avec la courbe expérimentale, on peut alors admettre que la flèche résiduelle réelle serait de 4,70 mm à 23°C compte tenu du recalage de la courbe (trait mixte gras - · - · -) pour une flèche expérimentale de 4,90 mm.

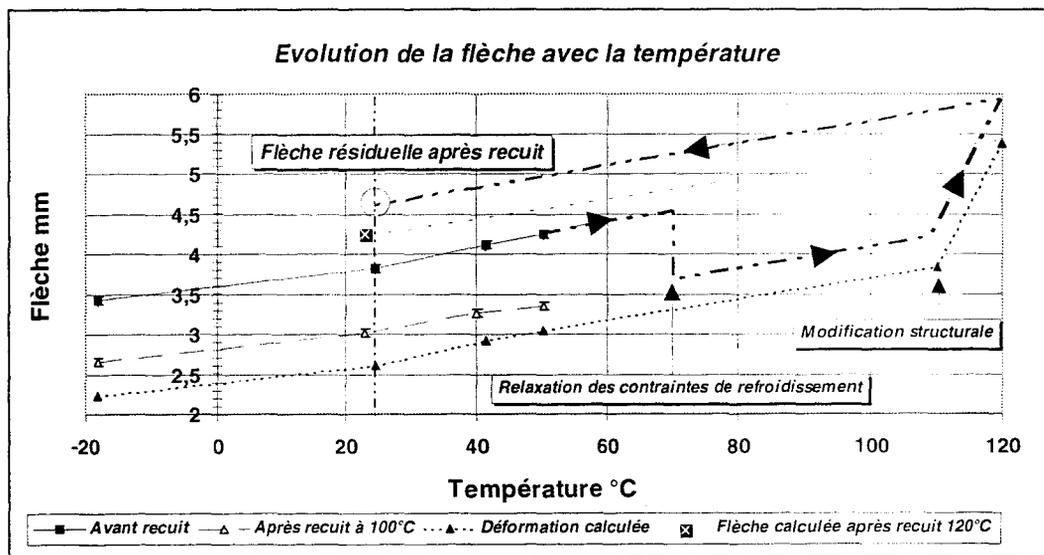


Fig 5.51 : Schéma du principe de la déformation de la pièce au cours d'un recuit à 120°C.

En conclusion, on peut confirmer que le recuit des pièces tend à stabiliser les formes et dimensions des pièces dans la mesure où il supprime l'état de contrainte interne. En revanche, la température et le temps du traitement thermique doivent impérativement être choisis avec précaution et en connaissance des propriétés physiques du polymère car une modification partielle de la structure peut entraîner des déformations résiduelles importantes.

## **5.4. Application à un code de calcul**

On s'intéresse ici à l'évaluation d'un code de calcul commercial destiné à la prévision des déformations au moulage en intégrant toutes les phases thermodynamiques du cycle d'injection. On propose de réaliser une modélisation de la déformation des pièces en s'appuyant sur les données expérimentales recueillies lors du cycle d'injection (pressions, températures, débits, temps) pour corriger les écarts entre le calcul et l'expérience. Le cas sélectionné est celui du boîtier alimenté en nappe, injecté avec une symétrie de refroidissement, qui a fait l'objet de l'analyse principale de l'étude des déformations. Après une présentation générale du code de calcul, on présentera les données entrées pour la simulation et on en retirera la déformation calculée sous la forme de la flèche de la pièce afin d'avoir un élément de comparaison et de discussion avec le cas réel.

### **5.4.1. Présentation du code de calcul**

I-DEAS MASTER série 2.0 est un Logiciel de Conception Fabrication Assistées par ordinateur. Il est commercialisé par la société SDRC (Structural Dynamics Research Corporation) et permet de remplir les fonctions aussi variées que le calcul de structures par éléments finis, la programmation de centres d'usinage, la simulation du moulage par injection des matériaux thermoplastiques et thermodurcissables.

Son module WARP & SHRINK calcule les effets de la déformation et du retrait. WARP LOADING calcule la distribution des contraintes résiduelles dans chaque couche dans les directions parallèle et perpendiculaire à l'écoulement pour chaque noeud. Les contraintes sont évaluées depuis le début de l'injection jusqu'à l'éjection. La forme de la déformée est alors évaluée par une analyse d'éléments finis. I-DEAS Models utilise les contraintes résiduelles pour calculer l'effort qui est transformé en déplacements. La distribution de contraintes résiduelles moyennées est alors exprimée en termes de Force/Longueur et Moment/Longueur.

### **5.4.2. Les données du calcul**

I-DEAS WARP & SHRINK calcule donc les contraintes à travers l'épaisseur de la pièce, couche après couche, à partir de la solidification de la surface en contact avec le moule jusqu'au critère d'éjection choisi. Les effets du fluage et de la relaxation des contraintes sont pris en compte par une représentation viscoélastique des modules à l'aide d'un modèle modifié de TITOMANLIO & al [100].

La simulation du remplissage est effectuée par le module MOLD FILLING qui utilise une approche bidimensionnelle. Les équations employées lors de la phase de remplissage regroupent les équations de continuité, de moment et de chaleur. Elles sont couplées et leur résolution est réalisée par la méthode des différences finies en s'appuyant sur un maillage constitué de noeuds et d'éléments. Le fluide est considéré comme visqueux et compressible, répondant à une loi puissance thermodépendante.

I-DEAS MOLD COOLING calcule les températures à la surface du moule tout au long du cycle et les échanges thermiques avec les circuits de refroidissement.

La phase de post-remplissage tient compte d'un modèle viscoélastique compressible, Le passage du modèle visqueux au modèle viscoélastique est déterminé par la température de non-écoulement.

En résumé, le calcul de déformation est réalisé à partir d'un matériau isotrope viscoélastique jusqu'à éjection. Les données sont les suivantes :

⇒ La viscosité est définie sur un intervalle [202°C-250°C] par une loi puissance corrigée par un facteur lié à la température :

$$\eta(T, \gamma) = 95903,48 \cdot \exp(-0.01208 \cdot T) \cdot \gamma^{-0.6382} \quad \{151\}$$

⇒ La capacité calorifique massique est entrée en constante égale à 2678 J.Kg<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup>, la conductivité thermique est une fonction linéaire de la température.

⇒ Les propriétés thermiques des fluides de refroidissement de l'outillage sont définies en tableau conformément aux valeurs présentées au *chapitre 3 §3.1.3*.

⇒ La température de non-écoulement est de 113°C

⇒ Les donnée PVT sont saisies sous forme de courbes à partir desquelles le coefficient d'expansion thermique est calculé par la relation:

$$\beta = \frac{1}{3} \cdot \frac{dV}{dT} \cdot \frac{1}{V} = \frac{1}{3} \cdot \frac{d \ln V}{dT} \quad \{152\}$$

⇒ *Le module d'élasticité instantanée EI est entré en constante soit 1832 MPa à 23°C.*

⇒ Le module de relaxation est sous forme de courbe définie entre  $10^{-7}$  et  $10^9$  secondes.

⇒ Les données temps-température de la loi WLF sont pour une température de référence de  $100^{\circ}\text{C}$  :  $C_1 = -0,7$  et  $C_2 = 16,2$ .

La modélisation s'effectue en considérant la pièce, l'alimentation nappe et la buse instrumentée. Les paramètres d'entrées sont les suivants :

Température des fluides de régulation	$50^{\circ}\text{C}$
Débit d'huile dans la matrice	75 l/min
Débit d'antigel dans le poinçon	30 l/mn
Pression d'huile à la sortie des canaux	1 bar
Nombre de couches utilisées pour le calcul	24
Type d'analyse	compressible
Température de la matière	$223,7^{\circ}\text{C}$
Température de régulation de la matrice	$65^{\circ}\text{C}$
Température de régulation du poinçon	$65^{\circ}\text{C}$
Température ambiante	$23^{\circ}\text{C}$
Température des canaux chauds (buse)	$223,7^{\circ}\text{C}$
Temps de remplissage	1,14 sec
Profil de pression	de 0 à 0,02 sec rampe de 330 à 400 bar de 0,02 à 0,25 sec rampe de 400 à 350 bar de 0,25 à 10 sec palier à 350 bar
Séquence de calcul	couplé

Tab 5.6 : Paramètres d'entrée du calcul informatisé

### 5.4.3. Résultats du calcul et comparaison avec l'expérimentation

Les pressions calculées aux endroits des capteurs montrent une bonne corrélation avec l'expérimentation comme l'indique le tableau 5.7. Les courbes de températures ont également un profil similaire avec un décalage de  $+10^{\circ}\text{C}$  par rapport aux enregistrements expérimentaux, qui peut être attribué à la chaleur emmagasinée par l'outillage après des injections successives.

Point de mesure	Ecart moyen fin de remplissage (Bar)	Ecart moyen maintien (bar)
Capteur P1	11	36
Capteur P3	4	42
Capteur P7	3,5	42

Tab 5.7 : Ecart de pression entre le calcul et l'expérimentation.

L'allure de la déformation calculée évolue dans le même sens que celle relevée sur la pièce comme le montre la figure 5.52. En revanche, d'un point de vue quantitatif, la flèche calculée à l'axe de symétrie de la pièce donne une valeur de **0,90 mm**, soit **le tiers de la flèche réelle de 2,85 mm**.

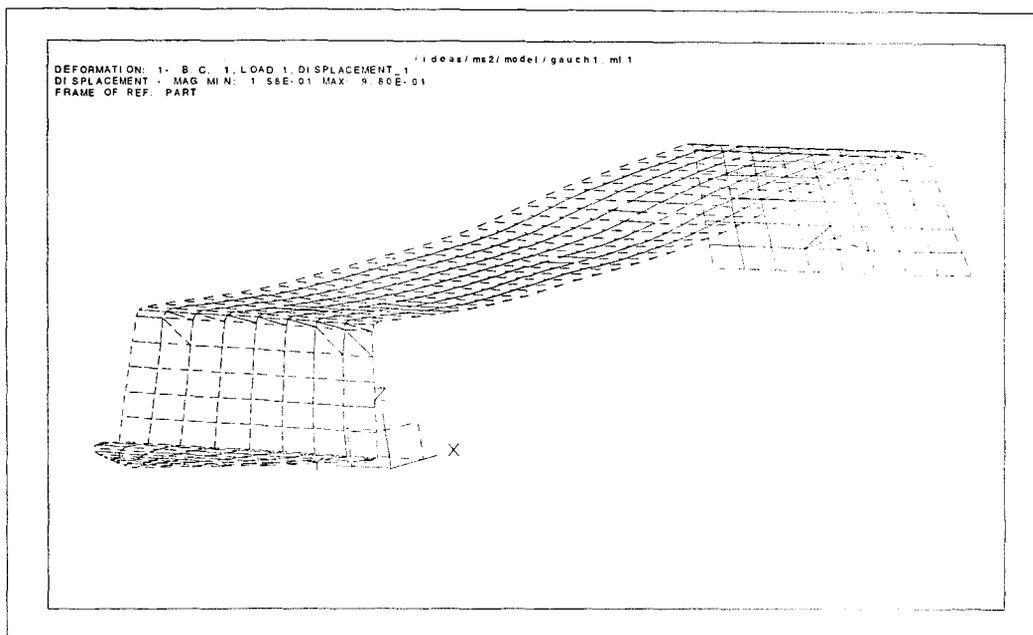


Fig 5.52 : Allure de la déformation simulée sur I-DEAS

**5.5. Analyse des écarts simulation/expérience et conclusion.**

Si la simulation dans ce cas particulier montre une bonne corrélation qualitative de la déformation de la pièce, elle révèle toutefois quantitativement un écart important avec l'expérimentation. On va ici analyser les causes probables responsables de cette différence de résultat. En règle générale, le calcul considère, à priori, que le matériau est homogène, isotrope, et pleinement élastique [131]. Les effets de la cristallisation, des orientations moléculaires, du couplage des contraintes normales et de cisaillement lors du remplissage avec les contraintes de refroidissement sont négligés.

A partir du profil expérimental, on peut ignorer en première approximation les effets de structure et calculer la flèche induite par la répartition des contraintes de refroidissement dans la pièce (figure 5.53). On considère alors le matériau homogène et isotrope, le moment généré par la dissymétrie de contrainte de refroidissement est obtenu à partir de l'expression :

$$M_x = \sum_{-y}^{+y} \sigma_i \cdot W \cdot \delta y \cdot y_i \quad \{ 153 \}$$

Avec W : la largeur de la plaque

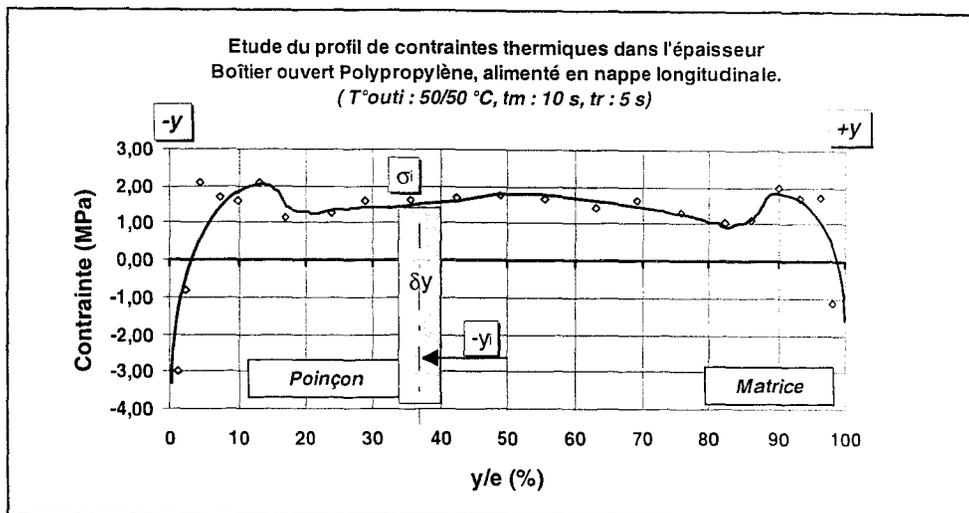


Fig 5.50 : Représentation du calcul du moment induit par le profil de contraintes de refroidissement.

Grâce aux équations {149} et {150}, on accède au rayon de courbure et à la flèche, en prenant un module moyen  $E$  de 1300 MPa (module du matériau isotrope à 23°C, Cf fig5.30), une largeur de plaque de 51 mm, une épaisseur  $h$  de 2,077 mm, on obtient :

- Un moment  $M_x = 0.015 \text{ N.m}$  (la valeur obtenue lors de notre analyse expérimentale est de **0,017 N.m** §5.3.4.2 p 192)
- Un rayon de courbure  $R=3,298 \text{ m}$
- Une flèche  $f=0,85 \text{ mm}$

Cette interprétation amène un résultat similaire à celui de la simulation informatique ( $f=0.90 \text{ mm}$ ), et confirme l'intérêt de considérer l'anisotropie et l'hétérogénéité locale du polymère pour obtenir un résultat cohérent avec les grandeurs expérimentales. Pour conclure cette étude, on effectue maintenant une simulation informatisée en intégrant dans la démarche de calcul la notion de matériau hétérogène constitué d'un multicouche tel qu'on l'a mis en évidence par la figure 5.33.

Un calcul informatisé, à partir d'un code commercial, reprenant la géométrie d'une plaque 160x50x2 mm proche de la configuration du plan supérieur de la pièce, constituée d'un matériau isotrope et homogène refroidi dans les conditions expérimentales, montre un écart important de flèche par comparaison à celui intégrant une structure hétérogène multicouche telle que nous l'avons mis en évidence. La flèche calculée pour le matériau hétérogène est alors similaire aux mesures expérimentales (environ 3 mm), ce qui montre l'intérêt d'intégrer les notions d'anisotropies et d'hétérogénéités locales pour améliorer la simulation. Un calcul de déformation, à partir d'un logiciel de simulation, reprenant l'ensemble du procédé de transformation du boîtier et incorporant les résultats obtenus dans le cadre de notre recherche, est actuellement en cours de réalisation chez un industriel. Les résultats, qui seront disponibles

dans quelques mois, devraient permettre d'affiner la démarche proposée ici et d'améliorer sensiblement l'aptitude du logiciel à estimer les retraits et gauchissements des pièces moulées.

## **CONCLUSION GENERALE**



## **CONCLUSION GENERALE**

L'étude bibliographique présentée au chapitre 1 indique que malgré une nette progression dans la connaissance des mécanismes de formation des contraintes résiduelles générées par le processus d'injection des pièces thermoplastiques, la précision et la stabilité dimensionnelles restent encore difficilement accessibles par le calcul. La littérature technique et scientifique sur le sujet montre également que si les producteurs de matières offrent actuellement un grand nombre de données techniques pour l'aide à la conception de pièces plastiques, ces informations ne concernent d'une manière générale que les retraits macroscopiques, les phénomènes liés à la déformation des pièces restent encore du domaine de la recherche universitaire dans la plupart des cas. On s'est proposé dans ce travail, d'établir des corrélations entre les champs de contraintes résiduelles et d'orientations moléculaires et la stabilité dimensionnelle des pièces moulées afin de mettre en évidence le lien qui existe entre la structure locale et la déformée globale.

Une étude paramétrique expérimentale a permis de séparer les paramètres directeurs de la stabilité dimensionnelle des pièces post-moulage et post-recuit en s'appuyant sur une géométrie en forme de boîtier. L'analyse des résultats expérimentaux a mis en évidence la nette influence du type d'alimentation des pièces qui génère soit un écoulement radial, soit un écoulement unidirectionnel sur leurs aptitudes à conserver les dimensions et formes originelles à travers les histoires thermo-mécaniques locales. L'étude des déformations géométriques de la pièce a confirmé l'importance de l'homogénéité de refroidissement sur le défaut de forme des boîtiers. On a également constaté que le recuit est le facteur prédominant de l'uniformité dimensionnelle bien qu'il augmente les retraits et déformations.

Une analyse thermodynamique basée sur l'incorporation dans un diagramme PVT du comportement thermodynamique moyen calculé à partir des enregistrements expérimentaux de pressions et températures dans l'empreinte, a servi à confirmer en terme de tendance les grandeurs expérimentales du retrait. L'étude locale de cristallinité par DSC a mis d'autre part en évidence les gradients de structure obtenus sur la pièce et a permis de comprendre l'origine de l'hétérogénéité des retraits mesurés entre ses extrémités.

L'étude de la répartition des orientations moléculaires dans un écoulement unidirectionnel a révélé l'anisotropie et l'hétérogénéité structurales de la pièce. Les mesures expérimentales ont été validées par une modélisation simplifiée à partir d'un loi puissance viscoélastique. Les graphes montrant l'évolution de la première différence de contraintes

## ***Influence du couplage des orientations et des contraintes internes sur la stabilité dimensionnelle des pièces injectées.***

---

normales dans l'épaisseur de la pièce et au cours du temps confirment en terme de tendance les distributions d'orientations moléculaires dans le boîtier.

A partir des mesures locales d'orientation par dichroïsme infra-rouge et de contraintes internes liées au refroidissement de la pièce effectuées par dilatométrie par analyse d'image, on a établi des corrélations entre les taux d'orientation et les rigidités locales mesurées par des essais de flexion sur des barreaux pelés d'une part, et les propriétés dilatométriques pures obtenues après un traitement thermique sur des coupes microtomes d'autre part. Les données intégrées dans un calcul de déformation d'une pièce constituée d'un matériau multicouche défini par le profil de dilatation thermique dans l'épaisseur ont mis en évidence l'effet couplé des contraintes de refroidissement et celles induites par le gradient structural (orientations, cristallinité). Les calculs corroborent les mesures de déformation réalisées en température où les effets ont été séparés par un traitement thermique de la pièce à une température de 100°C pendant 5 heures pour supprimer les contraintes de refroidissement.

La déformation globale de la pièce a donc été exprimée comme le résultat de la superposition des effets générés par les contraintes de refroidissement dont la dissymétrie par rapport au plan moyen de la pièce induit un moment donc une courbure, et des effets d'un gradient de structure également dissymétrique, provoqué par les orientations moléculaires et la cristallinité du polymère, lui même responsable d'un moment provoquant une déformation. On a ainsi déterminé un couplage des contraintes dues au refroidissement hétérogène avec l'organisation structurale de la pièce induite par le procédé (remplissage, compactage et maintien) pour les orientations moléculaires et les vitesses de refroidissement pour la cristallinité. Un contrôle des hypothèses sur un cas présentant une dissymétrie de structure par rapport au plan moyen marquée a confirmé les résultats de l'analyse.

On a ensuite contrôlé les effets d'un recuit à 120°C des pièces qui tend à stabiliser les formes et dimensions des pièces dans la mesure où il supprime l'état de contrainte interne, mais qui en revanche accentue l'état de déformation. On a montré que ce comportement est à attribuer à une modification partielle de la structure (cristallinité, orientations moléculaires) qui peut entraîner des déformations résiduelles importantes.

Enfin, une modélisation informatique à partir d'un code de calcul existant a révélé les écarts importants, en l'état, dans la prévision des déformations et a servi à valider les résultats de nos recherches en confirmant l'intérêt d'intégrer la notion d'anisotropie et d'hétérogénéité de structure pour prédire avec précision les déformations des pièces.

---

## **REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES**



- [1] T. Charvet, P. Lory, La famille des logiciels CLIP, communication STRUCOME 1993.
- [2] A. Barbarit, Technique de l'ingénieur, PA3650a.
- [3] G. Menges, Etude exhaustive de tous les paramètres du moulage par injection des matières plastiques, Usine publication SA, Paris 1980.
- [4] Z. Tadmor, Journal of Applied Polymer Science, 18, 1974, pp 1753-1772.
- [5] Norme ISO 2577.
- [6] Norme AFNOR NFT 53035.
- [7] W. Michaeli, Extrusion des matières plastiques : conception des filières, DIP édition, Lyon 1882
- [8] J.F. Agassant, P. Avenas, J. Ph. Sargent, La mise en forme des matières plastiques, LAVOISIER, 1986.
- [9] R. Paukkeri, A. Lehtinen, Polymer, vol 34, 19, 1993, pp 4075-4080.
- [10] R. Paukkeri, A. Lehtinen, Polymer, vol 34, 19, 1993, pp 4083-4088.
- [11] S. Z. D. Cheng, J. J. Jammak, A. Zhang, E. T. Hsieh, Polymer, vol 32, 4, 1991, pp 648-655.
- [12] D. Huilier, J. Terrisse, Seminaire : Modélisation de l'injection des thermoplastiques, Ministère de la recherche, Oct 1988.
- [13] Z. Tadmor, C. G. Gogos, Principles of polymer processing, JOHN WILEY&SONS ed.
- [14] J.P. Tancrez, Thèse de doctorat, Université des Sciences et Techniques de Lille Flandres Artois, 1995.
- [15] Dato, Mechanics of fibrous Composites, Elseviers Applied Science, 1991.
- [16] K. K. Kabanemi, Rheol. Acta, n°34, 1995, pp 97-108.
- [17] N. Billon, J.M. Haudin, Communication CEMEF, 1984.

- [18] E. Fleischmann, J. Koppelman, *Journal of applied Polymer science*, vol 41, 1990, pp 1115-1121.
- [19] M.R. Kamal, E. Chu, P.G. Lafleur, *Polymer Engineering and Science*, Vol 26, n°3, 1986, pp190-196.
- [20] D. Cotto, J.M. Haudin, *Matériaux et techniques*, Juin 1988, pp 9-16.
- [21] J.P. Wu, J.L. White, *International polymer processing*, VII, 1992, 4, pp 350-357.
- [22] J. Bowman, N. Harris, M. Bevis *Journal of material Science*, 10, 1975, pp 63-76.
- [23] J.P. Trotignon, J. Verdu, *Journal Applied Polymer Science*, vol 39, 1990, pp 1215-1217.
- [24] J.P. Trotignon, J. Verdu, *Journal Applied Polymer Science*, vol 34, 1987, pp 1-18.
- [25] A. Franbourg, F. Rietsch, *Polymer Bulletin*, 24, 1990, pp 445-450.
- [26] P. Delbarre, thèse de doctorat, Université des Sciences et Techniques de Lille Flandres Artois, 1991.
- [27] M. Vincent, Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris, 1984.
- [28] V. Kapov, M. Kauffmann, *British Plastics*, vol 38, 8, 1965, p 498.
- [29] C.S. Lee, A. Dubin, K.Sarkar, K. R. Squire, C.L. Vorres, D.E. Yuhas, M.J. Blesch, ANTEC 1990, pp 375-381.
- [30] M. Fujiyama, *International polymer Processing*, VII, n°2, 1992, pp165-171.
- [31] Z. Chen, M.C. Finet, K. Liddel, D.P. Thompson, J.R. White, *Journal of Applied Polymer Science*, vol 46, 1992, pp 1429-1437.
- [32] J. Kubat, M. Rigdahl, *Polymer Engineering & Science*, Vol 16, 12, 1976, pp 792-798.
- [33] M. Mourgue, *Les moules pour matières plastiques*, Lyon, 1976, Imprimerie Bosc frères.
- [34] L.P. Herbert, P. Girard, G. Sallami, ANTEC 1991, pp 430-432.
- [35] J. Greenner, *Polymer Engineering & Science*, Vol 26, 12, 1986, pp 886-892.

- [36] W.B. Hoven-Nivelstein, G. Menges, Technical paper IKV, ANTEC 1993, pp 737-738.
- [37] D. Hang, ANTEC 1971.
- [38] D. Pierick, ANTEC 1991, pp 252 - 258.
- [39] J. Rubin, Injection molding theory and practice, John Wiley & Sons Ed, New-York, 1972, pp 270-282.
- [40] H. W. Cox, C.C. Mentzer, Polymer Engineering & Science, vol 26, 7, 1986, pp 488-498.
- [41] S. J. Willey, A. S. Ulmer, ANTEC 1986, pp173-177.
- [42] P. Delbarre, J. Pabiot, J.F. Daurelle, V. Lamblin, F. Rietsch, ANTEC 1991, pp 301-304.
- [43] A.I. Isayev, D.L. Crouthamel, Polymer Plastic Technological Engineering, Vol 22, 2, 1984, pp 137-232.
- [44] G. Menges, C. Wübken, IKV communication, 1972, pp 519-522.
- [45] W. Rose, Nature, July 15, vol 191, 1961, pp 242-243.
- [46] O. Denizart, Thèse de doctorat, ENS Mines de Paris, 1990.
- [47] G. Gogos, C.F. Huang, L.R. Schmidt, Polymer Engineering & Science, Vol 26, 20, 1986, pp 1457-1465.
- [48] X. Jin, Polymer Engineering & Science, Vol 33, 19, 1993, pp 1238-1242.
- [49] J.J. Pesce, Thèse de Doctorat, Université Louis Pasteur de Strasbourg, 1993.
- [50] W. Dietz, J.L. White, E.S. Clark, Polymer Engineering & Science, Vol 18, 4, 1978, pp 273-281.
- [51] P.G. Lafleur, M.R. Kamal, Polymer Engineering & Science, Vol 26, 1, 1986, pp 92-102.
- [52] M.R. Kamal, P.G. Lafleur, Polymer Engineering & Science, Vol 26, 1, 1986, pp 103-110.
- [53] M.R. Kamal, E. Chu, P.G. Lafleur, Polymer Engineering & Science, Vol 26, 3, 1986, pp 190-196.

- [54] J. Greener, G.H. Pearson, *Journal of Rheology*, 27, 1983, p 115.
- [55] L.C.E. Struik, *Polymer Engineering & Science*, Vol 18, 10, 1978, pp 799-811.
- [56] C. Fontaine, *Rapport fin d'étude ingénieur Sciences et matériaux : Etude du Retrait*, Université Paris XIII, 1987.
- [57] C. Burke, D. Kazmer, ANTEC 1992, pp 1354-1363.
- [58] M. Hecini, *Thèse de doctorat*, Ecole Nationale Supérieure des Arts et Métiers, Paris, 1992.
- [59] S.J. Willey, A.S. Ulmer, ANTEC 1986, pp 173-177.
- [60] J. Dupuis, *Thèse de Doctorat*, Université de Sciences et Techniques de Lille Flandres Artois, 1986.
- [61] S. Nomura, H. Kawai, I. Kimura, M. Kagiya, *Journal of Polymer Science*, Vol 5, 1967, pp 479-491.
- [62] R.S. Stein, *Technical Report*, University of Massachusetts Amherst Mass, 1962, pp 155-206.
- [63] I.M. Ward, *Polymer Symposium* 58, 1977, pp 1-21.
- [64] C.P. Lafrance, P. Chabot, M. Pigeon, R.E. Prud'homme, M. Pezolet, *Polymer*, Vol 34, 24, 1993, pp 5029-5037.
- [65] B. Jasse, Koenig, *Revue Macromolecule Chemistry*, C17, 1979, pp 61-72.
- [66] C.R. Desper, *Macromolecular Science*, August 1973, pp 501-543.
- [67] G.L. Wilkes, *Technical Report*, Princeton University, 1970, pp 91-136.
- [68] M. F. Bottin, *Thèse de Doctorat*, Université "Claude Bernard" LYON1, 1979.
- [69] V. Sabin, *Thèse de Doctorat*, Université des Sciences et Techniques de Lille Flandres Artois, 1996.
- [70] J.P. Trotignon, J.L. Lebrun, J. Verdu, *Plastics and Rubber processing and Applications*, 2, 1982, pp 247-251.

- [71] R.J. Samuels, *Journal of Applied Polymer Science*, Vol 26, 1981, pp 1383-1412.
- [72] R.E. Pepper, R.J. Samuels, ANTEC 1987, pp 556-561.
- [73] A Boldizard, S. Jacobsson, S. Hard, *Journal of Applied Polymer Science*, Vol 36, 1988, pp 1567-1581.
- [74] E. Fleischmann, *International Polymer Processing IV*, 1989, pp158-162.
- [75] R.G. Larsen, S.A. Khan, V.R. Raju, *Journal of Rheology*, 32(2), 1988, pp 145-161.
- [76] R. Wimberger-Frield, R.D.M.H. Hendriks, *Polymer*, Vol 30, June, 1989, pp 1143-1149.
- [77] W. Siebourg, H. Schmid, F.M. Rateike, S. Anders, U. Grico, H. Löwer, *Polymer Engineering & Science*, September, Vol 30, 18, 1990, pp 1133-1139.
- [78] B.E. Read, R.S. Stein, *Macromolecules*, Vol 1, 2, 1968, pp 116-126.
- [79] M.C. Tobin, M.J. Carrano, *Journal of Polymer Science*, Vol XXIV, 1957, pp 93-104.
- [80] B. Haworth, C. S. Hindle, G. J. Sandilands, J. R. White, *Plastics and Rubber Processing and Applications*, vol 2, n°1, 1982, pp59-71.
- [81] H. Mavridis, A. N. Hrymak, J. Vlachopoulos, *Polymer Engineering and Science*, vol 26, n°7, 1986, pp 449-454.
- [82] .C. Hardouin, *Rapport de fin d'étude, Ecole Polytechnique Féminine*, 1995, pp 1-74.
- [83] M. Houska, M. Brummel, *Polymer Engineering & Science*, Vol 27, 12, 1987, pp 917-924.
- [84] C.W. Myers, S.L. Cooper, *Applied Spectroscopy*, Vol 48, 1, 1994, pp 72-78.
- [85] R.J. Samuels, *Polymer Engineering & Science*, Vol 28, 13, 1988, pp 852-856.
- [86] R.J. Samuels, *Polymer Engineering & Science*, Vol 25, 14, 1985, pp864-874.
- [87] S.F. Walsh, ANTEC 1992, pp 965-968.

- [88] R.E. Pepper, R.J. Samuels, Antec 1990, pp 553-556.
- [89] R.P. Wool, W.O. Statton, Journal of Polymer Science, Vol 12, 1974, pp 1575-1586.
- [90] P.J. Miller, J.F. Jackson, R.S. Porter, Journal of Polymer Science, Vol 11, 1973, pp 2001-2012.
- [91] L. Schmidt, J. Ofermann , G. Menges, Polymer Engineering Reviews, Vol 1, 1, 1981, pp 1-17.
- [92] M.E. Jordon, T.D. Juska, I.R. Harrison, Polymer Engineering & Science. Vol 26, 10, 1986, pp 690-694.
- [93] L.W. Fritch, ANTEC 1990, pp 302-307.
- [94] M. Jensen, R.R. Whison, Polymer, vol 14, 1973, pp 193-207.
- [95] P. Forgacs, P. Hedvig, Journal of Polymer Science : Polymer Symposium 58, 1977, pp 77-84.
- [96] F. Rietch, Orientation et propriétés induites des polymères à l'état solide VII. Cours EUDIL, Lille.
- [97] I.H. Tavman, Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure D'Arts Et Métiers, Paris, 1987.
- [98] V. Tan, M.R. Kamal, ANTEC 1978, pp 339- 342.
- [99] F. Boitout, J.F. Agassant, M. Vincent, International Polymer Processing X, 3, 1995, pp 237-242.
- [100] G. Titomanlio, V. Drucato, M.R. Kamal, International Polymer Processing I, 2, 1987, pp 55-59.
- [101] G. Pötsch, W. Michaeli, ANTEC 1990, pp 355-358.
- [102] L.E. Hornberger, K.L. Devries, Polymer Engineering & Science, Vol 27, 19, 1987, pp 1473-1478.
- [103] A. Siegmann, A. Buchman, S. Kening, Polymer Engineering & Science. Vol 22, 9, 1982, pp 560-568.
- [104] T. Pham, C.P. Bosnyak, K. Sehanobish, ANTEC 1991, pp 1703-1709.
- [105] A.V. Iacopi, J.R. White, Journal of Applied Polymer Science, Vol 33, 1987, pp 577-606.

- [106] A.V. Iacopi, J.R. White, *Journal of Applied Polymer Science*, Vol 33, 1987, pp 607,623.
- [107] K.M.B. Jansen, *International Polymer Processing IX*, 1, 1994, pp 82-89.
- [108] F. Boitout, Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Supérieure Des Mines De Paris, 1993.
- [109] C.H.V. Hastenberg, P.C. Wildervanck, A.J.H. Leenen, G.G.J. Schennink, *Polymer Engineering & Science*, Mid-april, Vol 32, 7, 1992, pp 506,515.
- [110] R.G. Treuting, W.T. Read, *Journal of Applied Physics*, Vol 22, 2, 1951, pp 130-134.
- [111] J. F. Agassant, O. Denizart, M. Vincent, Etude expérimentale et théorique des contraintes résiduelles dans les pièces injectées en matière plastique, SFIP communication. 1988, pp F1-F18.
- [112] P. So, L.J. Broutman, *Polymer Engineering & Science*, Vol 16, 12, 1976, pp 785-791.
- [113] M. Thompson, J.R. White, *Polymer Engineering & Science*, Vol 24, 4, 1984, pp 227-241.
- [114] ASTM Standards E 837-92, 1992.
- [115] M.T. Flaman, J.M. Boag, *Experimental Mechanics*, December, 1990, pp 352- 355.
- [116] M.W.A. Paterson, J.R. White, *Journal of Material Science*, 24, 1989, pp 3521-3528.
- [117] J. Kubat, M. Rigdahl, *Internation. J. Polymeric Materials*, Vol 3, 1975, pp 287-299.
- [118] J. Kubat, M. Rigdahl, *Materials Science and Engineering*, 21, 1975, pp 63-70.
- [119] J. Kubat, J. Petermann, M. Rigdahl, *Materials Science and Engineering*, 19, 1975, pp 185-191.
- [120] L.D. Coxon, J.R. White, *Polymer Engineering & Science*, Vol 20, 3, 1980, pp 230-236.
- [121] M. Trznadel, *Journal Macromol. Sci.-Physic. B28 (3&4)*, 1989, pp 285-300.
- [122] B.D. Aggarwala, E. Saibel, *Physics and Chemistry of Glasses*. Vol 2. 5, 1961, pp 137-140.
- [123] J.M. Maucotel, *Caoutchoucs & Plastiques*, 721, mars 1993, pp39-41.

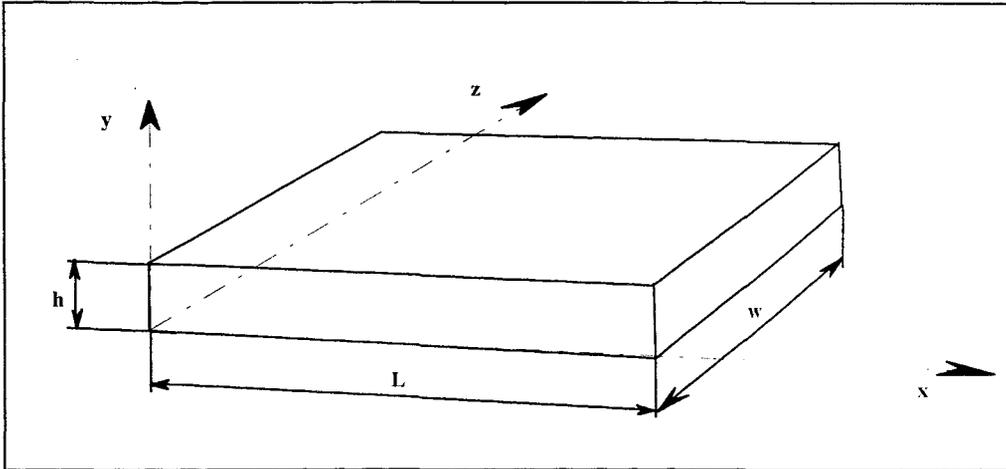
- [124] Plastiques Modernes et Elastomères, janvier/Fevrier 1986, pp 46-47.
- [125] W. Michaeli, M. Lauterbach, Kunststoffe German Plastics 79, 9, 1989, pp 852-856.
- [126] P. Girard, G. Salloum, L.P. Hebert, B. Sanschagrín, ANTEC 1991, pp 151-154.
- [127] M. St Jacques, Polymer Engineering & Science, Vol 22, 1982, pp 241-247
- [128] A. I. Isayev, T. Hariharan, Polymer Engineering & Science, Vol 25, 5, pp 271-278.
- [129] S.F. Walsh, Journal of Reinforced Plastics and Composites, Vol 12, 1993, pp 769- 777.
- [130] J.P. Trotignon, M. Piperaud, J. Verdu, A. Dobraczynski, Précis de matières plastiques, Nathan édition, 1985.
- [131] M. Rezayat, SDRC communication, San Diego, october 8, 1988, pp 1-10
- [132] E. Lafranche, DEA de Chimie Organique et Macromoléculaire, Université des Sciences et Techniques de Lille Flandre Artois, 1991.
- [133] C. W. Macosko, Rheology : Principles, Measurements and Applications, VCH Publishers Inc, New York, 1994, p 257.
- [134] J. P. Trotignon, Journal of Applied Polymer Science, vol 34, 1987, pp 1-18.

**ANNEXE 1**

***Résolution mécanique et thermique  
de l'écoulement dans une plaque***



**A : Résolution mécanique : régime permanent établi**



**1) Hypothèses cinématiques.**

Le champ de vitesse est défini par  $\vec{u} = \begin{cases} u(x,y) \\ v = 0 \\ w = 0 \end{cases}$

**2) Tenseur de vitesse de déformation.**

$$[\dot{\epsilon}] = \frac{1}{2} \left[ \frac{\partial u_i}{\partial x_j} + \frac{\partial u_j}{\partial x_i} \right]$$

$$[\dot{\epsilon}] = \begin{bmatrix} \frac{\partial u}{\partial x} & \frac{1}{2} \left[ \frac{\partial u}{\partial y} + \frac{\partial v}{\partial x} \right] & \frac{1}{2} \left[ \frac{\partial u}{\partial z} + \frac{\partial w}{\partial x} \right] \\ \frac{1}{2} \left[ \frac{\partial u}{\partial y} + \frac{\partial v}{\partial x} \right] & \frac{\partial v}{\partial y} & \frac{1}{2} \left[ \frac{\partial v}{\partial z} + \frac{\partial w}{\partial y} \right] \\ \frac{1}{2} \left[ \frac{\partial u}{\partial z} + \frac{\partial w}{\partial x} \right] & \frac{1}{2} \left[ \frac{\partial v}{\partial z} + \frac{\partial w}{\partial y} \right] & \frac{\partial w}{\partial z} \end{bmatrix}$$

Soit :

$$[\dot{\epsilon}] = \begin{bmatrix} \frac{\partial u}{\partial x} & \frac{1}{2} \frac{\partial u}{\partial y} & 0 \\ \frac{1}{2} \frac{\partial u}{\partial y} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}$$

On suppose le polymère incompressible :  $\text{tr}[\dot{\epsilon}] = 0$

d'où  $\frac{\partial u}{\partial x} = 0$        $u(x,y) = u(y)$

**Loi de comportement de Maxwell en pseudo plastique.**

$$[\sigma'] + \theta \frac{\delta[\sigma']}{\delta t} = 2K \left| \bar{\gamma} \right|^{m-1} [\dot{\epsilon}] \quad \text{avec} \quad \bar{\gamma} = \left| \frac{\partial u}{\partial y} \right|$$

*Dérivation convective*

$$\frac{\delta[\sigma']}{dt} = \frac{d[\sigma']}{dt} - [\nabla \bar{u}][\sigma'] - [\sigma'][\bar{u}\nabla]$$

$$\begin{bmatrix} \sigma'_{xx} & \sigma'_{yx} & \sigma'_{zx} \\ \sigma'_{xy} & \sigma'_{yy} & \sigma'_{zy} \\ \sigma'_{xz} & \sigma'_{yz} & \sigma'_{zz} \end{bmatrix} + \theta \begin{bmatrix} -2\sigma'_{xy} \frac{\partial u}{\partial y} & -\sigma'_{yy} \frac{\partial u}{\partial y} & -\sigma'_{yz} \frac{\partial u}{\partial y} \\ -\sigma'_{yy} \frac{\partial u}{\partial y} & 0 & 0 \\ -\sigma'_{zy} \frac{\partial u}{\partial y} & 0 & 0 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 0 & K \frac{\partial u}{\partial y} \left| \frac{\partial u}{\partial y} \right|^{m-1} & 0 \\ K \frac{\partial u}{\partial y} \left| \frac{\partial u}{\partial y} \right|^{m-1} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}$$

d'où

$$\begin{cases} \sigma'_{xx} - 2\theta \sigma'_{xy} \frac{\partial u}{\partial y} = 0 \\ \sigma'_{yx} - \theta \sigma'_{yy} \frac{\partial u}{\partial y} = K \frac{\partial u}{\partial y} \left| \frac{\partial u}{\partial y} \right|^{m-1} \\ \sigma'_{xz} - \theta \sigma'_{zy} \frac{\partial u}{\partial y} = 0 \\ \sigma'_{yy} = 0 \\ \sigma'_{yz} = 0 \\ \sigma'_{zz} = 0 \end{cases} \quad \begin{cases} \sigma'_{xx} = 2\theta K \left( \frac{\partial u}{\partial y} \right)^2 \left| \frac{\partial u}{\partial y} \right|^{m-1} \\ \sigma'_{xy} = K \frac{\partial u}{\partial y} \left| \frac{\partial u}{\partial y} \right|^{m-1} \\ \sigma'_{xz} = 0 \\ \sigma'_{yy} = 0 \\ \sigma'_{yz} = 0 \\ \sigma'_{zz} = 0 \end{cases}$$

D'autre part on sait que :

$$[\sigma] = [\sigma'] - p'[I]$$

Soit :

$$[\sigma] = \begin{bmatrix} -p' + 2\theta K \left( \frac{\partial u}{\partial y} \right)^2 \left| \frac{\partial u}{\partial y} \right|^{m-1} & K \frac{\partial u}{\partial y} \left| \frac{\partial u}{\partial y} \right|^{m-1} & 0 \\ K \frac{\partial u}{\partial y} \left| \frac{\partial u}{\partial y} \right|^{m-1} & -p' & 0 \\ 0 & 0 & -p' \end{bmatrix}$$

Equilibre dynamique : on néglige les forces de masse et d'inertie alors  $\text{div}[\sigma] = 0$

$$\begin{cases} 2\theta K \frac{\partial}{\partial x} \left( \frac{\partial u}{\partial y} \right)^2 \left| \frac{\partial u}{\partial y} \right|^{m-1} - \frac{\partial p'}{\partial x} + K \frac{\partial}{\partial y} \frac{\partial u}{\partial y} \left| \frac{\partial u}{\partial y} \right|^{m-1} = 0 \\ K \frac{\partial}{\partial x} \frac{\partial u}{\partial y} \left| \frac{\partial u}{\partial y} \right|^{m-1} - \frac{\partial p'}{\partial y} = 0 \\ -\frac{\partial p'}{\partial z} = 0 \end{cases}$$

$$\frac{\partial}{\partial x} \left[ \frac{\partial u}{\partial y} \right] = \frac{\partial^2 u}{\partial x \partial y} = \frac{\partial}{\partial y} \left[ \frac{\partial u}{\partial x} \right] = 0$$

Soit :

$$\begin{cases} -\frac{\partial p'}{\partial x} + K \frac{\partial^2 u}{\partial y^2} \left| \frac{\partial u}{\partial y} \right|^{m-1} = 0 \\ \frac{\partial p'}{\partial y} = \frac{\partial p'}{\partial z} = 0 \end{cases}$$

$$1) \quad \frac{\partial p'}{\partial x} = K \frac{\partial^2 u}{\partial y^2} \left| \frac{\partial u}{\partial y} \right|^{m-1}$$

$$P' = P'(x)$$

Conditions aux limites.

$$P'(0) = \Delta P'$$

$$P'(L) = 0$$

$$P'(X) = \Delta P' \left( 1 - \frac{X}{L} \right)$$

$$2) \quad K \frac{\partial}{\partial y} \left[ \frac{\partial u}{\partial y} \cdot \left| \frac{\partial u}{\partial y} \right|^{m-1} \right] = -\frac{\Delta P'}{L}$$

Le profil de vitesse est symétrique.

Conditions aux limites.

$$u = \left( \frac{h}{2} \right) = u \left( -\frac{h}{2} \right)$$

$$u(0) = u(h) = 0$$

$$\frac{\partial u}{\partial y} \left( \frac{h}{2} \right) = 0$$

$u(y) \nearrow$  de 0 à  $h/2$   
 $u(y) \searrow$  de  $h/2$  à  $h$

de  $0 \leq y \leq h/2$   $\frac{\partial u}{\partial y} \geq 0$

$$u(y) = \left( \frac{\Delta P'}{KL} \right)^{1/m} \frac{m}{m+1} \left[ \left( \frac{h}{2} \right)^{\frac{m+1}{m}} - \left( \frac{h}{2} - y \right)^{\frac{m+1}{m}} \right]$$

de  $\frac{h}{2} \leq y \leq h$   $\frac{\partial u}{\partial y} \leq 0$

$$u(y) = \left( \frac{\Delta P'}{KL} \right)^{1/m} \frac{m}{m+1} \left[ \left( \frac{h}{2} - y \right)^{\frac{m+1}{m}} - \left( \frac{h}{2} \right)^{\frac{m+1}{m}} \right]$$

Calcul du débit.

$$Q = 2W \int_0^{h/2} u(y) dy$$

$$Q = \frac{m}{2(2m+1)} \cdot \left( \frac{\Delta P'}{2KL} \right)^{1/m} \cdot h^{\frac{2m+1}{m}} \cdot W$$

et

$$u(y) = \frac{2m+1}{m} \langle V \rangle \left[ 1 - \left( \frac{2y}{h} \right)^{\frac{m+1}{m}} \right]$$

avec  $\langle V \rangle$  : vitesse moyenne au front de matière.

**B : Résolution thermique.**

Thermique pseudoplastique.

$$Q = 2W \left( \frac{\Delta P}{KL} \right)^{1/m} \frac{m}{2m+1} \left( \frac{h}{2} \right)^{\frac{2m+1}{m}}$$

$$u(y) = \frac{2m+1}{m+1} \cdot \langle V \rangle \cdot \left[ 1 - \left( \frac{2y}{h} \right)^{\frac{m+1}{m}} \right]$$

$$\langle V \rangle = \frac{Q}{S} = \left( \frac{\Delta P}{KL} \right)^{1/m} \frac{m}{2m+1} \left( \frac{h}{2} \right)^{\frac{m+1}{m}}$$

et  $\bar{\gamma}_{(y)} = -\frac{2m+1}{m} \cdot \langle V \rangle \cdot \left( \frac{2}{h} \right)^{\frac{m+1}{m}} y^{1/m}$

Equation de chaleur.

$$\rho_c \frac{\partial T}{\partial t} + \rho_c u \text{grad} T - k \Delta T - G = 0$$

**Régime permanent :**  $\frac{\partial T}{\partial t} = 0$

$$\rho_c \left[ u \frac{\partial T}{\partial x} + v \frac{\partial T}{\partial y} + w \frac{\partial T}{\partial z} \right] = k \left[ \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} \right] + G$$

avec :  $G = K |\bar{\gamma}|^{m+1}$

$$G = K \left[ \frac{2m+1}{m} \langle V \rangle \left( \frac{2}{h} \right)^{\frac{m+1}{m}} \right]^{m+1} y^{\frac{m+1}{m}}$$

$v = w = 0$

$$\frac{\partial T}{\partial z} = \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} = 0$$

*Nombre de Pecklet :*

$$Pe = \frac{\text{convection sens écoulement}}{\text{conduction sens écoulement}}$$

$$Pe = \frac{\rho_c}{k} u \frac{\partial T}{\partial x} \approx \frac{\rho_c}{k} \langle V \rangle L$$

**Equation de chaleur simplifiée.**

$$\rho_c u \frac{\partial T}{\partial x} = k \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} + K \left[ \frac{2m+1}{m} \langle V \rangle \left( \frac{2}{h} \right)^{\frac{m+1}{m}} \right] y^{\frac{m+1}{m}}$$

convection longitudinale = conduction latérale + dissipation

a) **Régime d'équilibre :**  $\frac{\partial T}{\partial x} = 0$

$$T(y) = T_p + \frac{K}{k} \left[ \frac{2m+1}{m} \langle V \rangle \left( \frac{2}{h} \right)^{\frac{m+1}{m}} \right]^{m+1} \frac{m}{2m+1} \cdot \frac{m}{3m+1} \left[ \left( \frac{h}{2} \right)^{\frac{3m+1}{m}} - y^{\frac{3m+1}{m}} \right]$$

Echauffement maximum pour  $y = 0$

$\Delta T_{\max} = T_{\max} - T_p$  Avec  $T_p$  : température de régulation de la paroi

$$\Delta T_{\max} = \frac{K}{k} \left[ \frac{2m+1}{m} \langle V \rangle \left( \frac{2}{h} \right)^{\frac{m+1}{m}} \right]^{m+1} \frac{m}{2m+1} \cdot \frac{m}{2m+3} \left( \frac{h}{2} \right)^{\frac{3m+1}{m}}$$

Ecart de température moyen :

$\Delta T_{\text{moy}} = \bar{T} - T_p$

$Wh\bar{T} = 2W \int_0^{h/2} T(y) dy$

$$\bar{T} = T_p + \frac{K}{k} \left[ \frac{2m+1}{m} \langle V \rangle \left( \frac{2}{h} \right)^{\frac{m+1}{m}} \right]^{m+1} \frac{m}{2m+1} \cdot \frac{m}{3m+1} \left( \frac{h}{2} \right)^{\frac{3m+1}{m}} \left[ 1 - \frac{m}{4m+1} \right]$$

b) **Régime adiabatique.**

$\left. \frac{\partial T}{\partial y} \right|_{y=h/2} = 0$

$$\rho_c Wh \langle V \rangle \frac{\partial T}{\partial x} = 2W \int_0^{h/2} K \left[ \frac{2m+1}{m} \langle V \rangle \left( \frac{2}{h} \right)^{\frac{m+1}{m}} \right]^{m+1} y^{\frac{m+1}{m}} dy$$

**Condition aux limites :**  $T(0) = T_0$

$$\boxed{\bar{T}(x) = T_0 + \frac{\Delta P}{\rho_c L} x}$$
 Avec  $T_0$  : température initiale du polymère

**c) Régime transitoire.**

$$\rho_c Wh \langle V \rangle \frac{\partial T}{\partial x} = 2W \int_0^{h/2} G dy - 2qW$$

avec :  $q = -k \frac{\partial T}{\partial y} \Big|_{y=h/2}$

**Conditions aux limites :**

a)  $\bar{T}(0) = T_0 = T_p$

*Température de la paroi est identique à la température initiale du polymère*

On pose le nombre de Cameron :  $Ca = \frac{kL}{h^2 \rho_c \langle V \rangle}$

$$\boxed{\bar{T}(x) = T_0 + \frac{K}{k} \langle V \rangle^{m+1} \left( \frac{2m+1}{m} \right)^m \frac{m}{4m+1} \left( \frac{h}{2} \right)^{1-m} \left[ 1 - e^{-4Ca \frac{4m+1}{2m+1} \left( \frac{2m+1}{m} \right)^m \frac{x}{L}} \right]}$$

b)  $\bar{T}(0) = T_0 \neq T_p$

*Température des parois est différente de la température initiale du polymère*

Si on pose le nombre de Brinkman :  $Br = \frac{K |\dot{\gamma}|^{m-1} \langle V \rangle^2}{k(T_p - T_0)}$

Alors :

$$\bar{T}(x) = T_0 + \frac{K}{k} \left[ |\dot{\gamma}|^{m-1} \frac{\langle V \rangle^2}{Br} + \langle V \rangle^{m-1} \left( \frac{2m+1}{m} \right) \frac{m}{4m+1} \left( \frac{h}{2} \right)^{1-m} \right] \cdot \left[ 1 - e^{-4Ca \frac{4m+1}{2m+1} \left( \frac{2m+1}{m} \right)^m \frac{x}{L}} \right]$$