

N° d'ordre:

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'Etat Solide

par

Eric DEBONDUE
Ingénieur Mines de Douai



**Les mécanismes de formation et de cohésion
des lignes de soudure de flux dans les pièces
injectées en matière plastique**

Soutenue le 08 Octobre 1997 devant le jury:

Président: M. X. COQUERET
Rapporteurs: M. J. GUILLET
M. J. VERDU
Examineurs: M. J.M. LEFEBVRE
M. P. PERDOUX
M. J. PABIOT



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 à l'Ecole des Mines de Douai, dans les laboratoires du Département Technologie des Polymères et Composites.

Je tiens à exprimer toute ma reconnaissance à Monsieur José PABIOT, Professeur Responsable du laboratoire d'accueil, pour l'encadrement qu'il m'a apporté et pour le temps qu'il a consacré à me guider et à me conseiller tout au long de ce travail.

Je remercie également Monsieur Xavier COQUERET, Professeur à l'Université Flandres Artois de Lille, d'avoir contribué à ce travail et d'avoir accepté de présider le jury.

Je suis aussi sensible à l'intérêt que Messieurs Jacques GUILLET, Professeur à l'Université Jean Monnet de Saint Etienne, et Jacques VERDU, Professeur à L'ENSAM de Paris, ont porté à ce travail en acceptant d'être rapporteurs de ce mémoire.

J'adresse également mes remerciements à Messieurs Jean Marc LEFEBVRE, Professeur à l'Université Flandres Artois de Lille, et Pierre PERDOUX, Responsable du Service Recherche de la Société Plastic Omnium, d'avoir bien voulu participer à ce jury.

Je tiens aussi à faire part de ma profonde gratitude à Monsieur Emile LORTHIOIR, Professeur et adjoint chargé de l'Enseignement au sein du Département Technologie des Polymères et Composites de l'Ecole des Mines de Douai, pour sa confiance et son soutien moral, et pour m'avoir encouragé à poursuivre lors des moments difficiles.

Un grand merci aussi à l'équipe de Monsieur Michel MARTEAUX, Responsable de l'atelier machines-outils du Département Productique de l'Ecole des Mines de Douai, pour la réalisation du moule d'injection sans lequel cette étude n'aurait été possible.

J'exprime aussi tous mes remerciements aux membres du personnel du Laboratoire Technologie des Polymères et Composites, en particulier à Eric, Lionel et Roger pour leur soutien lors de la préparation de cette thèse.

Je terminerai enfin par saluer Laurence, Virginie et particulièrement Pierre, ami et binôme de ce long périple, en souvenir des nombreux éclats de rire qui ont parsemé ces trois années de recherches.

SOMMAIRE

REMERCIEMENTS

INTRODUCTION

CHAPITRE I

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

I.1. Mécanisme général de formation des lignes de soudure	I.3
I.1.1. Principe de l'injection thermoplastique	3
I.1.2. Mise en évidence et définition des lignes de soudure	5
I.1.2.1. Remplissage d'un moule d'injection	5
I.1.2.2. Définitions des lignes de soudure	7
I.1.3. Formation de la ligne de soudure	9
I.1.3.1. Orientation moléculaire et orientation des charges	9
I.1.3.2. Formation des lignes de soudure frontales	14
I.1.3.3. Formation des lignes de soudure adjacentes	16
I.1.4. Conclusion.....	18
I.2. Aspect de surface des lignes de soudure	I.19
I.2.1. Aspect de surface des lignes de soudure des polymères amorphes	19
I.2.1.1. Paramètres influant sur la profondeur de la rainure	19
I.2.1.2. Paramètres influant sur la largeur de la rainure.....	21
I.2.2. Aspect de surface des lignes de soudure des polymères semi-cristallins.....	22
I.2.2.1. Paramètres influant sur la largeur de la rainure.....	22
I.2.3. Mécanismes de formation de la rainure.....	24
I.3. Caractéristiques des lignes de soudure	I.24
I.3.1. Lignes de soudure des polymères amorphes	24
I.3.1.1. Effet des paramètres d'injection sur les propriétés mécaniques	24
I.3.1.2. Caractéristiques géométriques de la rainure de surface	32
I.3.2. Lignes de soudure des polymères semi-cristallins	34
I.3.2.1. Morphologie de la ligne de soudure.....	34
I.3.2.2. Effet des paramètres d'injection sur les propriétés mécaniques	36
I.3.3. Lignes de soudure des polymères chargés	41
I.3.3.1. Influence des charges sur les propriétés mécaniques des lignes de soudure	42
I.3.3.2. Influence du type de ligne de soudure sur les propriétés mécaniques.....	44
I.3.3.3. Effet des paramètres de mise en oeuvre	45
I.3.3.4. Effet de la géométrie du moule.....	48
I.3.3.5. Réorganisation de l'orientation des fibres à la ligne de soudure.....	49
I.4. Conclusion et programme de recherche	I.55
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE I	I.56

CHAPITRE II

MATERIELS & METHODES

II.1. Matériaux transformés	II.3
II.2. Matériels expérimentaux de transformation	II.4
II.2.1. Presses à injecter les thermoplastiques	4
II.2.2. Outillages et instrumentations	5
II.2.2.1. Moule grappe d'éprouvettes	5
II.2.2.2. Moule plaque modulaire	7
II.2.2.3. Régulation thermique des moules.....	9
II.2.2.4. Mesure des températures des moules.....	9
II.2.2.5. Mesure des pressions	10
II.3. Matériels de caractérisation	II.11
II.3.1. Caractérisation mécanique.....	11
II.3.1.1. Machine d'essais universelle	11
II.3.1.2. Résistance au choc-flexion	12
II.3.2. Caractérisation physico-chimique.....	12
II.3.2.1. Analyse Enthalpique Différentielle	12
II.3.2.2. Analyse thermogravimétrique	12
II.3.2.3. Mesure des orientations moléculaires	13
II.3.3. Caractérisation rhéologique	13
II.3.3.1. Rhéomètre capillaire.....	13
II.3.3.2. Rhéomètre cône-plan	14
II.3.4. Caractérisation microscopique	14
II.3.4.1. Microscope optique.....	14
II.3.4.2. Microscope électronique à balayage.....	14
II.4. Méthodologie Taguchi	II.14
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE II	II.16

CHAPITRE III

LIGNES DE SOUDURE DES POLYMERES AMORPHES FRAGILES ET DUCTILES

III.1. Aspect de surface des lignes de soudure	III.3
III.1.1. Mise en évidence des lignes de soudure adjacentes et frontales	3
III.1.2. Influence des paramètres d'injection sur la largeur de la rainure.....	4
III.1.2.1. Choix des grandeurs expérimentales	4
III.1.2.2. Conditions de moulage	6
III.1.2.3. Résultats	7
III.1.3. Conclusion.....	13

III.2. Ligne de soudure du Polystyrène: Influence des paramètres de moulage sur les propriétés mécaniques et mécanismes de cohésion	III.16
III.2.1. Matériau et matériel de transformation utilisés.....	16
III.2.2. Analyse expérimentale des mécanismes de déformation et de rupture au droit d'une ligne de soudure	17
III.2.2.1. Choix des grandeurs expérimentales	17
III.2.2.2. Résultats expérimentaux	19
III.2.2.3. Mise en évidence expérimentale du double effet d'entaille et d'autodiffusion moléculaire.....	31
III.2.2.4. Analyses fractographiques.....	37
III.2.2.5. Conclusion quant aux mécanismes de déformation et de rupture au droit d'une ligne de soudure	43
III.2.3. Calcul de l'effet d'autodiffusion moléculaire dans une ligne de soudure.....	44
III.2.3.1. Théorie de la reptation et autodiffusion.....	44
III.2.3.2. Calcul du coefficient d'autodiffusion D	47
III.2.3.3. Application aux lignes de soudure.....	51
III.2.3.4. Discussion	56
III.3. Ligne de soudure du Polycarbonate	III.59
III.3.1. Matériau et paramètres de transformation	59
III.3.2. Comportement mécanique	59
III.4. Discussion et conclusion	III.61
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE III	III.63

CHAPITRE IV

LIGNES DE SOUDURE DES POLYMERES SEMI-CRISTALLINS

IV.1. Matériau et conditions de transformation	IV.3
IV.2. Comportement mécanique	IV.4
IV.2.1. Lois de comportement	4
IV.2.1.1. Eprouvettes avec ligne de soudure	5
IV.2.1.2. Eprouvettes sans ligne de soudure	6
IV.2.1.3. Conclusion	6
IV.2.2. Influence des paramètres d'injection sur les caractéristiques mécaniques	6
IV.2.3. Influence de la vitesse de sollicitation.....	8
IV.2.3.1. Comportement en traction	8
IV.2.3.2. Comportement au choc Charpy.....	8
IV.2.3.3. Conclusion	9
IV.3. Analyse microstructurale	IV.10
IV.3.1. Orientations moléculaires	10
IV.3.2. Cristallinité	12
IV.3.3. Analyses microscopiques	14
IV.3.4. Conclusion	16
IV.4. Conclusion	IV.16
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE IV	IV.18

CHAPITRE V

LIGNES DE SOUDURE DES POLYMERES CHARGES

V.1. Morphologie des lignes de soudure	V.3
V.1.1. Examen visuel des lignes de soudure	3
V.1.1.1. Ligne de soudure frontale	3
V.1.1.2. Ligne de soudure adjacente	4
V.1.2. Examen visuel de la surface des pièces	5
V.1.3. Remplissage par incomplets	5
V.1.3.1. Ligne de soudure frontale	6
V.1.3.2. Ligne de soudure adjacente	6
V.1.4. Orientation des fibres	9
V.1.4.1. Orientation des fibres hors ligne de soudure.....	12
V.1.4.2. Orientation des fibres à la soudure frontale.....	12
V.1.4.3. Orientation des fibres à la soudure adjacente.....	13
V.1.4.4. Orientation des fibres en bordure de plaque	13
V.1.5. Discussion	14
V.1.5.1. Ligne de soudure adjacente	14
V.1.5.2. Ligne de soudure frontale	15
V.1.6. Conclusion	15
V.2. Caractérisation mécanique des lignes de soudure des polymères chargés	V.16
V.2.1. Influence des paramètres d'injection	16
V.2.1.1. Comportement mécanique des lignes de soudure du PP30FVC	19
V.2.1.2. Analyses microscopiques.....	30
V.2.1.3. Analyse microstructurale.....	35
V.2.1.4. Conclusion.....	49
V.2.1.5. Calcul prévisionnel de la résistance au seuil de la ligne de soudure	52
V.2.1.6. Conclusion.....	55
V.2.2. Influence des paramètres géométriques sur les caractéristiques mécaniques	56
V.2.2.1. Influence de la position de découpe des éprouvettes et de la section des seuils d'injection	56
V.2.2.2. Influence des épaisseurs	63
V.2.2.3. Conclusion.....	64
V.2.3. Influence des longueurs de fibres.....	66
V.2.4. Conclusion générale	68
V.2.5. Remèdes	69
V.2.5.1. Intrusion par écoulement arrière	69
V.2.5.2. Intrusions multiples - système "push-pull"	69
V.2.5.3. Intrusion par figeage différentiel des seuils	70

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE V _____ V.78

CONCLUSION

ANNEXES

INTRODUCTION

La Plasturgie s'intéresse à l'ensemble des techniques de mise en forme des matières plastiques.

Depuis sa naissance, la Plasturgie a assuré son développement non seulement en substituant les matières plastiques aux matériaux classiques (*bois, métaux, . . .*), mais aussi en se basant sur les facilités de mises en oeuvre de ces matériaux polymères. La création continuelle de nouvelles matières plastiques a permis une croissance impressionnante. Au cours des 50 dernières années, la production mondiale est passée de quelques 80 000 tonnes à plus de 100 millions de tonnes [FED 96]¹.

La Plasturgie couvre un champ d'applications très large incluant des secteurs traditionnels tels l'emballage, l'électricité, le bâtiment, l'agriculture, l'électroménager, ainsi que des domaines de pointe comme le nucléaire, l'aéronautique et le médico-chirurgical.

Source de ce développement, l'évolution des méthodes de transformation est à la base d'une industrie bien différenciée dont l'injection est un des procédés les plus employés.

Outre le fait qu'il soit bien adapté à la production en grande série, le moulage par injection permet de réaliser en une seule étape des pièces complexes pouvant intégrer de multiples fonctions. Cet avantage est particulièrement bien exploité dans la construction automobile.

Cependant, l'injection de ces équipements, de par leur taille et leur complexité, nécessite l'emploi de moules à alimentation multi-seuils et/ou dotés d'inserts. Les écoulements de polymères se voient donc inévitablement perturbés, et les séparations et recombinaisons des flux de matière contribuent à la formation de lignes de soudure.

Inhérentes au processus d'injection, ces lignes de soudure sont alors synonymes de problèmes d'aspect de surface et de faiblesses mécaniques. Si possible, les moulistes et transformateurs, aidés de moyens informatiques, font alors en sorte que ces zones soudées se situent en des endroits de la pièce non visibles ou non sollicités mécaniquement. Dans le cas contraire, le problème de la ligne de soudure reste entier et les mécanismes de formation et les affaiblissements qu'elles génèrent se doivent d'être connus afin d'une part, de pouvoir y remédier et d'autre part, de concevoir une pièce de façon optimale. Tel est l'objet de ce travail.

¹ Référence:

[FED 96] *Le panorama de la Plasturgie 1995/1996, Etudes économiques. Fédération de la plasturgie.*

CHAPITRE I

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

CHAPITRE I

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

I.1. Mécanisme général de formation des lignes de soudure	I.3
I.1.1. Principe de l'injection thermoplastique	3
I.1.2. Mise en évidence et définition des lignes de soudure	5
I.1.2.1. Remplissage d'un moule d'injection	5
I.1.2.2. Définitions des lignes de soudure	7
I.1.3. Formation de la ligne de soudure	9
I.1.3.1. Orientation moléculaire et orientation des charges	9
I.1.3.2. Formation des lignes de soudure frontales	14
I.1.3.3. Formation des lignes de soudure adjacentes	16
I.1.4. Conclusion	18
I.2. Aspect de surface des lignes de soudure	I.19
I.2.1. Aspect de surface des lignes de soudure des polymères amorphes	19
I.2.1.1. Paramètres influant sur la profondeur de la rainure	19
I.2.1.2. Paramètres influant sur la largeur de la rainure	21
I.2.2. Aspect de surface des lignes de soudure des polymères semi-cristallins	22
I.2.2.1. Paramètres influant sur la largeur de la rainure	22
I.2.3. Mécanismes de formation de la rainure	24
I.3. Caractéristiques des lignes de soudure	I.24
I.3.1. Lignes de soudure des polymères amorphes	24
I.3.1.1. Effet des paramètres d'injection sur les propriétés mécaniques	24
I.3.1.2. Caractéristiques géométriques de la rainure de surface	32
I.3.2. Lignes de soudure des polymères semi-cristallins	34
I.3.2.1. Morphologie de la ligne de soudure	34
I.3.2.2. Effet des paramètres d'injection sur les propriétés mécaniques	36
I.3.3. Lignes de soudure des polymères chargés	41
I.3.3.1. Influence des charges sur les propriétés mécaniques des lignes de soudure	42
I.3.3.2. Influence du type de ligne de soudure sur les propriétés mécaniques	44
I.3.3.3. Effet des paramètres de mise en oeuvre	45
I.3.3.4. Effet de la géométrie du moule	48
I.3.3.5. Réorganisation de l'orientation des fibres à la ligne de soudure	49
I.4. Conclusion et programme de recherche	I.55
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE I	I.56

I.1. Mécanisme général de formation des lignes de soudure

I.1.1.Principe de l'injection thermoplastique

Le moulage par injection des polymères thermoplastiques est un procédé discontinu de mise en forme de pièces de géométries complexes en grande série. Le processus consiste à transférer sous haute pression une résine thermoplastique, rendue fluide par chauffage, dans un moule fermé et régulé en température. 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 l'empreinte.

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 (cf fig I.1)
- un ensemble de commande.

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. L'énergie mécanique représente à elle seule près de 60% du besoin énergétique de la plastification. La vis de l'ensemble de plastification (④ sur la figure I.1) est animée d'un mouvement de rotation et est mobile en translation.

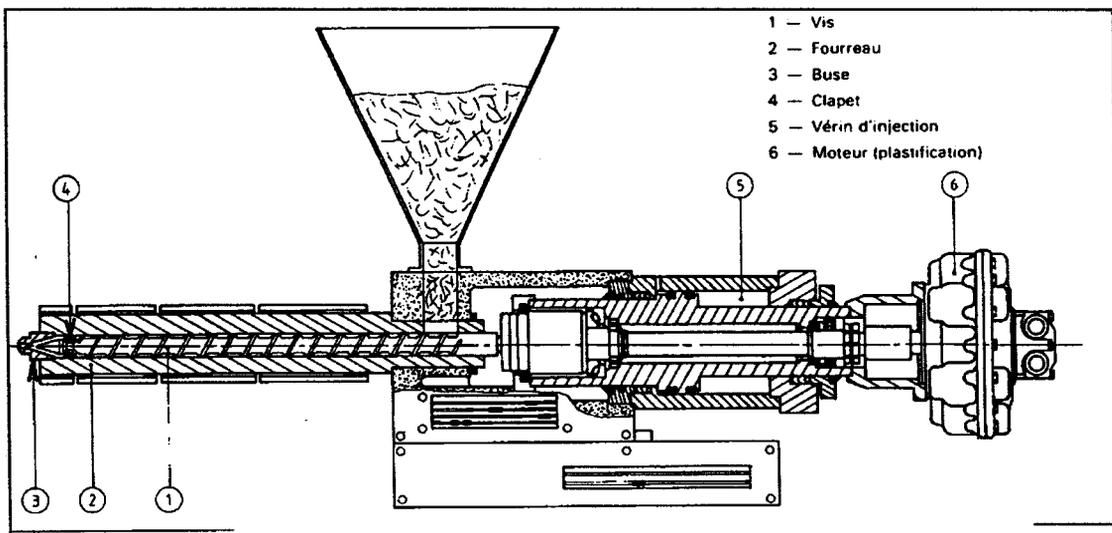


fig I.1: Groupe de plastification d'une presse moderne.

Le polymère, emmagasiné dans la trémie sous forme de granulés solides, tombe par gravité dans les filets de la zone d'alimentation de la vis. Sous

l'action de la température et de la pression, il se compacte rapidement en un solide indéformable de forme hélicoïdale dans l'espace vis-fourreau (① et ② sur la figure I.1) [BAR]. La plastification du polymère s'effectue dans la zone de compression de la vis, sous l'action combinée de colliers chauffants et de l'autoéchauffement provoqué par le malaxage intense. Le polymère fondu est alors stocké à l'avant du fourreau, après recul de la vis sous l'effet d'une montée en pression du polymère dans la zone de stockage. C'est l'étape du dosage.

- 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 joue le rôle 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 secondes à quelques secondes*), et la pression exercée sur la matière augmente rapidement d'une valeur proche de la pression atmosphérique jusqu'à une valeur qui dépend de la résistance à l'écoulement du polymère visqueux dans la buse (③ sur la figure I.1), dans les canaux d'alimentation et dans l'empreinte du moule. L'augmentation de pression dans la phase de remplissage dépend de nombreux paramètres de réglage de la presse [MEN 80], notamment de la vitesse d'injection, des températures de la matière et de l'outillage, de la géométrie des seuils et de la pièce, ainsi que de la précision et du type d'asservissement utilisés 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. Celle-ci est d'autant plus forte que la matière plastifiée continue à être introduite dans la pièce. C'est la phase de compactage où le polymère fondu est comprimé dans son enveloppe solidifiée.

- La solidification du polymère: A la fin de la phase dynamique d'injection, la pièce s'apparente à un matériau "sandwich" constitué d'une peau solide et d'une âme compactée de polymère visqueux. C'est à partir de cet instant initial que la phase de post-remplissage est appliquée. La solidification s'effectue en 2 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 finales de la pièce.

I.1.2. Mise en évidence et définition des lignes de soudure

I.1.2.1. Remplissage d'un moule d'injection

La complexité du remplissage d'un moule d'injection amène de nombreux auteurs [GIL 50, GILM 50, SPE 51, BAL 59, BALL 59, BEY 60, JAC 60] à chercher à visualiser des écoulements en réalisant des incomplets successifs de pièces en phase d'injection. Les études de Kamal & al. [KAM 72], White & al. [WHI 74] et Schmidt [SCH 74] montrent que le remplissage d'un moule plaque à épaisseur constante s'effectue de manière ordonnée pour une vitesse d'injection modérée:

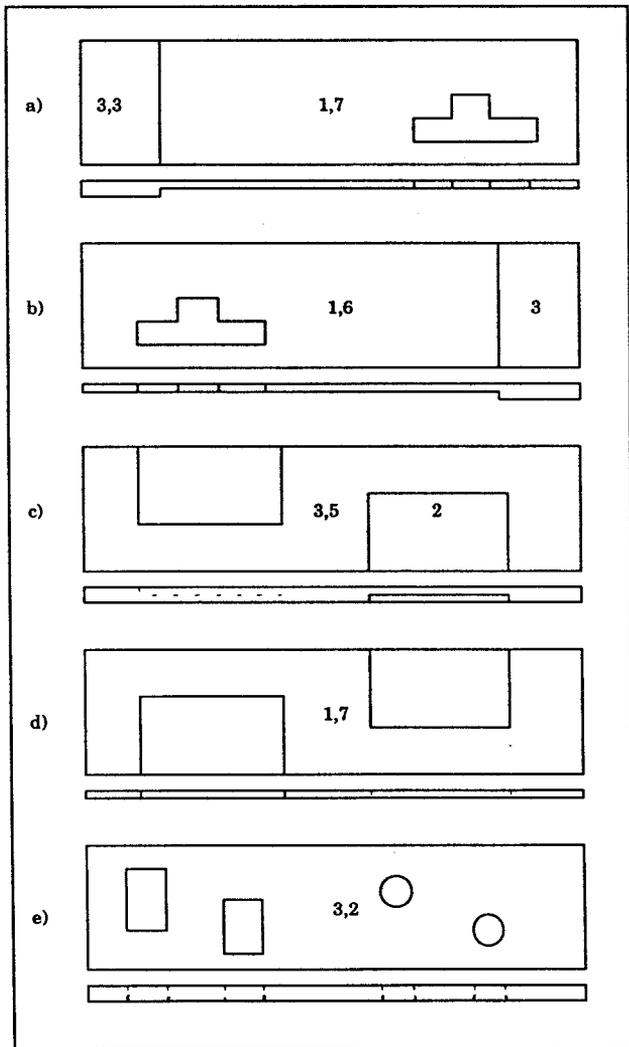


fig I.2: Empreintes utilisées par Krueger et Tadmor. Les nombres indiquent les épaisseurs des cavités en mm. [KRU 80].

Pendant la phase initiale du remplissage, après passage du seuil d'injection, l'écoulement est radial et le front d'écoulement arbore une forme circulaire. Au fur et à mesure que le front s'éloigne du seuil d'injection, sa forme se modifie et la composante principale de la vitesse devient parallèle à la direction de l'écoulement. Le front d'écoulement est alors rectiligne pour un remplissage isotherme ou incurvé pour un remplissage dans un moule froid [WHI 74]. Cependant, la progression du front d'écoulement est beaucoup plus complexe dans des moules contenant des inserts ou une distribution non uniforme des épaisseurs. Krueger & al. [KRU 80] étudient les avancées d'un front de polystyrène en utilisant une cavité rectangulaire de dimensions 40 mm x 150 mm. L'empreinte peut être modulée en y incorporant des inserts de formes et de tailles variables, créant ainsi, soit des obstacles à l'écoulement, soit des régions d'épaisseurs différentes (cf fig I.2).

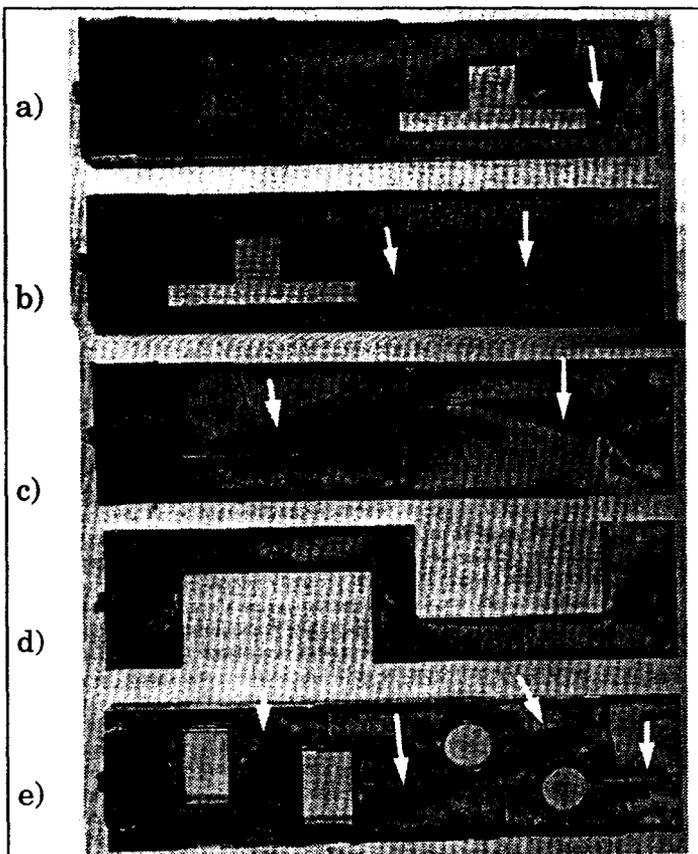


fig I.3: Photographies d'incomplets superposés en lumière polarisée. [TAD 79]. Les flèches indiquent l'emplacement des lignes de soudure.

Les positions et allures des fronts d'avancée de matière sont déterminées par incomplets, et quelques uns des résultats obtenus sont illustrés figure I.3.

La figure I.3.a) montre que la forme du front est circulaire dans la section la plus épaisse de la cavité et qu'elle subit une perturbation en entrant dans la section mince de l'empreinte. Le front d'écoulement est ensuite divisé par l'insert et se réunit ensuite derrière cet obstacle en formant une ligne de soudure (*indiquée par les flèches sur la figure I.3*). L'emplacement et la forme de la ligne de soudure sont déterminés par le profil de l'écoulement autour de l'insert. Ce dernier perturbe considérablement la direction du front d'avancée de matière qui détermine l'orientation moléculaire (*cf § I.1.3.1*).

La figure I.3.b) montre les incomplets obtenus lorsque l'insert est placé près du seuil d'injection et dans une section de faible épaisseur. La position et l'allure de la ligne de soudure se voient modifiées ainsi que les profils d'avancée de matière.

Les incomplets de la figure I.3.c) sont réalisés dans une empreinte en forme de "S" dotée de deux cavités rectangulaires de faible épaisseur. Deux lignes de soudure se forment et la seconde s'incurve alors qu'elle pénètre dans la section la plus épaisse de l'empreinte.

L'écoulement obtenu dans la cavité en forme de "S" de la figure I.3.d) ne présente, quant à lui, aucune ligne de soudure. En revanche, la mise en place d'inserts de géométries différentes (*rectangulaire et circulaire*) entraîne la formation de lignes de soudure (*cf fig I.3.e*).

Les observations précédentes montrent clairement toute la complexité d'un écoulement, même au sein d'un moule à géométrie simple. En particulier, il est intéressant de remarquer que la ligne de soudure occasionne un défaut visuel sur l'objet injecté.

I.1.2.2. Définitions des lignes de soudure

D'une manière générale, et compte tenu du paragraphe précédent, une ligne de soudure se forme dès que des fronts avançants de matière se rencontrent, c'est à dire quand leurs normales extérieures sont de sens opposés ou convergents [TAD 79]. En pratique, 4 cas sont à distinguer:

Lignes de soudure frontales

Le premier cas se présente fréquemment lors de l'utilisation de moules multi-seuils souvent nécessaires pour réaliser des pièces complexes (cf fig I.4). Ce type de ligne de soudure est qualifié par Boundy et Boyer [BOU 52] de "ligne de soudure froide". Dans la suite de l'étude, cette soudure en face-à-face sera nommée "ligne de soudure frontale".

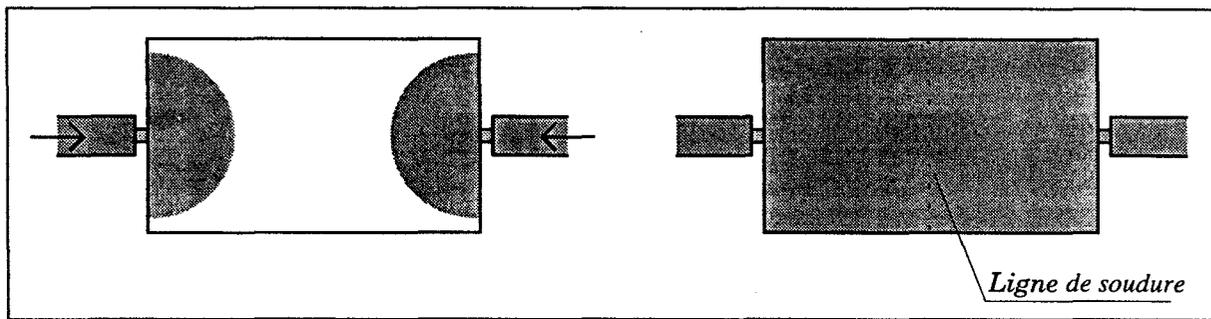


fig I.4: Ligne de soudure frontale causée par une injection multi-seuils.

Lignes de soudure adjacentes

Le second cas se rencontre lorsque le moule contient soit des seuils adjacents, soit des inserts ou noyaux qui contribuent inévitablement à la séparation d'un flux initial. Après contournement de l'insert, les flux de matière se recombinent et donnent naissance à une zone de soudure (cf fig I.5). Boundy et Boyer [BOU 52] désignent ce type de soudure "ligne de soudure chaude". Dans la suite de l'étude, elle sera nommée "ligne de soudure adjacente".

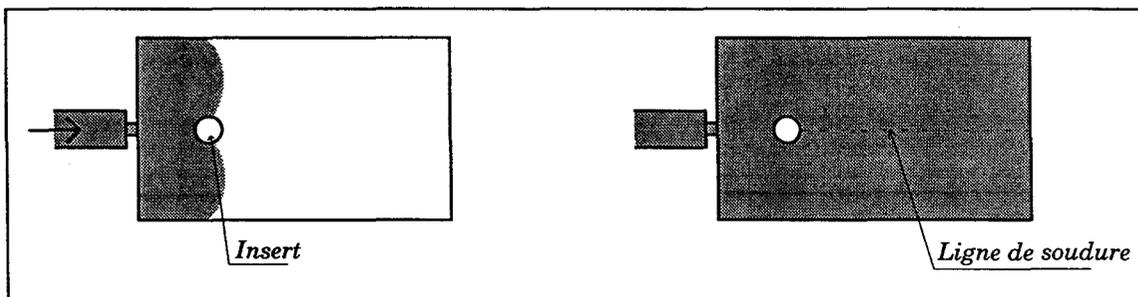


fig I.5: Ligne de soudure adjacente causée par la présence d'un insert

Lignes de soudure dues au jet libre

Le phénomène de jet libre (*jetting*) est aussi à l'origine de la formation de lignes de soudure. Celui-ci a lieu lorsqu'un seuil d'injection fait face à une paroi du moule trop éloignée et lorsque la vitesse d'injection est très élevée [ODA 76]. Le polymère est alors projeté sous forme de méandres à travers la cavité jusqu'à ce qu'il rencontre une paroi du moule ou une couche de matière solidifiée. Sous l'effet de la pression, les méandres se joignent et forment des lignes de soudure (fig I.6).

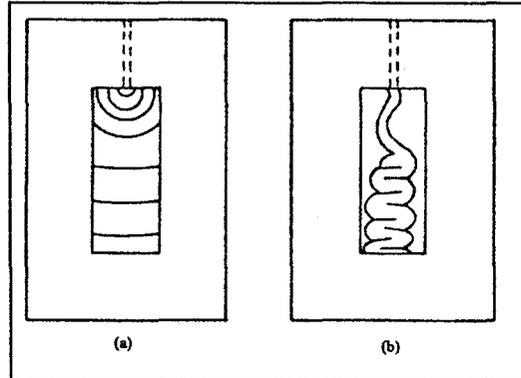


fig I.6: Remplissages normal (a), avec jet libre (b). [WHI 79].

ODA & al. [ODA 76] associent le phénomène de jet libre au gonflement du polymère en sortie de seuil. D'après les auteurs, le jetting apparaît lorsque l'équation {I.1} est vérifiée:

$$\frac{d}{D} = B \leq \frac{2H}{D} \quad \{I.1\}$$

avec: d: le diamètre d'écoulement en sortie de seuil
 D: le diamètre du seuil
 B: le gonflement du polymère
 2H: l'épaisseur de la plaque (cf fig I.7).

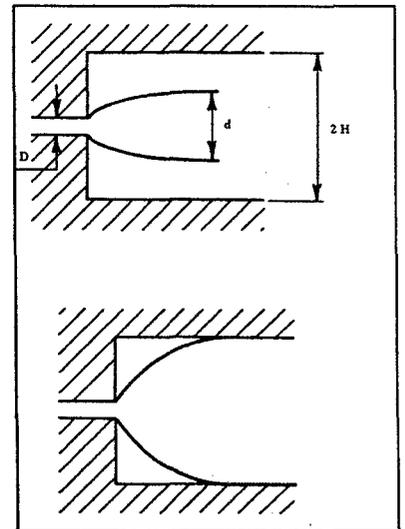


fig I.7: Mécanisme de formation du jet libre. [WHI 79].

La relation {I.1} montre alors qu'un remplissage stable de la cavité (*contact du polymère avec les parois du moule*) dépend de deux paramètres géométriques du moule que sont la taille du seuil et l'épaisseur de la pièce, ainsi que d'un facteur rhéologique du polymère (*gonflement*).

Lignes de soudure dues à des variations d'épaisseur

Les lignes de soudure apparaissent également lorsque le front d'écoulement se voit perturbé par une variation d'épaisseur de la pièce injectée (cf fig I.3.c)). Il en résulte des fronts d'écoulement adjacents, de vitesses d'avancée différentes, qui créent ainsi des lignes de soudure de type adjacentes.

Les 4 types de lignes de soudure décrites ci-dessus sont souvent visibles et se traduisent par les imperfections de surface qui dépendent du type de matériaux utilisés.

Il est en effet possible d'observer pour des matériaux chargés une accumulation de charges ou de pigments en surface, dont l'incidence sur l'aspect est encore plus amplifiée au cours d'opérations de peinture ou de métallisation sous vide.

Certains matériaux, comme le polystyrène et le polypropylène peuvent quant à eux présenter respectivement une rainure de surface ou une surépaisseur (*matérialisée par une bosse*) au niveau de la soudure.

I.1.3. Formation de la ligne de soudure

Afin d'explicitier la formation de la ligne de soudure, il semble opportun de s'attacher en premier lieu à l'étude des fronts de matière avant qu'ils ne se rencontrent.

I.1.3.1. Orientation moléculaire et orientation des charges

Menges et Wübken [MEN 72] étudient l'orientation moléculaire en mesurant le retrait d'échantillons microtomés de polystyrène amorphe prélevés dans toute l'épaisseur d'éprouvettes injectées.

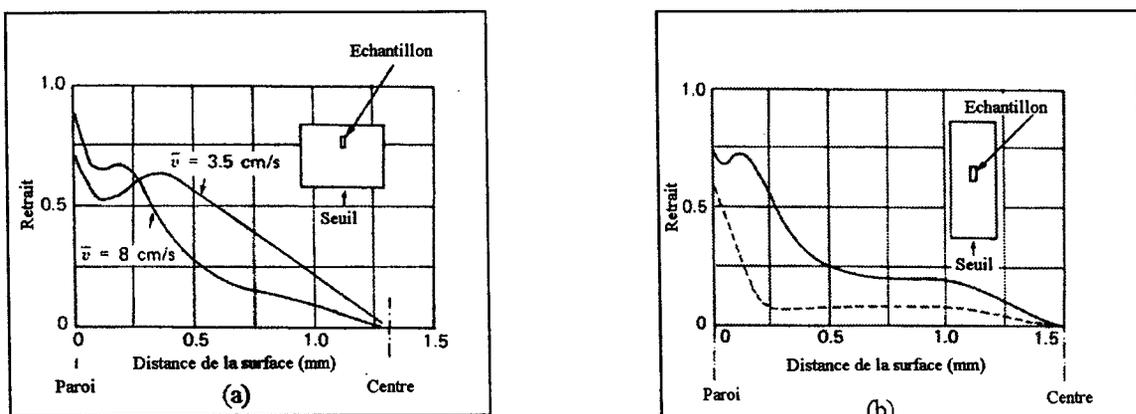


fig I.8: (a): Distributions du retrait d'échantillons de Polystyrène pour deux vitesses d'injection dans le sens longitudinal. (b): Comparaison des retraits dans le sens longitudinal (trait plein) et dans le sens transverse (en pointillés). [MEN 72].

La figure I.8.a) montre la distribution du retrait dans le sens de l'écoulement pour deux vitesses d'injection différentes. Ces deux courbes

indiquent clairement l'existence d'une distribution complexe de l'orientation possédant un ou plusieurs maxima. Dans la direction de l'écoulement, le retrait est maximum à la surface, décroît ensuite, repasse par un maximum et devient progressivement négligeable en se rapprochant du plan médian de la plaque. La figure I.8.b) indique, quant à elle, que le retrait longitudinal est présent près de la surface de la pièce, tandis que le retrait transverse décroît de façon continue vers zéro.

Menges et Wübken [MEN 72] supposent que le retrait est lié à l'orientation moléculaire causée par l'écoulement du polymère pendant le remplissage du moule. Ils suggèrent alors que les orientations longitudinale et transverse en surface (*fig I.8.b*) sont issues du front d'avancée de matière, tandis qu'une orientation supplémentaire révélée par le second maximum de la valeur du retrait dans le sens longitudinal provient d'un écoulement de cisaillement. Les auteurs postulent donc que ce maximum secondaire est dû à un taux de cisaillement maximum situé entre la couche de polymère déjà solidifiée sur la paroi et le centre de l'éprouvette.

De plus, Ballman & al. [BALL 60] suggèrent que la relaxation moléculaire est un phénomène qui diminue l'orientation moléculaire après cessation de l'écoulement. La valeur nulle du retrait au centre de la section s'explique alors facilement en considérant le gradient thermique auquel est soumise l'éprouvette à l'intérieur de la cavité du moule. Au centre de celle-ci, les macromolécules ont la possibilité de se relaxer avant d'être figées.

Les remarques de Menges et Wübken [MEN 72] sont importantes dans le sens où elles supposent qu'il existe deux sources principales d'orientation moléculaire dans le processus d'injection:

- un écoulement au front d'avancée de matière
- un écoulement de cisaillement en amont du front de matière.

La première d'entre elles est primordiale quant à l'orientation moléculaire à la surface de la pièce et au mécanisme de formation des lignes de soudure.

Rose [ROS 61], le premier, propose un modèle qualitatif d'écoulement connu sous le nom d'"effet volcan" ou d'"effet fontaine". Ce mécanisme, approfondi par Tadmor [TAD 74], est relatif à l'écoulement au front d'avancée de matière.

Selon le modèle de Tadmor [TAD 74], les orientations longitudinale et transverse en surface sont le fait de l'écoulement fontaine alors que le reste de l'orientation est principalement le fait de l'écoulement de cisaillement en amont du front.

La figure I.9 représente des éléments de fluide au centre du front d'écoulement, schématisés par les rectangles de couleur noire. Ces derniers subissent un écoulement élongationnel.

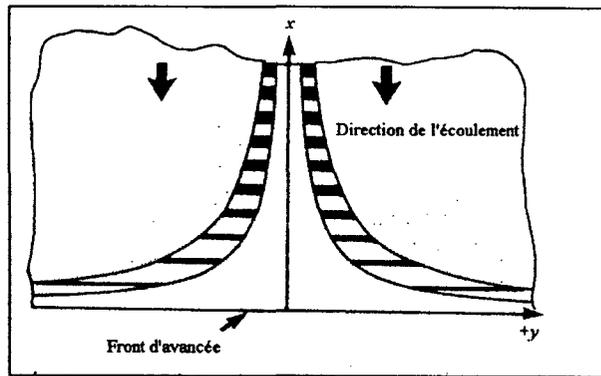


fig I.9: Représentation schématique du front d'écoulement dans la partie centrale. Les rectangles noirs représentent les déformations subies par les particules. [TAD 79].

En considérant l'écoulement bi-dimensionnel (entre deux plaques proches l'une de l'autre) et le polymère incompressible ($\text{div } \mathbf{v} = 0$), alors les profils de vitesses dans un système de coordonnées se déplaçant à la vitesse moyenne $\langle v \rangle$ du front sont:

$$v_x = -\dot{\epsilon} x \quad \text{(I.2)}$$

$$v_y = \dot{\epsilon} y \quad \text{(I.3)}$$

$$v_z = 0 \quad \text{(I.4)}$$

Le taux d'élongation, $\dot{\epsilon}$, est déterminé en supposant que la vitesse maximale $v_{x \text{ max}}$, en amont du front d'écoulement, diminue jusqu'à une valeur égale à celle de la vitesse moyenne du front $\langle v \rangle$. La distance sur laquelle cette décélération a lieu est supposée équivalente à l'épaisseur de la cavité.

Ainsi, le taux d'élongation s'exprime par:

$$\dot{\epsilon} = \frac{dv_y}{dy} = -\frac{dv_x}{dx} = \frac{\langle v \rangle - v_{x \text{ max}}}{H} \quad \text{(I.5)}$$

avec H, l'épaisseur de la cavité.

Si le polymère est considéré comme un fluide régi par le modèle de la loi puissance en écoulement isotherme, alors (cf Annexe 1):

$$v_{x \text{ max}} = \frac{2n+1}{n+1} \langle v \rangle \quad \text{(I.6)}$$

où n est l'indice de pseudo-plasticité.

En substituant l'équation {I.6} dans {I.5}, le taux d'élongation devient:

$$\dot{\epsilon} = \left(\frac{n}{n+1} \right) \frac{\langle v \rangle}{H} \quad \text{[I.7]}$$

Selon ce modèle, le taux d'élongation augmente avec la vitesse d'injection et diminue pour une épaisseur de cavité croissante. $\dot{\epsilon}$ augmente aussi avec le coefficient de pseudo-plasticité.

Les observations expérimentales de Menges et Wübken [MEN-72] révèlent cependant une orientation en surface dans le sens de l'écoulement, alors que les hypothèses précédentes suggèrent une orientation élongationnelle dans le sens perpendiculaire à l'écoulement (*dans la direction de l'axe y*). Théorie et expérience concordent si la forme réelle semi-circulaire du front d'écoulement est prise en compte. Les particules suivent alors la surface libre du front jusqu'à ce qu'elles atteignent la paroi du moule comme le montre la figure I.10.

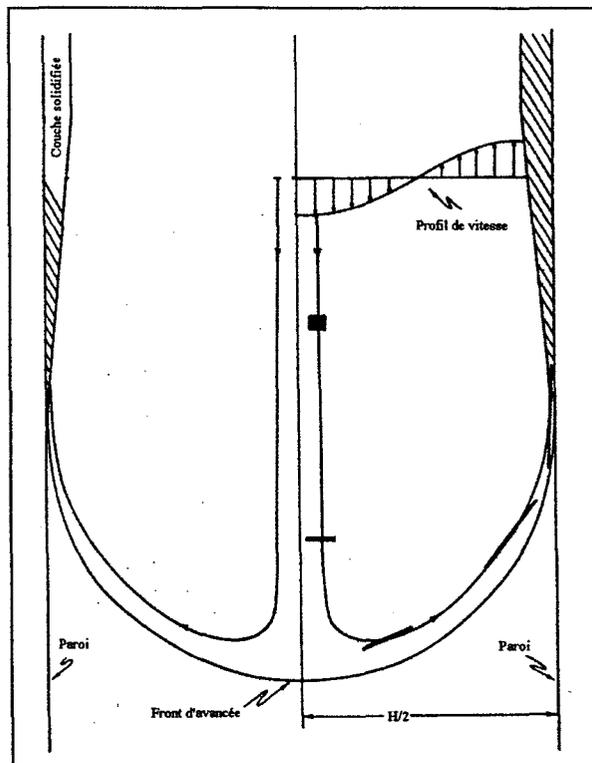


fig I.10: Représentation schématique de l'écoulement fontaine. [TAD 74].

Par conséquent, les macromolécules qui étaient orientées par l'effet fontaine selon la direction de l'axe y se déposent selon la direction de l'axe x sur les parois du moule. Au contact de ces parois, les macromolécules se figent et conservent un maximum d'orientation élongationnelle. Sous les couches de surface, la relaxation moléculaire peut s'établir, ce qui réduit l'orientation.

L'orientation moléculaire de pièces injectées dépend donc d'une part, d'un écoulement mixte (*cisaillement et élongation*) pendant la phase d'injection du

polymère, et d'autre part d'une thermique au sein de la pièce qui permet une relaxation des macromolécules (*à coeur*) pendant la phase de refroidissement.

Les pièces injectées en polymères chargés présentent quant à elles des orientations de charges particulières au sein de leur épaisseur. L'état d'orientation est également déterminé par les caractéristiques de l'écoulement mixte, mais les charges étant généralement des éléments rigides, elles ne subissent pas, comme les macromolécules, de phénomène de relaxation.

D'une manière générale, les auteurs ayant publié sur ce sujet reconnaissent qu'une pièce injectée en polymère chargé (*en l'occurrence de fibres de verre*) possède une structure multicouche dont le nombre de couches varie de 3 pour Kamal & al. [KAM 89] à 11 pour Kaliske & al. [KAL 75].

L'illustration d'une structure 5 couches est présentée figure I.11. Il apparaît:

- 2 couches de peau C_1 , relativement fines et possédant généralement un faible pourcentage de fibres [MAS 67], qui résultent de l'écoulement fontaine déjà décrit plus haut. Les fibres provenant du centre de l'écoulement subissent l'écoulement élongationnel dans la région du front d'écoulement et se déposent ensuite sur les parois du moule (*figeage instantané*) en s'orientant préférentiellement dans le sens de l'écoulement.
- 2 couches intermédiaires C_2 qui résultent de l'écoulement de cisaillement en amont du front de matière. Dans le cas d'un écoulement non isotherme (*injection de polymère fondu dans un moule froid*), le profil de vitesse n'est plus parabolique (*comme il est montré en Annexe 1*), mais il possède 2 points d'inflexion [WHI 75]. Ceux-ci résultent des faibles températures et fortes viscosités existantes dans la région proche des parois du moule. Le taux de cisaillement maximum n'est alors plus atteint au niveau de la paroi du moule (*cas d'un écoulement isotherme*) mais au niveau des points d'inflexion. Le cisaillement induit alors, sous la couche de matière déjà solidifiée (C_1), une orientation préférentielle dans le sens de l'écoulement dans la zone où le taux de cisaillement est maximum [VIN 84].
- 1 couche de coeur C_3 , dans laquelle les fibres gardent une orientation perpendiculaire à la direction de l'écoulement. Ce phénomène provient, d'une part d'un écoulement divergent (*sortie du seuil d'injection*), qui a tendance à orienter les fibres dans une position d'équilibre stable et dans une direction perpendiculaire à celle de l'écoulement [VIN 84]. D'autre part, elle provient d'un taux de cisaillement nul à coeur qui ne permet pas aux fibres de se réorienter. Celles-ci conservent donc leur état d'orientation initial.

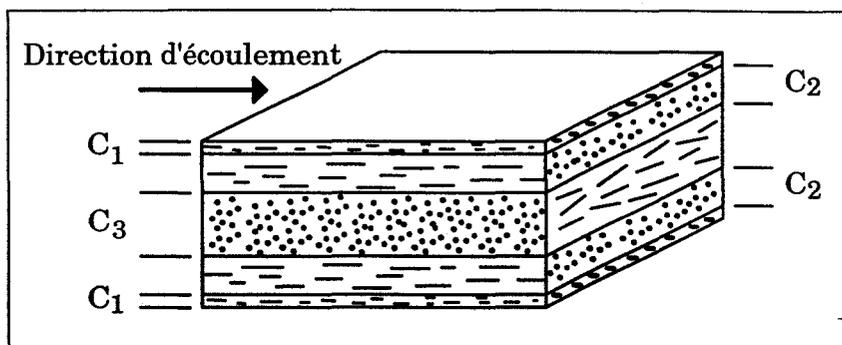


fig I.11: Etat d'orientation des fibres dans un composite injecté. (structure 5 couches).

I.1.3.2. Formation des lignes de soudure frontales

Cas des polymères non chargés

Le modèle d'écoulement fontaine décrit précédemment permet alors facilement de comprendre la formation des lignes de soudure rencontrées lors de l'injection des polymères. En supposant qu'il n'y ait pas de phénomène de jet libre, il apparaît évident que la soudure des deux fronts est caractérisée, selon l'effet fontaine, par une orientation des macromolécules dans le sens perpendiculaire au sens de l'écoulement (cf fig I.12).

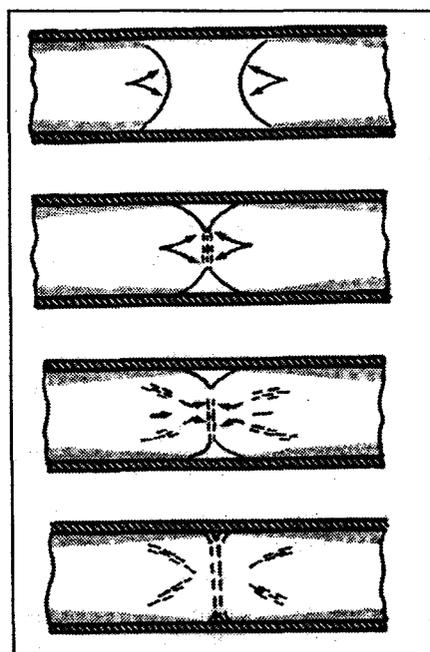


fig I.12: Représentation schématique de la formation de la ligne de soudure frontale. Les régions de couleur grise représentent les couches de surface solidifiées, les pointillés indiquent les régions subissant un écoulement élongationnel. [TAD 79].

Après contact tangentiel des deux fronts, un écoulement prend place dans la direction de l'épaisseur de la cavité. Ce dernier accentue l'étirement des macromolécules et a tendance à s'opposer à l'effet de la pression de maintien censée éviter notamment toute aspérité de surface au droit de la soudure.

Du point de vue microscopique, Kim & al. [KIM 86] attribuent la structure de la ligne de soudure du polystyrène, non seulement à l'orientation moléculaire, mais aussi à la diffusion des chaînes moléculaires à travers l'interface polymère-polymère. La diffusion est supposée prendre fin lorsque la température de l'interface devient inférieure à la température de transition vitreuse.

Cas des mélanges de polymères et polymères chargés

Thamm [THA 77] étudie la morphologie des lignes de soudure frontales de mélanges de polypropylène et d'éthylène-propylène-diène (EPDM) en utilisant diverses techniques microscopiques. Ses travaux montrent que les particules d'EPDM à la surface des échantillons sont, soit étirées pour des moules de faible épaisseur, soit circulaires pour des moules d'épaisseur plus importante. Les phases dispersées d'EPDM se comportent en fait comme des éléments de la figure I.10. La figure I.13 démontre la nature élongationnelle de l'écoulement au front d'avancée de matière: Les nodules "traceurs" d'EPDM sont déformés de chaque côté de la ligne de soudure. Ces observations confirment l'existence de l'écoulement fontaine.



fig I.13: Photographie au microscope électronique à balayage d'une ligne de soudure frontale formée pendant l'injection de Polypropylène+15% d'EPDM. Les nodules d'EPDM sont extraits par traitement à l'hexane. [THA 77].

L'orientation des charges à la ligne de soudure est aussi le reflet de l'écoulement fontaine [FIS 91]. L'orientation de fibres de verre ou de paillettes est en effet très marquée dans le plan de rencontre des 2 fronts d'écoulement (cf fig I.14) et résulte également de l'écoulement élongationnel au front d'avancée de matière.

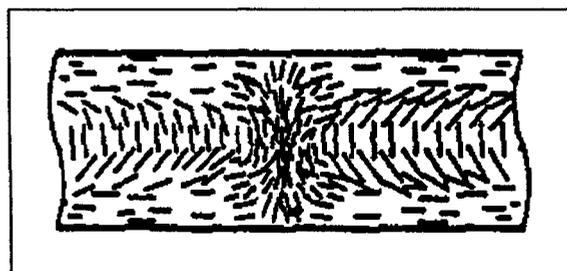


fig I.14: Orientation des fibres dans la direction de l'épaisseur d'une ligne de soudure frontale. [FIS 91].

De plus, la position parallèle au plan de la ligne de soudure de ces charges réduit la possibilité de diffusion des macromolécules à l'interface polymère-polymère.

I.1.3.3. Formation des lignes de soudure adjacentes

Cas des polymères non chargés

L'utilisation de moules à paroi transparente et d'un système vidéo, permet à Yokoi & al. [YOK 91] de visualiser le mécanisme de formation des lignes de soudure de quatre polymères (*PS*, *PS modifié choc*, *PMMA*, *ABS*). Deux types de moules sont utilisés: une cavité rectangulaire ($65 \times 25 \times 2 \text{ mm}^3$; cavité n°1) à seuil unique dotée d'un insert, et une autre cavité rectangulaire ($85 \times 40 \times 2 \text{ mm}^3$; cavité n°2) alimentée par deux seuils juxtaposés distants de 20 mm. Les profondeurs des rainures obtenues au droit de la ligne de soudure sont évaluées par rugosimétrie (*Surfcom 200B*, rayon de palpeur: $5 \mu\text{m}$). Les auteurs considèrent que la ligne de soudure disparaît pour une profondeur mesurée nulle.

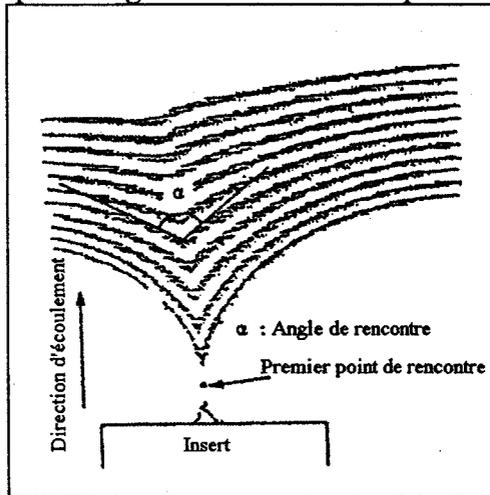


fig I.15: Représentation des fronts d'écoulement successifs après contournement d'un insert. [YOK 91].

La figure I.15 présente l'évolution d'un front d'écoulement après contournement d'un insert parallélépipédique (cavité n°1). Les résultats obtenus montrent que les lignes de soudure disparaissent pour un angle de rencontre particulier appelé "angle de disparition". Cet angle de disparition, $\alpha_{\text{disp.}}$, est de plus indépendant des conditions d'injection, à savoir, vitesse d'injection, température de la matière et température du moule. $\alpha_{\text{disp.}}$ semble aussi ne pas dépendre de la cavité utilisée comme le montre le tableau I.1.

	PS	PS Choc	PMMA	ABS
cavité n°1	140°-148°	121°-135°	133°-141°	118°-128°
cavité n°2	138°-148°	124°-135°	127°-136°	127°-130°

tableau I.1: Angles de disparition de la ligne de soudure pour divers matériaux. [YOK 91].

Yokoy & al. [YOK 91] explicitent ci-dessous le mécanisme de formation de la ligne de soudure adjacente.

La figure I.16 représente schématiquement le comportement de l'écoulement au point de rencontre des deux fronts. Les profils de ces fronts sont des surfaces tridimensionnelles (A). Au cours du déplacement des fronts, l'écoulement fontaine développe ces surfaces 3-D contre les parois du moule. Il en résulte des surfaces planes (B). Or, le développement d'une surface 3-D en une surface 2-D ne peut s'effectuer sans création d'une surface supplémentaire. La ligne de soudure adjacente peut donc être considérée comme étant le résultat du plissement de cette surface supplémentaire. Ainsi, quand l'angle de rencontre diminue, l'aire de la surface supplémentaire augmente. De plus, un angle de rencontre plus faible provoque une augmentation des forces latérales causées par l'écoulement qui est perpendiculaire à la ligne de soudure (*composantes 'a' et 'c' des vitesses d'écoulement de la figure I.16.(b)*). Il en résulte la formation d'une ligne de soudure étroite et

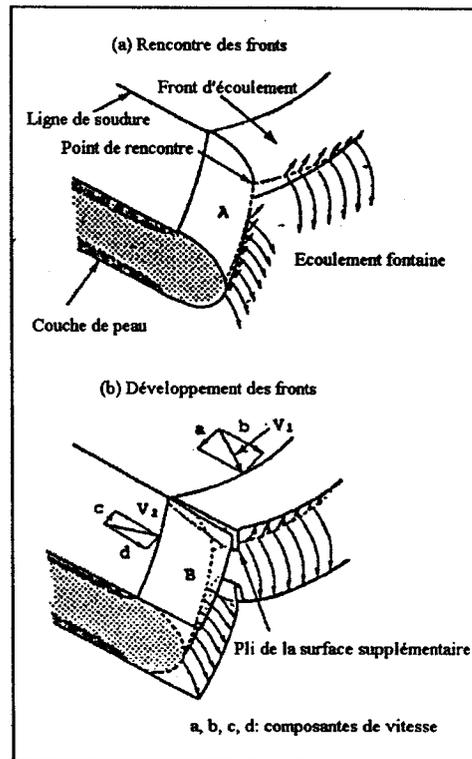


fig I.16: Formation de la ligne de soudure adjacente. [YOK 91].

profonde. Au contraire, si l'angle de rencontre devient important, l'aire de la surface supplémentaire et les forces latérales diminuent, ce qui induit une section de ligne de soudure plus large et moins profonde.

Les profils transitoires de la section de la ligne de soudure se décomposent alors comme suit:

- une entaille initiale pointue et étroite (*forme en "V"*)
- une rainure intermédiaire plus large et moins profonde en forme de "U"
- une surface plane sans rainure.

Cas des polymères chargés

Des coupes polies d'échantillons permettent à Fisa & al. [FIS 91, FISA 91] d'observer l'état d'orientation de renforts (*fibres et paillettes de verre*) au droit de lignes de soudure adjacentes. Les auteurs indiquent que les lignes de soudure possèdent une couche de surface (*peau*), similaire à celle observée en dehors de la zone de soudure, et qu'elles sont également constituées d'une couche de coeur dans laquelle les fibres ou paillettes sont orientées transversalement et dans la direction de l'écoulement (*cf fig I.17*).

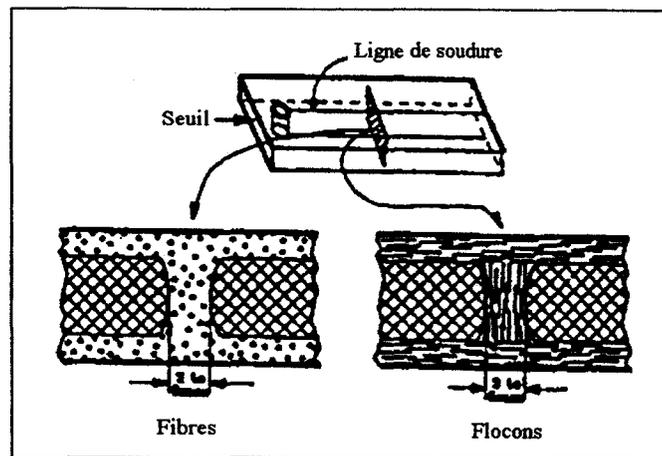


fig I.17: Etat d'orientation de particules de renforcement d'une ligne de soudure adjacente. [FIS 91].

I.1.4. Conclusion

La rencontre de flux d'écoulement, qu'elle soit frontale ou adjacente se caractérise du point de vue microscopique par une discontinuité d'orientation des macromolécules ou des renforts.

Cependant, les renforts étant des entités rigides, cette discontinuité persiste dans toute l'épaisseur de la pièce, alors que les macromolécules ont la possibilité de perdre cet état d'orientation par relaxation moléculaire.

Du point de vue macroscopique, il est également montré que la ligne de soudure est matérialisée par un défaut de surface.

I.2. Aspect de surface des lignes de soudure

Le développement rapide des équipements et des procédés permet la réalisation de pièces de plus en plus volumineuses et complexes. Ces grandes pièces comportent donc de grandes surfaces qui nécessitent de nos jours des critères d'apparence. Elles entraînent aussi l'utilisation de moules multi-seuils dans le but de permettre un remplissage complet de l'empreinte, d'où une multiplication des lignes de soudure.

Le peu d'études concernant l'aspect surfacique de la ligne de soudure traite principalement de l'influence des paramètres d'injection sur les dimensions de la rainure obtenue au droit de la région soudée. La distinction entre polymères amorphes et semi-cristallins est discutée. La littérature ne mentionne d'ailleurs pas d'études concernant l'aspect de surface des lignes de soudure de polymères chargés.

I.2.1. Aspect de surface des lignes de soudure des polymères amorphes

I.2.1.1. Paramètres influant sur la profondeur de la rainure

Lors de leurs investigations sur la formation des lignes de soudure adjacentes, Yokoi & al. [YOK 91] utilisent un rugosimètre (*Surfom 200B*, rayon de palpeur $5 \mu\text{m}$) afin de déterminer la profondeur de la ligne de soudure. La figure I.18 montre les relations existant entre la profondeur de la soudure du polystyrène et l'angle de rencontre des deux fronts.

Les variables sont le débit d'injection, les températures de la matière et du moule. L'empreinte utilisée comprend un seuil unique avec insert parallélépipédique (*cavité n°1*). Il apparaît clairement (*cf fig I.18*) que le débit est le facteur le plus influant en ce qui concerne la profondeur de la ligne de soudure. Un débit élevé diminue la profondeur de la rainure.

L'influence du débit d'injection sur la profondeur des lignes de soudure pour les quatre matériaux est également étudiée (*cf fig I.19*). Le moule employé cette fois-ci est muni de deux seuils juxtaposés (*cavité n°2*).

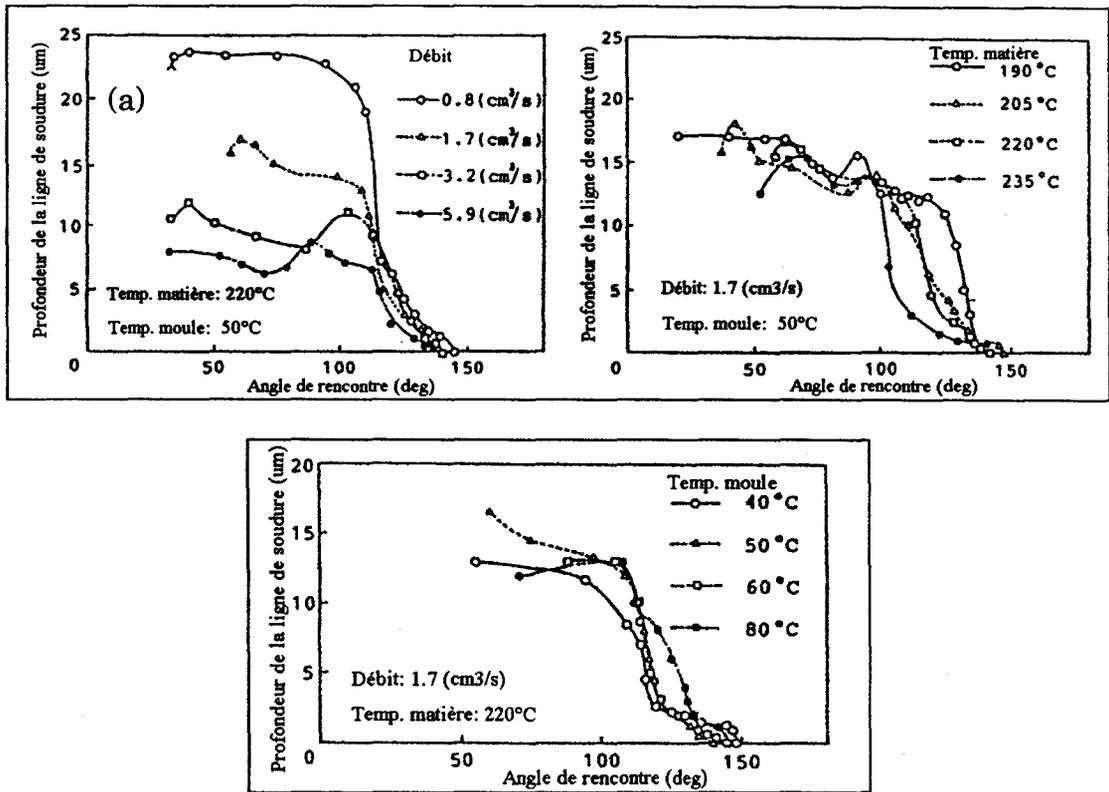


fig I.18: Relations entre la profondeur de la ligne de soudure et l'angle de rencontre du polystyrène pour diverses conditions d'injection (débit, températures de la matière et du moule).(cavité n°1). [YOK 91].

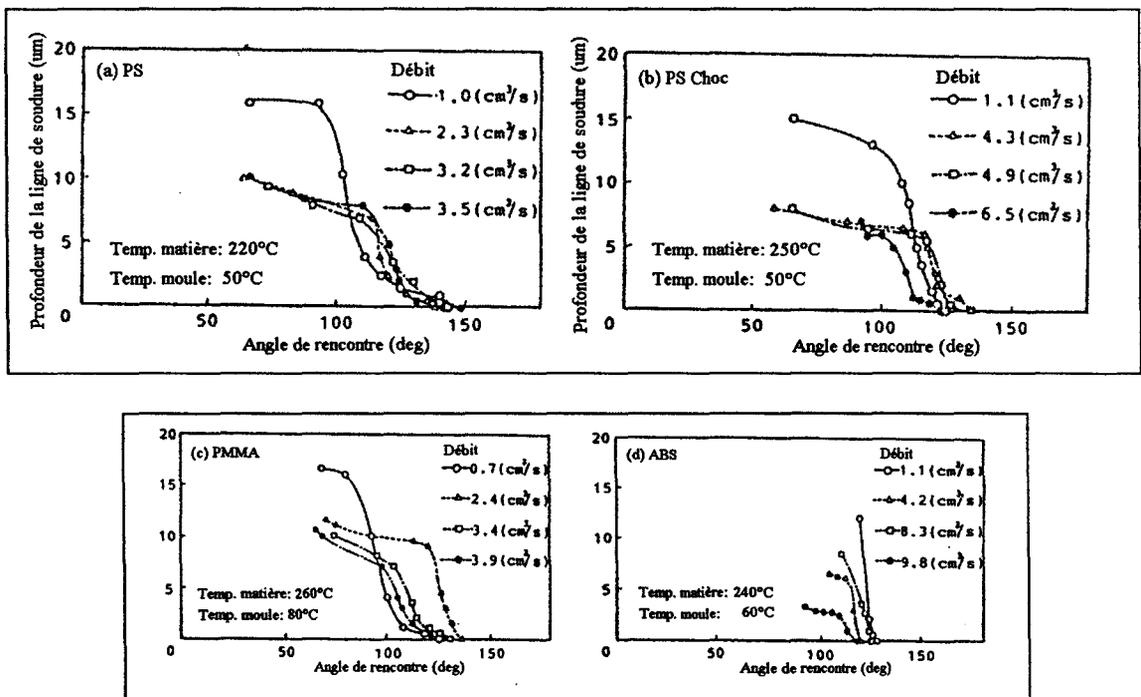


fig I.19: Relations entre la profondeur de la ligne de soudure et l'angle de rencontre pour divers matériaux (cavité n°2). [YOK 91].

La comparaison des figures I.18a) et I.19a) indique un comportement différent selon l'empreinte utilisée. Dans le deuxième cas, il existe un débit maximum au delà duquel la profondeur de la soudure ne diminue plus. La même constatation peut être apportée pour le PS Choc et le PMMA (cf figs I.19b) et c)).

I.2.1.2. Paramètres influant sur la largeur de la rainure

Piccarolo & al. [PIC 88] observent, par microscopie optique en réflexion, l'influence des paramètres d'injection (*températures de la matière et du moule, débit, pression et temps de maintien*) sur la largeur de la rainure de deux grades de polystyrène désignés PS1 et PS2 (*pour un taux de cisaillement donné, la viscosité de PS1 est supérieure à celle de PS2*).

Les échantillons sont réalisés dans une empreinte rectangulaire de dimensions 140 mm x 20 mm et d'épaisseur 2 mm dotée de deux seuils placés en vis-à-vis. Les lignes de soudure frontales ainsi obtenues sont révélées, en surface des éprouvettes, par la présence d'une rainure. Cependant, les largeurs des rainures sont différentes selon la direction des marques d'usinage des parois du moule. Des rainures profondes, uniformes et bien définies sont observées lorsque les marques d'usinage sont perpendiculaires au plan de la ligne de soudure. Lorsque les marques d'usinage sont parallèles au plan de la ligne de soudure, les rainures sont généralement plus larges et moins régulières. Dans le cas des polystyrènes étudiés, les auteurs postulent que la largeur de la ligne de soudure est principalement liée aux paramètres d'injection qui influencent directement la température des fronts d'écoulements, à savoir, par ordre d'importance décroissante, le débit d'injection, la température de la matière et la température du moule. Quand la valeur de ces paramètres croît, la largeur de la rainure diminue. Pour des marques d'usinage perpendiculaires au plan de la soudure, lorsque le débit diminue de 11 cm³/sec à 4.5 cm³/sec, la largeur de la rainure passe de 4 µm à 8µm pour PS1 (*température de la matière: 230°C, température du moule: 40°C, pression de maintien: 45 MPa, temps de maintien: 10 sec*).

Pour des conditions opératoires identiques (*mêmes températures, pression et temps de maintien*), la largeur de la rainure de PS1 est toujours supérieure à celle de PS2. Cette différence est cependant plus prononcée pour de faibles débits.

Krasnecky [KRA 91] étudie, quant à lui, l'aspect de surface des lignes de soudure adjacentes d'un ABS. Il réalise 18 séries d'échantillons en faisant varier les températures de la matière et du moule, ainsi que le débit d'injection. Il soumet ensuite ses différents échantillons à l'avis de huit observateurs. En fonction du classement de ces derniers, Krasnecky en déduit que la température du moule est le facteur clé quant à l'aspect de la ligne de soudure adjacente de l'ABS. Une température du moule élevée rend moins visible la ligne de soudure.

I.2.2. Aspect de surface des lignes de soudure des polymères semi-cristallins

I.2.2.1. Paramètres influant sur la largeur de la rainure

Piccarolo & al. [PIC 87, PIC 89] étudient l'influence des paramètres d'injection sur la largeur des lignes de soudure frontales d'un PA 6. Les paramètres étudiés sont les températures d'injection (230°C et 280°C) et du moule (30°C et 130°C), le débit de remplissage ($12\text{ cm}^3/\text{sec}$ et $72\text{ cm}^3/\text{sec}$), la pression de maintien (30 MPa et 80 MPa) et le temps de maintien (8 sec et 15 sec). Des observations microscopiques par réflexion [PIC 87] et transmission [PIC 89] sont effectuées.

Les auteurs constatent que les lignes de soudure sont presque indécélables lorsque les traces d'usinage du moule sont parallèles au plan de la soudure. Lorsque ces mêmes traces sont perpendiculaires au plan de la soudure, la rencontre des deux fronts se traduit soit par une rainure, soit par une surépaisseur. Comme il a été énoncé plus haut, pour toutes les conditions d'injection et quelles que soient les traces d'usinages, le polystyrène présente une rainure de surface au droit de la ligne de soudure. Le retrait volumique semble donc gouverner le mécanisme de formation de la rainure des polymères semi-cristallins.

De plus, l'aspect de la ligne de soudure semble dépendre en premier lieu de la température du moule. En effet, pour une faible température (30°C), la ligne de soudure se manifeste par la présence d'une rainure alors que pour une température du moule de 130°C , une surépaisseur apparaît.

Une augmentation de la température d'injection tend à diminuer la largeur de la rainure surtout pour basse température du moule (*l'effet est moins prononcé quand la température du moule est élevée*).

Une réduction du temps de maintien entraîne soit une diminution de la surépaisseur soit un angle en fond de rainure plus acéré.

Une baisse de la pression de maintien entraîne une diminution de la surépaisseur ou un émoussement de l'angle en fond d'entaille, lorsque le temps de maintien est supérieur au temps de solidification des seuils.

Pour toutes les conditions opératoires étudiées, une diminution du débit semble améliorer l'aspect visuel de la ligne de soudure (*émoussement de l'angle vif, diminution de la profondeur de rainure et de la surépaisseur*).

Tous les facteurs qui influencent le champ de températures quand les fronts se rencontrent sont significatifs pour l'emplacement et l'ampleur du retrait. Ces facteurs sont:

- le refroidissement du polymère le long des lignes de flux, qui devient significatif quand le débit de remplissage est faible
- le refroidissement du polymère dans la direction de l'épaisseur et la formation d'une couche de matière solidifiée pendant le remplissage. Cet effet s'accroît lorsque le débit diminue
- l'écoulement fontaine au centre duquel la température est plus élevée qu'en surface
- l'autoéchauffement dû à la viscosité.

Les positions axiales, d_s ($d_s = 0$ à la ligne de soudure), et les temps (t_s) de solidification de la première section sont calculés [PIC 89] et sont retranscrits figure I.20 pour un débit d'injection fixé à $72 \text{ cm}^3/\text{sec}$.

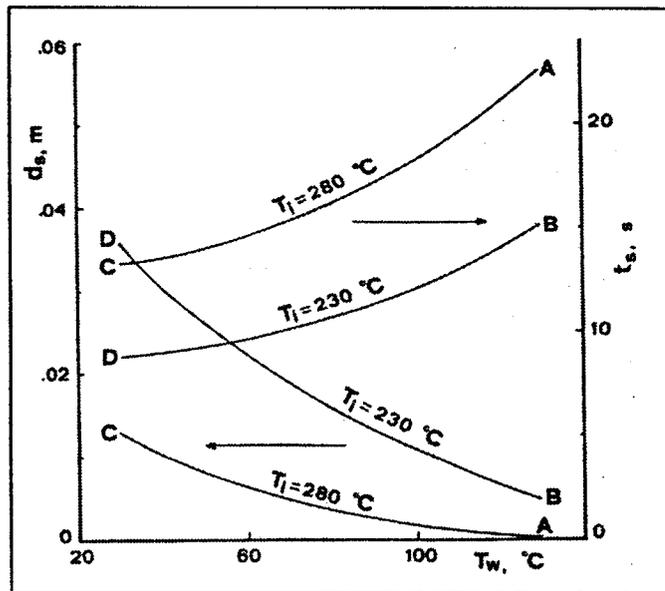


fig I.20: Temps de solidification (t_s) et position axiale (d_s) de la première section solidifiée. T_w : température du moule, T_i : température d'injection. A: $T_i=280^\circ\text{C}$ et $T_w=130^\circ\text{C}$; B: $T_i=230^\circ\text{C}$ et $T_w=130^\circ\text{C}$; C: $T_i=280^\circ\text{C}$ et $T_w=30^\circ\text{C}$; D: $T_i=230^\circ\text{C}$ et $T_w=30^\circ\text{C}$. [PIC 89].

Une étude des résultats numériques montre, sous les conditions de températures A ($T_i=280^\circ\text{C}$ et $T_w=130^\circ\text{C}$), que la solidification prend place à la zone de soudure et que le temps de solidification, t_s , est supérieur aux valeurs des temps de maintien pris pendant les expérimentations. Il en résulte une surépaisseur due au retrait volumique du polymère de part et d'autre de la première section solidifiée. Sous les conditions de températures D ($T_i=230^\circ\text{C}$ et $T_w=30^\circ\text{C}$), la position de la première section solidifiée est éloignée de la ligne de soudure et la pression de maintien est effective uniquement en amont de cette zone. Le retrait volumique s'effectue alors entre les deux sections solidifiées qui encadrent la ligne de soudure. Une rainure apparaît alors à la ligne de soudure.

Lorsque les traces d'usinage sont parallèles au plan de la ligne de soudure, le retrait est perturbé en surface du fait de la friction moule-polymère. C'est la raison pour laquelle la rainure est presque indécélable ou inexistante.

I.2.3. Mécanismes de formation de la rainure

Piccarolo & al. [PIC 89] constatent que pour le PA 6, les traces d'usinage du moule sont visibles à l'intérieur de la rainure de la ligne de soudure (cf fig I.21) alors qu'elles n'existent pas pour le polystyrène [PIC 88].

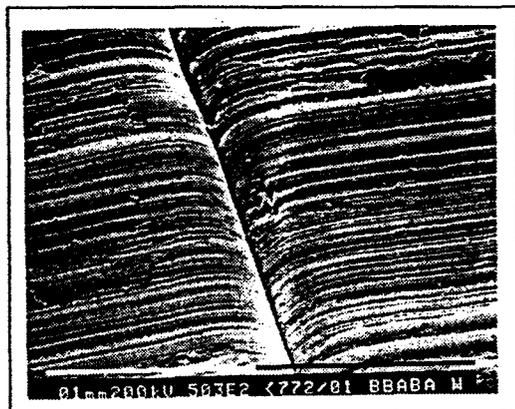


fig I.21: Micrographie de surface d'une ligne de soudure frontale de PA 6. $T_i=230^{\circ}\text{C}$, $T_w=30^{\circ}\text{C}$, temps de maintien: 8 sec, pression de maintien: 80 MPa. [PIC 89].

rainure se fige sans avoir atteint la surface du moule. A faible débit d'injection, les auteurs considèrent que le taux de cisaillement du polymère est faible dans la zone de soudure après rencontre des deux fronts. C'est la raison pour laquelle, compte tenu des différences de viscosité entre PS1 et PS2, les largeurs des lignes de soudure de PS2 sont supérieures à celles de PS1 à faible débit et pour des conditions de transformation identiques.

Dans le cas du PA 6, les traces de moule à l'intérieur de la rainure indiquent que le polymère est entré en contact avec les parois de l'outillage et que le retrait a ensuite eu lieu. La différence essentielle dans le mécanisme de formation des rainures des matériaux amorphes et semi-cristallins est le temps de formation du défaut. Le matériau amorphe voit sa rainure se former en fin de phase de remplissage tandis que celle du matériau semi-cristallin a lieu pendant la phase de refroidissement.

I.3. Caractéristiques des lignes de soudure

I.3.1. Lignes de soudure des polymères amorphes

I.3.1.1. Effet des paramètres d'injection sur les propriétés mécaniques

En étudiant la morphologie et les propriétés mécaniques de quatre grades d'ABS, Hagerman [HAG 73] attribue la faiblesse de la ligne de soudure frontale aux trois facteurs suivants:

- des liaisons (*pontages*) incomplètes à l'interface des deux fronts dues à un manque de mélange et de diffusion
- une orientation moléculaire causée par l'écoulement fontaine aux fronts d'écoulement et qui reste parallèle à l'interface
- l'existence de rainures en "V" au droit de la soudure causée par de l'air emprisonné pendant le remplissage.

Les travaux de Boundy & al. [BOU 52] révèlent les pertes mécaniques engendrées par les lignes de soudure sur le polystyrène. Les tests de traction montrent que les lignes de soudure adjacentes offrent une résistance en traction proche de 75% de celle du matériau non soudé. Les lignes de soudure frontales voient, quant à elles, leur résistance en traction diminuer de 50%. Au vu de ces résultats et des constatations de Hagerman [HAG 73, HAGE 73], les recherches s'orientent vers l'influence des paramètres d'injection et de la rainure en "V" sur les propriétés mécaniques.

En se basant sur le fait que la résistance de la ligne de soudure est liée au degré d'interpénétration moléculaire à l'interface des deux fronts de rencontre, les paramètres les plus souvent étudiés sont les suivants:

- la température de la matière: La résistance de la soudure dépend de la possibilité qu'ont les segments de chaînes à se mouvoir à travers l'interface des deux fronts. Cette mobilité moléculaire est rendue possible par l'augmentation de l'agitation thermique des molécules et une diminution de la viscosité
- la température du moule: Celle-ci influence le taux de refroidissement du polymère à l'intérieur des canaux d'alimentation et pendant la solidification de la matière. Il est donc logique de supposer qu'une température de moule élevée empêche un refroidissement trop rapide du polymère, ce qui contribue à maintenir une certaine mobilité moléculaire.
- la pression d'injection: Une haute pression pourrait favoriser l'interpénétration des deux fronts.
- la vitesse d'injection: Pour de basses températures d'injection et pour des faibles vitesses, des pertes thermiques importantes peuvent survenir au sein du moule et des systèmes d'alimentation diminuant par le fait la température au front de matière.

Effet des paramètres d'injection sur la résistance en traction

Malguarnera étudie l'influence des conditions d'injection précédentes sur des éprouvettes de type haltère (*lignes de soudure frontales*) de polystyrène et de polystyrène modifié Choc [MAL 81, MAL 82].

Ses résultats montrent que les échantillons non soudés présentent de meilleures résistances en traction à basse température, probablement à cause des effets d'orientation plus importants dans ces conditions.

Comme Malguarnera, Nadkarni & al. [NAD 93] constatent aussi que la résistance de la ligne de soudure frontale du polystyrène augmente avec la température de la matière (cf fig 1.22). Criens & al. constatent le même phénomène pour des lignes de soudure adjacentes de polystyrène [CRI 83]. Les auteurs postulent que ce résultat est le fait d'une probabilité croissante d'interpénétration des chaînes moléculaires des deux fronts d'écoulement après leur rencontre.

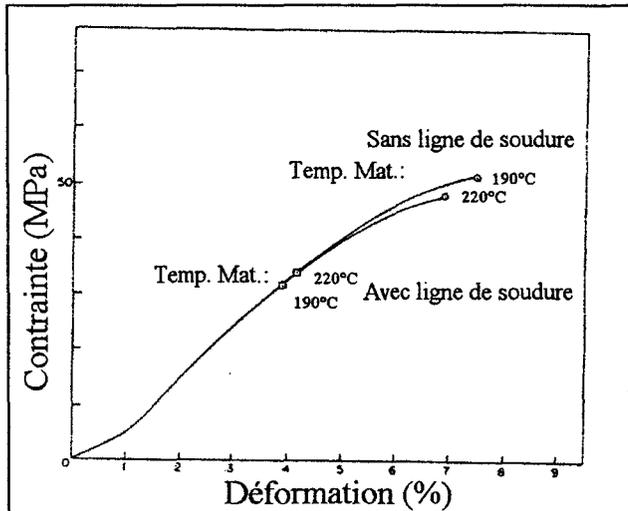


Fig 1.22: Courbes contraintes-déformations du polystyrène, avec et sans ligne de soudure, en fonction de la température de la matière (température du moule: 60°C). Vitesse de sollicitation: 5 mm/min. [NAD 93]

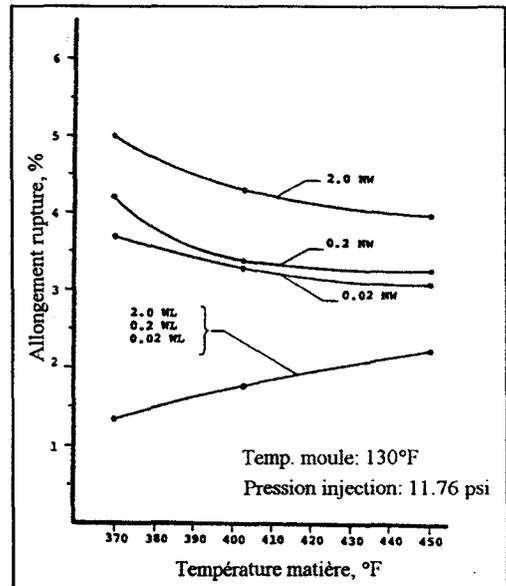


fig 1.23: Allongement à la rupture du polystyrène en fonction de la température de la matière pour trois vitesses de déplacement (in/min). WL: soudé; NW: non soudé. [MAL 82].

Nadkarni & al. [NAD 93] révèlent aussi que la zone élastique du matériau n'est pas affectée par la présence de la ligne de soudure. De plus, toutes les ruptures ont lieu au niveau de la ligne de soudure, et les valeurs de l'allongement à la rupture des éprouvettes soudées sont inférieures à celles non soudées, ce qui confirme les résultats de Malguarnera (cf figs 1.23 et 1.24). Par contre, l'augmentation de la température de la matière accroît l'allongement à la rupture des lignes de soudure frontales. Il faut aussi remarquer que les valeurs obtenues pour les échantillons soudés semblent être indépendantes de la vitesse de déplacement. Cependant, une dépendance de la vitesse de déplacement apparaît quant à l'allongement à la rupture des échantillons non soudés.

La résistance en traction des éprouvettes dénuées de ligne de soudure semble être indépendante de la température de l'outillage. Cependant, bien que l'effet produit par une augmentation de la température du moule soit moins prononcé que celui révélé par un accroissement de la température de la matière, la résistance des éprouvettes soudées augmente avec la température du moule (cf fig I.24). L'allongement à la rupture des éprouvettes avec ligne de soudure est très légèrement augmenté par une élévation de la température du moule et est aussi indépendant de la vitesse de déplacement.

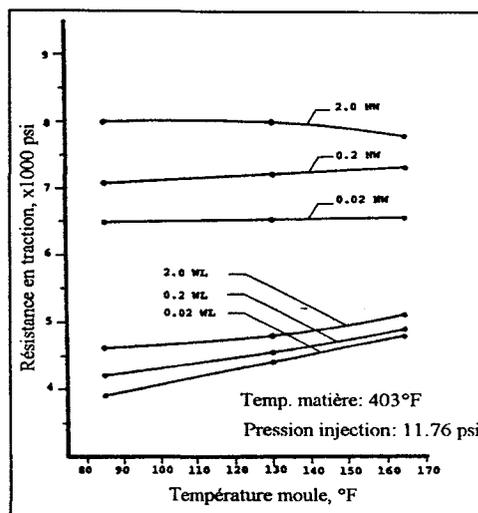


Fig I.24: Résistance en traction du polystyrène en fonction de la température du moule pour trois vitesses de déplacement (in/min). WL: soudé, NW non soudé (d'après [MAL 82]).

Les pression et vitesse d'injection ont un effet négligeable sur la résistance en traction tant pour les éprouvettes soudées que pour celles non soudées. L'allongement à la rupture est aussi indépendant de la pression d'injection pour les deux types d'échantillons [MAL 82].

Tomari & al. [TOM 90] étudient l'influence des pressions d'injection et de maintien sur les caractéristiques de traction des lignes de soudure frontales d'un polystyrène. Les résultats des tests de traction en fonction des paramètres de mise en oeuvre montrent que la résistance en traction est améliorée pour des pressions de remplissage et de maintien élevées (cf fig I.25) (ce qui va à l'encontre des constatations de Malguarnera qui ne met en évidence aucune influence du facteur pression [MAL 82]). En d'autres termes, plus la température et la pression des fronts d'écoulement sont élevées, meilleure est la cohésion de ces fronts en leur point de rencontre.

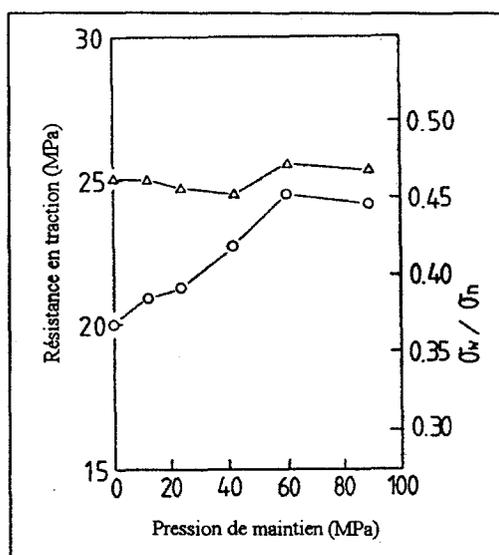


fig I.25: Résistance en traction des lignes de soudure frontales de polystyrène en fonction des pressions de maintien et d'injection. Pressions d'injection; Δ : 59.8 MPa; \circ : 41.9 MPa. [TOM 90].

Il faut également observer sur la figure I.25 l'affaiblissement considérable de la contrainte maximale de traction pour des éprouvettes contenant une ligne de soudure. σ_w et σ_n désignent respectivement les résistances en traction d'éprouvettes soudées (*weld*) et non soudées (*non-weld*). Dans le meilleur des cas (pression de remplissage de 59.8 MPa et pression de maintien de 90 MPa), le rapport σ_w/σ_n n'excède pas 0,47, montrant ainsi l'affaiblissement provoqué par la présence de la ligne de soudure.

En étudiant les lignes de soudure frontales de deux grades de polystyrène de poids moléculaires différents, Janicki & al. [JAN 91] constatent, quant à eux, que la température du moule n'entraîne aucune modification de la résistance en traction de ces matériaux. Les auteurs considèrent en effet que la température du moule influence uniquement le degré d'interpénétration des chaînes en surface et non pas celui au coeur de l'éprouvette. Ceci provient du fait que la conductivité thermique du polymère est faible. Leurs résultats, contredisant visiblement ceux de Malguarnera [MAL 82] et Nadkarni [NAD 93], montrent cependant que pour les mêmes conditions d'injection, le facteur primordial quant aux résistance et allongement à la rupture en traction est le poids moléculaire du matériau (cf figs I.26 et I.27).

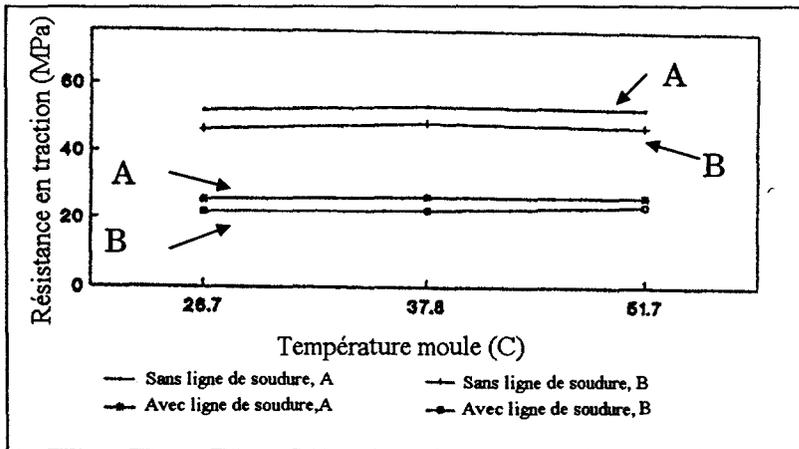


fig I.26: Résistance en traction en fonction de la température du moule. A: poids moléculaire moyen; B poids moléculaire faible. [JAN 91].

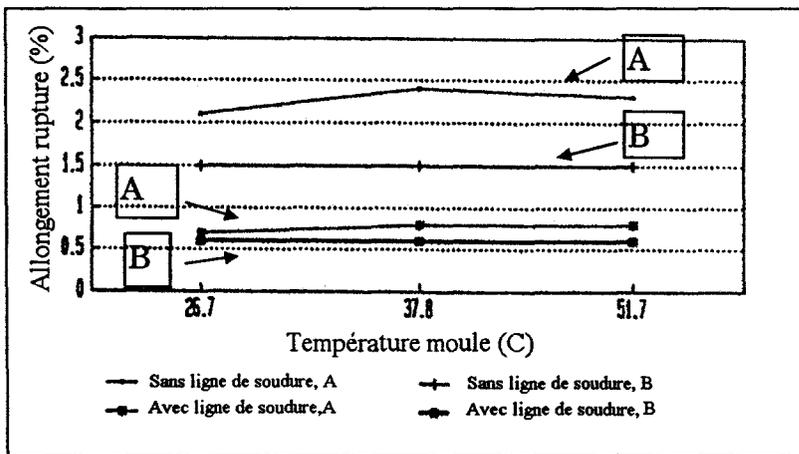


fig I.27: Allongement à la rupture en traction en fonction de la température du moule. A: poids moléculaire moyen; B poids moléculaire faible. [JAN 91].

Le polystyrène A (*poids moléculaire moyen*) garde une résistance à la traction supérieure au polymère B (*poids moléculaire faible*) qu'il y ait ou non ligne de soudure. La différence de résistance est cependant moins prononcée lorsque le matériau est soudé (3.6 MPa entre A et B soudés contre 5.3 MPa non soudés).

Criens & al. étudient, pour des lignes de soudure adjacentes, l'influence de la température de la matière sur la résistance en traction du polycarbonate [CRI 83, CRI 84]. Pour mener à bien leurs recherches, ils réalisent des lignes de soudure en utilisant un moule doté de deux inserts circulaires dont ils font varier les diamètres. Les éprouvettes de traction sont découpées selon la figure I.28.

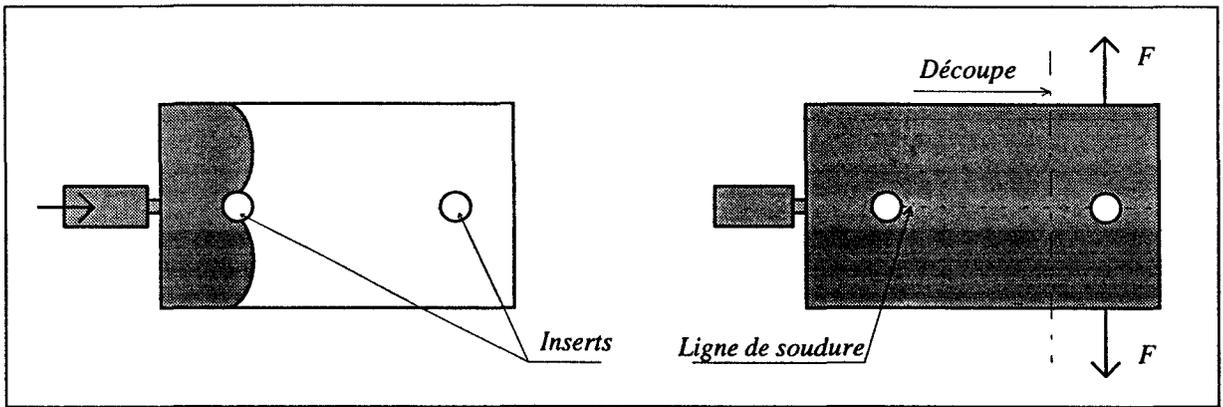


fig I.28: Eprouvtes de traction avec ligne de soudure adjacente. [CRI 83].

Les éprouvettes sont toutes découpées à la même largeur, et il apparaît clairement que si le diamètre de l'insert varie, alors la comparaison des valeurs de résistance au seuil d'écoulement et à la rupture est impossible car les distributions de contraintes sont différentes. L'influence des lignes de soudure peut alors être exprimée par le facteur de ligne de soudure (*knit-line factor*) F_{ls} défini par:

$$F_{ls} = \frac{f_{ls}}{f} \quad \{I.8\}$$

Dans cette expression, f_{ls} indique le chargement maximal que subit un échantillon présentant une ligne de soudure alors que f est la valeur de l'effort supporté par une plaque moulée dans les mêmes conditions mais dénuée de ligne de soudure (*un trou de même diamètre que l'éprouvette précédente est alors usiné*).

Les résultats obtenus montrent que le polycarbonate présente un seuil d'écoulement et que le facteur de ligne de soudure relatif à ce seuil d'écoulement n'est ni influencé par le diamètre de l'insert ni par la présence de la ligne de soudure. Sa valeur est en effet égale à l'unité (*cf fig I.29*). La température d'injection ne présente également aucun effet.

Les auteurs montrent aussi que la présence d'une ligne de soudure diminue considérablement la contrainte et l'allongement à la rupture. Les facteurs de ligne de soudure sont en effet proches de 0,5. Ces facteurs de ligne de soudure sont également indépendants de la température de transformation de la matière.

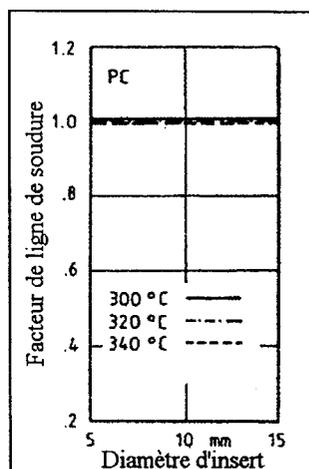


fig 1.29: Facteur de ligne de soudure au seuil d'écoulement du polycarbonate en fonction du diamètre d'insert et de la température de transformation. [CRI 83].

Effet des paramètres d'injection sur la résistance au choc

L'étude du comportement au choc des lignes de soudure n'apparaît pas fréquemment dans la littérature.

Hubbauer a mené des recherches sur la résistance au choc des lignes de soudure des éprouvettes injectées en ABS et PVC [HUB 73]. Ses travaux montrent que les échantillons en ABS dotés d'une ligne de soudure frontale ont une résistance au choc plus faible de moitié qu'une éprouvette vierge de soudure. Une différence encore plus significative est obtenue avec le PVC, où le comportement au choc se voit réduit d'un facteur 8 quand la ligne de soudure est présente. Une légère augmentation de cette résistance est obtenue pour ces deux matériaux lorsque la pression d'injection est augmentée sur une grande plage de valeurs.

Hubbauer attribue alors la résistance de la ligne de soudure à la pression régnant le long de la soudure, à la viscosité de la matière et au temps de relaxation.

Afin de comparer l'effet des paramètres d'injection sur les caractéristiques mécaniques en traction et au choc, Malguarnera effectue des tests de choc Charpy sur des éprouvettes de polystyrène non entaillées [MAL 81, MAL 82]. Les résultats confirment, pour le polystyrène, les tendances déjà observées lors des tests de traction, à savoir:

- Les températures d'injection les plus hautes améliorent la résistance des échantillons soudés mais n'affectent en rien les éprouvettes non soudées injectées dans les mêmes conditions.
- La performance de la ligne de soudure est accrue pour une température de moule élevée.

- La pression d'injection ne semble pas avoir d'effet sur la résistance au choc de la ligne de soudure (*ce qui contredit les résultats de Hubbauer [HUB 73]*).

Effet des paramètres d'injection sur la résistance en flexion

Comme précédemment, la bibliographie concernant les caractéristiques en flexion des lignes de soudure est rare. Piccarolo & al. [PIC 91] étudient l'influence des paramètres d'injection sur la résistance en flexion d'éprouvettes de polystyrène possédant ou non une ligne de soudure frontale.

Pour ce mode de sollicitation sensible aux effets de peau, ils constatent les faits suivants:

- La dépendance des paramètres d'injection (*température de la matière, débit de remplissage et température du moule*) sur la résistance en flexion est très marquée pour les éprouvettes non soudées. Ceci est le résultat d'une orientation plus élevée lorsque la température de la matière est plus basse ce qui ne permet pas aux molécules de se relaxer.
- Les caractéristiques des échantillons avec ligne de soudure semblent, quant à elles, indépendantes de ces paramètres.
- Le facteur de ligne de soudure est très inférieur à l'unité (*inférieur à 0.71*) pour toutes les conditions de moulage étudiées.

En fait, des rainures en "V" apparaissent quels que soient les paramètres d'injection utilisés. Après polissage de ces défauts de surface, une augmentation de la résistance de la ligne de soudure est obtenue dans tous les cas. Le facteur de ligne de soudure approche même l'unité (*0.84*).

Les auteurs affirment donc que le mécanisme d'affaiblissement produit à la ligne de soudure, dans le cas de matériaux fragiles comme le polystyrène, est causé par la présence de la rainure en surface qui entraîne une concentration des contraintes.

Janicki & al. [JAN 91] constatent également l'affaiblissement considérable, dû à la présence de la ligne de soudure, de la résistance en flexion d'échantillons de polystyrène. Ils montrent aussi l'indépendance de la température du moule sur la résistance en flexion d'éprouvettes soudées et, comme en traction, conseillent l'emploi d'un polymère à poids moléculaire élevé.

I.3.1.2. Caractéristiques géométriques de la rainure de surface

L'existence du défaut de surface est selon Hagerman [HAG 73] un des facteurs responsables de la faiblesse de la ligne de soudure. Des études se sont alors focalisées sur ce défaut, notamment sur sa profondeur.

Tomari & al. tentent de caractériser la profondeur de la rainure d'une ligne de soudure frontale de polystyrène en soumettant l'éprouvette de type haltère à des essais de traction [TOM 90].

La rainure de surface est meulée comme le montre la figure I.30. Chacune des 4 faces de l'éprouvette est taillée selon différentes profondeurs de coupe (D_c) et polies.

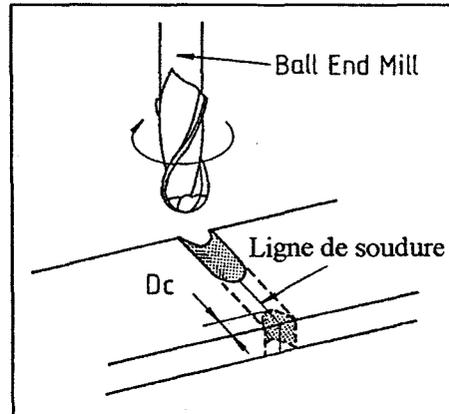


fig I.30: Découpe des éprouvettes. [TOM 90].

Les essais de traction réalisés sur ces éprouvettes donnent les résultats présentés ci-dessous (fig I.31):

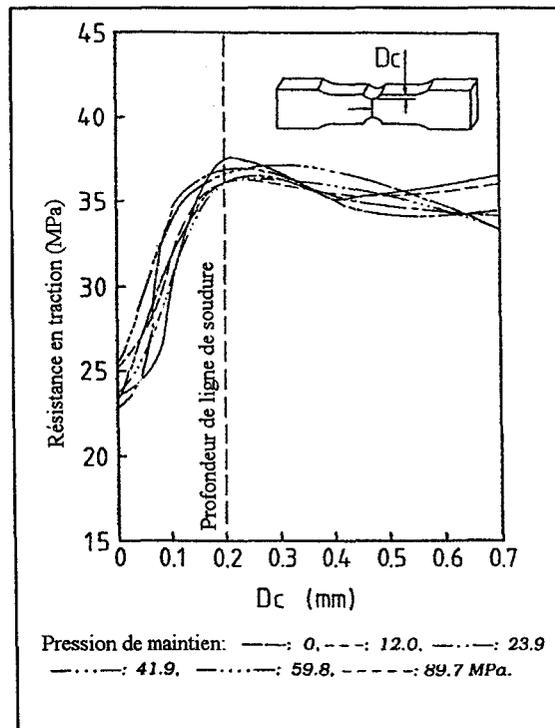


fig I.31: Courbes de variation de la contrainte de rupture en traction de lignes de soudure frontales de polystyrène en fonction de la profondeur de coupe et de la pression de maintien. [TOM 90].

Pour une pression de remplissage donnée, et quelle que soit la pression de maintien utilisée, ces courbes montrent que la résistance en traction augmente jusqu'à une valeur maximale correspondante à ce qui est appelé par les auteurs la profondeur de rainure, D_w .

Pour des valeurs supérieures à D_w , les courbes semblent se stabiliser, montrant ainsi l'élimination de l'effet d'entaille.

Les valeurs de contraintes obtenues à $D_c=D_w$ sont de l'ordre de 35 MPa, correspondant à environ 70% de la résistance d'une éprouvette dénuée de ligne de soudure.

Ces résultats confirment que l'entaille en "V" joue un rôle de concentration des contraintes.

Cependant, il s'avère, après avoir meulé l'entaille sur les premiers dixièmes de millimètres, que la contrainte de traction augmente jusqu'à ce que D_c atteigne la valeur de 0.2 mm.

Ceci semble donc être en opposition avec le concept d'entaille car les valeurs de résistances obtenues pour des profondeurs de coupe $D_c < 0,2$ mm devraient rester constantes.

Les auteurs concluent alors qu'il existe une couche en surface présentant de médiocres pontages moléculaires en continuité de l'entaille (cf fig I.32).

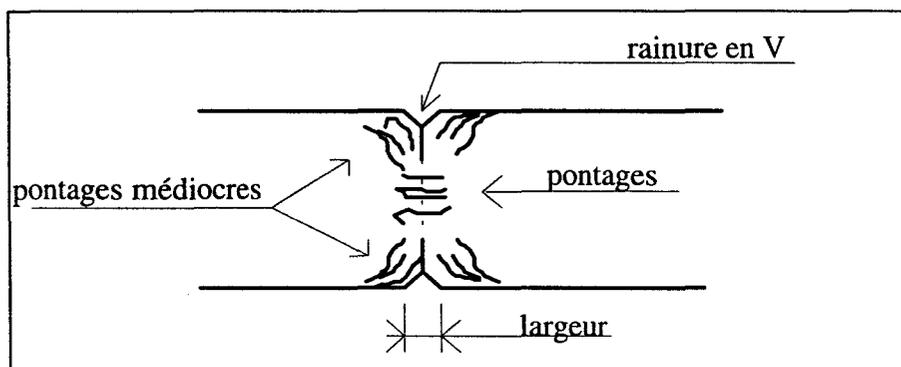


fig I.32: Représentation schématique de la ligne de soudure du polystyrène. [TOM 90]

La profondeur de rainure, D_w , correspond donc à la somme des deux distances caractérisant l'entaille en "V" et la zone de pontages médiocres.

I.3.2. Lignes de soudure des polymères semi-cristallins

I.3.2.1. Morphologie de la ligne de soudure

Dans le cas des polymères semi-cristallins, la morphologie ne dépend pas uniquement de l'orientation moléculaire. Elle dépend aussi du degré de

crystallinité du matériau, qui lui, dépend notamment du taux de refroidissement. Ce dernier est déterminé par des paramètres tels que la température de la matière, la température du moule, le temps et le mode de refroidissement.

Un refroidissement lent tend à augmenter le taux de cristallinité, ainsi que la taille des sphérolites. Ceci entraîne une morphologie grossière qui affaiblit le matériau du fait de vides et fissures intersphérolitiques. Un refroidissement rapide produit quant à lui un degré de cristallinité moindre et des sphérolites de tailles restreintes. Ces petites cristallites distribuent les contraintes appliquées de manière plus uniforme, et par conséquent, les pièces réalisées sous ces conditions montrent des résistances supérieures. Des agents de nucléation sont quelquefois utilisés afin de rendre la morphologie plus fine [MAL 82, MALG 81]. La morphologie des polymères semi-cristallins est donc un facteur primordial quant aux propriétés mécaniques.

Hobbs [HOB 74] est un des premiers chercheurs à étudier la morphologie des lignes de soudure adjacentes d'un polypropylène isotactique. Des sections microtomées perpendiculairement à la ligne de soudure sont prélevées à différentes distances de l'insert. Pour de faibles températures de moule (25 à 75°C), des rainures en "V" sont clairement visibles (*environ 20 µm de profondeur*). En augmentant la température du moule jusqu'à 180°C, les rainures voient leur profondeur diminuer. Bien qu'au dessus de 180°C aucune trace de rainure ne soit visible, Hobbs constate en microscopie optique en transmission, que la zone de soudure se traduit par une zone de lumière diffuse. La morphologie est quant à elle constituée d'une ou plusieurs bandes de matière fortement ordonnée et nucléée s'étendant le long et sur les côtés de la ligne de soudure.

L'auteur étudie aussi qualitativement la rupture de la ligne de soudure en soumettant des sections microtomées à une traction perpendiculaire au plan de la soudure. Les observations en microscopie optique indiquent que l'amorçage de la rupture se situe au droit de la rainure en "V". Cependant, au fur et à mesure que la déformation augmente, la fissure se propage à travers les régions transcristallines qui délimitent la zone de soudure plutôt qu'au centre de celle-ci.

Wenig & al. [WEN 90] étudient la morphologie d'éprouvettes de traction en polypropylène, possédant une ligne de soudure frontale, en utilisant les techniques de diffraction X et la microscopie optique. Ils constatent que la morphologie lamellaire n'a pas d'influence sur le comportement mécanique, mais que les modules de Young et contraintes au seuil d'écoulement sont fortement affectés par la structure des sphérolites, à savoir leur rayon. De plus, des inhomogénéités de répartition de sphérolites β sont observées à proximité immédiate de la ligne de soudure et sont rendues responsables des faiblesses mécaniques du matériau.

I.3.2.2. Effet des paramètres d'injection sur les propriétés mécaniques

Comme pour les polymères amorphes, la majorité des études est axée sur l'influence des paramètres d'injection sur les propriétés mécaniques des matériaux comportant des lignes de soudure.

Outre les paramètres déjà étudiés pour les polymères amorphes (*températures de la matière et du moule, pression et vitesse d'injection*), les influences du recuit [MALG 81, MAL 82] sont discutées.

Comme déjà cité plus haut, le temps de solidification affecte la morphologie du matériau. Le recuit peut quant à lui libérer les contraintes résiduelles des pièces moulées. Pour les semi-cristallins, le cycle de recuit peut modifier la croissance cristalline et par conséquent la morphologie et les propriétés mécaniques.

Effet des paramètres d'injection sur la résistance en traction

Malguarnera & al. [MAL 81, MALG 81, MAL 82] étudient les lignes de soudure frontales de deux grades de polypropylène (*Shell 5520*) dont un contient un agent de nucléation (*Shell 5524*).

L'effet de la température de la matière sur les valeurs de la contrainte au seuil d'écoulement des deux résines est présenté figure I.33. Les courbes relatives à l'effet du recuit (*150°C pendant une heure*) sont tracées en pointillés.

Les deux grades de thermoplastiques montrent une augmentation de leur contrainte au seuil d'écoulement lorsque la température d'injection de la matière augmente. Cependant, le polypropylène nucléé voit sa résistance au seuil d'écoulement diminuer après recuit, alors que la résine non nucléée voit sa caractéristique s'accroître. Ces tendances sont observées quelles que soient les conditions de moulage.

Le recuit entraîne la libération des contraintes résiduelles de moulage, ce qui normalement améliore les propriétés mécaniques du matériau. Néanmoins, pour un matériau semi-cristallin, la température de recuit peut promouvoir à nouveau la croissance cristalline. Ceci affecte la structure cristalline existante et la transforme en une morphologie plus grossière qui diminue les propriétés mécaniques. Ceci est particulièrement le cas pour une matière nucléée qui possède une structure cristalline initialement fine.

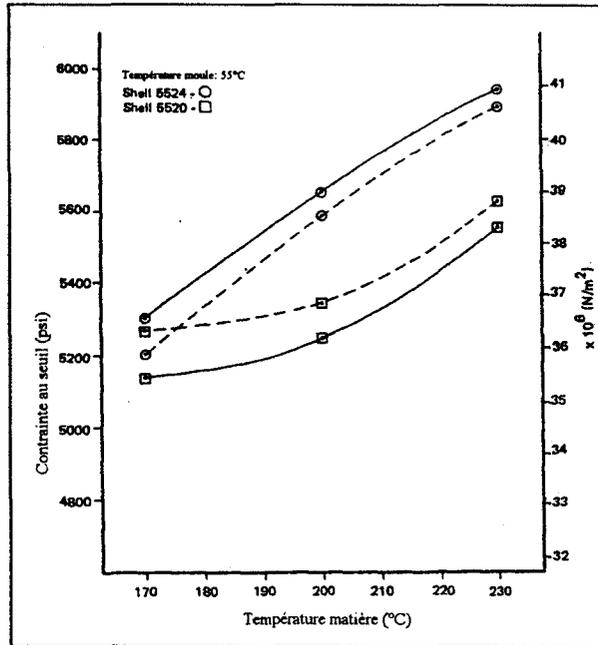


fig I.33: Contrainte au seuil d'écoulement de la soudure frontale de polypropylène en fonction de la température de la matière. ○: avec agent de nucléation, □: sans agent de nucléation. Vitesse de déplacement: 5 in./min. Trait plein: avant recuit; Pointillés: après recuit. [MAL 82].

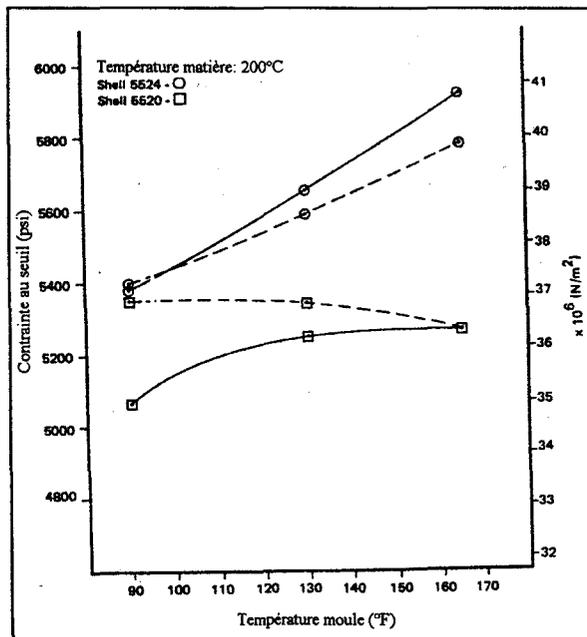


fig I.34: Contrainte au seuil d'écoulement de la soudure frontale de polypropylène en fonction de la température du moule. ○: avec agent de nucléation, □: sans agent de nucléation. Vitesse de déplacement: 5 in./min. trait plein; avant recuit; Pointillés: après recuit. [MAL 82].

La figure I.34 représente l'influence de la température du moule sur la contrainte au seuil d'écoulement de la ligne de soudure. L'action du recuit est la même que précédemment. La résine non nucléée exhibe un comportement intéressant dans la mesure où l'effet du recuit diminue quand la température de l'outillage augmente. A de faibles températures de moule, les contraintes

internes induites par un refroidissement rapide sont importantes. Cet effet devient moins prononcé lorsque la température de l'outillage s'approche de celle d'injection.

Nadkarni & al. [NAD 93] montrent qu'une augmentation de la température du moule améliore, mais de manière peu significative, la résistance en traction du polypropylène (*cf fig I.35*). Ils remarquent aussi, quelles que soient les températures de la matière et du moule adoptées, que la zone linéaire de la courbe contrainte-déformation des matériaux (*PP, PET, PBT*) n'est pas modifiée par la présence de la ligne de soudure (*cf figs I.35 et I.36*).

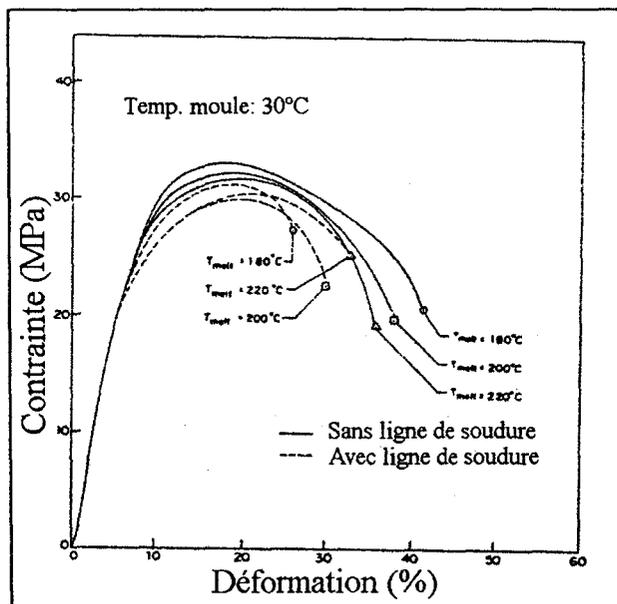


fig I.35: Courbes contrainte-déformation du polypropylène à différentes températures de la matière, avec et sans ligne de soudure. [NAD 93].

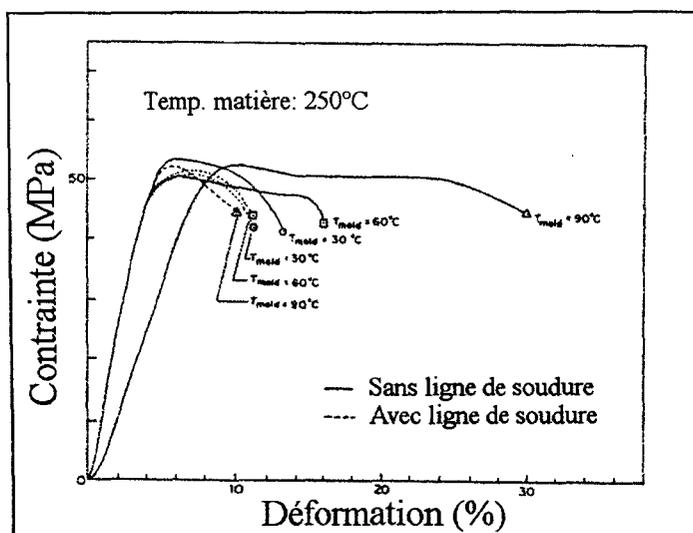


fig I.36: Courbes contrainte-déformation du PBT à différentes températures de moule, avec et sans ligne de soudure. [NAD 93].

La figure I.35 montre une différence notable entre les valeurs d'allongement à la rupture pour les éprouvettes soudées ou non. Cette différence diminue quand la température augmente. A une température de moule constante, le taux de refroidissement augmente lorsque la température de la matière augmente. Par conséquent, une température de matière plus élevée entraîne la formation de plus petits sphérolites. Ainsi, l'effet de la ligne de soudure diminue lorsque la taille des sphérolites décroît. Les résultats obtenus sur le PBT (*fig I.36*) confirment cette hypothèse. Pour le PBT, la différence entre les valeurs d'allongement à la rupture des éprouvettes soudées ou non augmente avec la température du moule. A température de matière fixée, une augmentation de la température du moule entraîne un taux de refroidissement plus faible, et donc de plus larges sphérolites.

Des variations de la pression d'injection et de la vitesse d'injection ne semblent pas perturber outre mesure les propriétés mécaniques des pièces [MAL 81].

Effet des paramètres d'injection sur la résistance au choc

La tendance générale observée sur le comportement au choc des lignes de soudure frontales des deux résines de polypropylène est la même que pour les tests de traction: La résistance à l'impact des lignes de soudure augmente avec la température d'injection.

Cependant, il existe une différence de performances entre échantillons recuits ou non en comparaison des tests de traction. Après traitement thermique, le matériau non nucléé présente une résistance au choc plus faible que celle initiale. Aussi, après recuit, les échantillons nucléés voient leur résistance à l'impact augmenter (*cf fig I.37*). C'est l'effet inverse du comportement en traction. De plus, la matière non nucléée dispose d'une résistance supérieure à celle de la matière nucléée. Ce résultat doit être dû à la présence de larges particules nucléées dans la région de soudure observées par microscopie électronique à balayage [MALG 81].

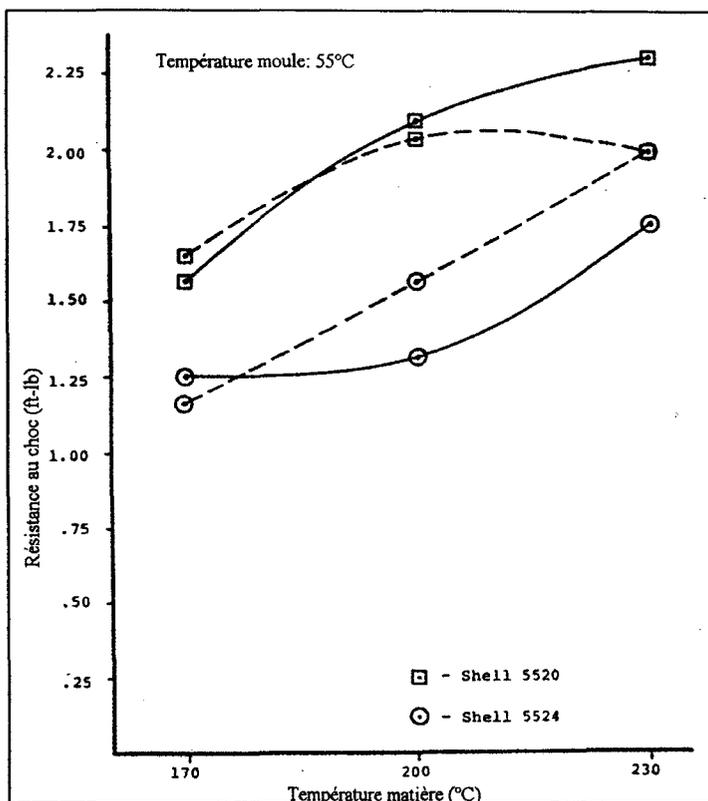


fig I.37: Résistance au choc des lignes de soudure frontales du polypropylène en fonction de la température de la matière. ○: avec agent de nucléation, □: sans agent de nucléation. Trait plein: avant recuit; Pointillés: après recuit. [MAL 82].

La température du moule a très peu d'effets sur la résistance au choc des lignes de soudure des deux grades de polypropylène (cf fig I.38). Il faut encore remarquer que la matière non nucléée présente une meilleure résistance à l'impact que celle nucléée. La tendance inverse du recuit est encore constatée.

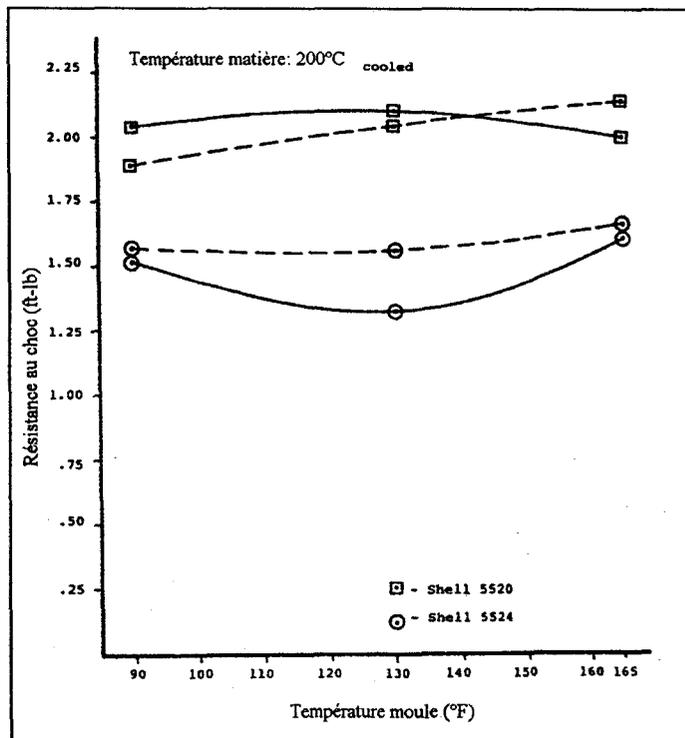


fig I.38: Résistance au choc des lignes de soudure frontale du polypropylène en fonction de la température du moule. ○: avec agent de nucléation, □: sans agent de nucléation. Trait plein: avant recuit; Pointillés: après recuit. [MAL 82].

I.3.3. Lignes de soudure des polymères chargés

Les charges ou renforts sont utilisés afin d'améliorer une ou plusieurs propriétés du polymère qui sert de matrice.

Dans bien des cas, les propriétés d'un polymère de performances médiocres peuvent être augmentées à hauteur de celles d'une résine non renforcée mais beaucoup plus onéreuse [BOU 89].

Les charges fréquemment rencontrées sont:

- Le polytétrafluoroéthylène (*PTFE*), utilisé pour sa tenue en température (300°C), ses qualités tribologiques et son inertie chimique.
- Les billes de verre qui favorisent l'écoulement des résines et la résistance en compression.
- Le talc et le carbonate de calcium dont le principal atout est de réduire le prix de revient de la pièce.
- Le mica qui offre un renforcement bidirectionnel de par sa structure lamellaire.
- Les fibres de verre ou de carbone coupées ou broyées qui offrent une excellente résistance mécanique ainsi qu'une bonne inertie chimique.

Certaines de ces charges sont pourtant préjudiciables envers la résistance des lignes de soudure.

I.3.3.1. Influence des charges sur les propriétés mécaniques des lignes de soudure

Cloud & al. [CLO 76] remarquent que la perte de résistance en traction de la ligne de soudure frontale d'un polyamide 66 chargé dépend du type de charges et de leur taux d'incorporation. Ils montrent que la perte de résistance est plus élevée lorsque le renfort a la forme d'une fibre, et que cette chute de résistance augmente lorsque le taux de fibres est croissant (cf tableau I.2).

% en poids de fibres de verre	Résistance en traction (MPa) sans ligne de soudure	Résistance en traction (MPa) avec ligne de soudure	% de résistance conservée
0	80	77	97
10	96	90	93
20	137	99	73
30	167	102	61
40	199	103	52

tableau I.2: Résistance de la ligne de soudure frontale du PA 66 en fonction du taux de fibres [CLO 76].

L'étude de Burditt & al. [BUR 85] conforte le constat précédent et montre aussi que les charges en forme de paillettes (*talc*, *mica*) diminuent considérablement la résistance en traction de la ligne de soudure frontale du polypropylène (cf tableau I.3).

	PP	PP+30% CaCO ₃	PP+30% talc	PP+30% fibres de verre	PP+30% % mica
Résistance en traction sans ligne de soudure (MPa)	36	25	35	51	37
Résistance en traction avec ligne de soudure (MPa)	32	22	17	24	8
% de diminution	10	11	52	53	78

tableau I.3: Comparaison de la résistance en traction des lignes de soudure frontales de composites à base de polypropylène en fonction du type de charges incorporées. [BUR 85].

Les pertes de résistance en flexion sont du même ordre que celles en traction, pour du polypropylène chargé mica [BAT 85].

L'interprétation de tels phénomènes par Cloud & al. [CLO 76] repose sur l'existence de l'orientation particulière des charges dans la zone de soudure comme il a été évoqué au paragraphe I.1.3.2. Quand les fronts d'écoulement se rencontrent, les charges, en l'occurrence les fibres, s'orientent

perpendiculairement à la direction de l'écoulement. De plus, l'orientation des fibres, résultat de l'écoulement fontaine, est perpendiculaire à la direction des efforts appliqués lors des tests de traction sur éprouvettes comportant des lignes de soudure frontales.

D'une manière générale, les transferts de charges s'effectuent par cisaillement à l'interface fibre/matrice. Plusieurs modèles existent d'ailleurs dans la littérature [COX 52, KEL 65, PIG 80]. Plus les axes des fibres s'alignent dans la direction de l'effort appliqué, meilleur est le transfert des forces. Par conséquent, les fibres alignées perpendiculairement à la direction de la sollicitation offrent un faible effet de renforcement. Ce mauvais alignement des fibres ou des paillettes de mica est clairement mis en évidence par de nombreux auteurs [CLO 76, BAT 85, BUR 85, SVA 86].

Les charges telles que le PTFE, les billes de verre ou la fibre de verre broyée ont un rapport d'allongement L/D bien plus faible que 20/1 qui est le minimum requis pour obtenir un renforcement optimum. Les propriétés des lignes de soudure de ces compounds sont par conséquent indépendantes de l'état d'orientation de ces charges et présentent un comportement proche de celui d'éprouvettes sans ligne de soudure.

Afin de caractériser chaque type de charges, Savadori & al. [SAV 83] introduisent la notion de paramètre de surface équivalente (*a.e.s.p.*: *area equivalent surface parameter*) qui est défini comme le rapport entre la surface de la particule et celle de la sphère de même volume. Les billes de verre ont donc un paramètre de surface équivalente de valeur l'unité. Katz & al. [KAT 78] supposent que le carbonate de calcium est de structure cubique et que son paramètre de surface équivalente est de 1.24. Par mesures microscopiques, les paramètres de surface équivalente des fibres de verre courtes et du talc sont respectivement de 2.9 et 3.9.

Savadori & al. [SAV 83] tentent d'établir une relation entre le paramètre de surface équivalente (λ), le taux volumique de charges (Φ) et le rapport σ_w/σ_y où σ_w représente la résistance en traction de la ligne de soudure (*weld*) et σ_y la valeur de la contrainte au seuil d'écoulement (*yield*) d'échantillons non soudés.

En supposant que:

$$\boxed{\frac{\sigma_w}{\sigma_y} = f(\Phi)g(\lambda)} \quad \text{(I.9)}$$

et que $\frac{\sigma_w}{\sigma_y}$ est linéairement dépendant de $1-\Phi$, alors {I.9} devient:

$$\frac{\sigma_w}{\sigma_y} = (1-\Phi)g(\lambda) \quad \text{(I.10)}$$

En exprimant $g(\lambda)$ sous forme polynomiale,

$$g(\lambda) = (a_0 + a_1\lambda + a_2\lambda^2 + \dots + a_n\lambda^n) \quad \text{(I.11)}$$

la régression est ensuite établie en considérant les résultats obtenus pour quatre valeurs du paramètre de surface équivalente (*talca, carbonate de calcium, billes de verre, fibres de verre courtes*).

La régression donne alors le résultat suivant [SAV 83]:

$$\frac{\sigma_w}{\sigma_y} = (1 - \Phi)(1.415 - 0.615\lambda + 0.172\lambda^2 - 0.0191\lambda^3) \quad \text{(I.12)}$$

Cette relation {I.12} semble en accord avec les résultats expérimentaux comme le montre la figure I.39 suivante (*les droites représentent la corrélation empirique*).

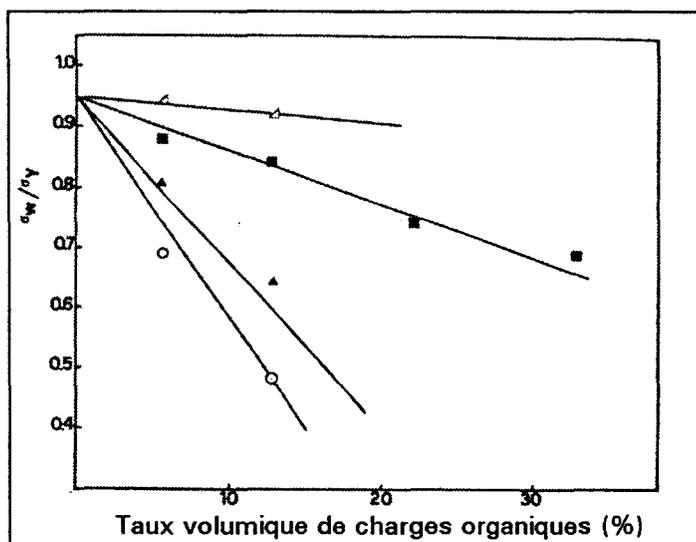


fig I.39: Facteur de ligne de soudure de quelques composites en fonction du taux volumique de charges. o: PP+Talc; ▲: PP+fibres de verre; <: PP+ billes de verre; ■: PP+CaCO₃. [SAV 83].

I.3.3.2. Influence du type de ligne de soudure sur les propriétés mécaniques

Comme le confirment plusieurs études microscopiques, la faible résistance des lignes de soudure de polymères chargés, notamment fibres et paillettes, est due à une orientation particulière de ces dernières. Il faut néanmoins distinguer les deux types de lignes de soudure (*frontale et adjacente*).

Le tableau suivant (*cf tableau I.4*) présente les résultats de tests de traction obtenus par Savadori & al. [SAV 83] et met en évidence que les lignes de soudure frontales provoquent des affaiblissements supérieurs à ceux des lignes de soudure adjacentes. Sanschagrín & al. [SAN 90] constatent également le même phénomène.

matière	type de soudure	résistance en traction (MPa)	allongement rupture (%)	σ_w/σ_y
PP	non soudée	37.2	300	-
PP	frontale	35.2	100	0.95
PP	adjacente	36.6	500	0.98
PP+12.7% vol CaCO ₃	non soudée	28.3	100	-
PP+12.7% vol CaCO ₃	frontale	24.3	10	0.85
PP+12.7% vol CaCO ₃	adjacente	28.2	30	0.99

tableau I.4: Comparaison entre soudures frontale et adjacente. [SAV 83].

Les résultats de Hashemi & al. [HAS 94] montrent aussi que les lignes de soudure adjacentes présentent des facteurs de ligne de soudure variant de 0.85 à 0.92 pour un polypropylène renforcé de 30 % en poids de fibres de verre, et de 0.90 à 0.97 pour un polypropylène chargé 20 % en poids de talc. Les lignes de soudure frontales de ces mêmes polymères ont un facteur de ligne de soudure respectivement de 0.42 et 0.68.

De plus, compte tenu de l'orientation des fibres dans le sens de l'écoulement, la ligne de soudure adjacente présente une résistance en traction supérieure à celle d'une éprouvette dénuée de soudure lorsque la sollicitation est appliquée dans le sens de l'écoulement [FISA 91]. Une confirmation de ces résultats est donnée par Hashemi & al. [HAS 94] qui obtiennent un facteur de ligne de soudure adjacentes de 1.31 et de 1.02 respectivement pour des éprouvettes de polypropylène renforcé de 30 % en poids de fibres de verre et de 20 % en poids de talc.

I.3.3.3.Effet des paramètres de mise en oeuvre

La littérature est aussi très discrète sur l'influence des paramètres d'injection sur les caractéristiques mécaniques des lignes de soudure des polymères chargés. Il faut toutefois noter les études de Hamada & al. [HAM 88] qui indiquent que les pressions d'injection et de maintien (*tableau I.5*) sont des paramètres influants sur les caractéristiques mécaniques des lignes de soudure de ces polymères. Les observations microscopiques [HAM 88] suggèrent que la pression de maintien élevée améliore la compression et l'adhésion entre résine et fibres de verre.

Pression d'injection	MPa	56				90			
Pression de maintien	MPa	0	56	90	120	0	56	90	120
Résistance en traction	MPa	52.5	53.0	55.0	55.6	54.2	57.4	58	58.5

tableau I.5: Résistance en traction de lignes de soudure frontales de polycarbonate + 20% en poids de fibres de verre en fonction des pressions d'injection et de maintien. [HAM 88].

Cloud & al. [CLO 76] montrent également qu'un temps de maintien élevé augmente la résistance en traction des lignes de soudure de divers matériaux renforcés (tableau I.6).

	PA 66+30% en poids fibres de verre		PC + 30% en poids fibres de verre	
temps de maintien	15 sec	2 sec	15 sec	2 sec
non soudé (MPa)	165	164	122	120
soudé (MPa)	99	84	82	70
% de résistance conservée	60	51	67	59

tableau I.6: Influence du temps de maintien sur la résistance en traction de lignes de soudure frontales de différents matériaux [CLO 76].

Bataille & al. [BAT 85] montrent, quant à eux, que les vitesses d'injection et température de moule n'influencent pas la résistance en traction de lignes de soudure frontales d'éprouvettes de polyamide 66 chargé de 25% en poids de mica (fig I.40).

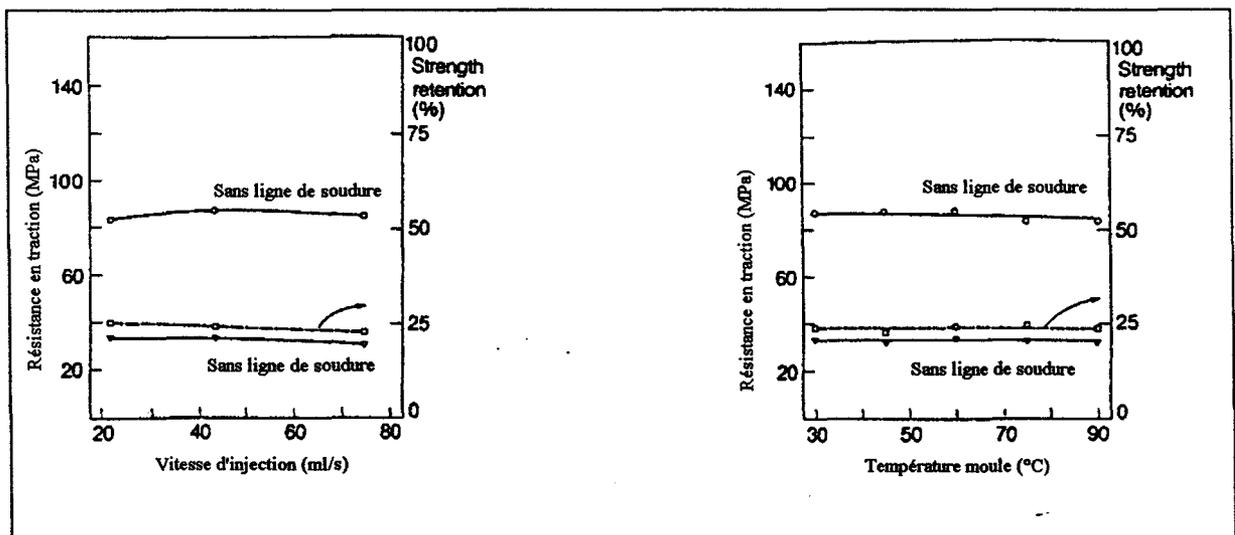


fig I.40: Influence des vitesses d'injection et température moule sur la résistance en traction de PA 66+25 % mica. [BAT 85].

Nadkarni & al. [NAD 93] observent cependant que la ligne de soudure d'un polypropylène renforcé de 20 % en poids de fibres de verre augmente de manière significative sa résistance en traction lorsque la température de la matière augmente (cf fig I.41). Ils constatent aussi que les PP, PS et PET renforcés de fibres de verre voient leur zone linéaire élastique inchangée par la présence de la ligne de soudure, mais que les contraintes et allongements à la rupture sont diminués (cf fig I.41 pour le PP). Le PPS et le PBT renforcés de fibres de verre présentent quant à eux une modification de leur comportement linéaire comme le montre la figure I.42 (PPS+40 % en poids de fibres de verre). Les module de Young, résistance et allongement à la rupture sont également très affectés par la présence de la ligne de soudure.

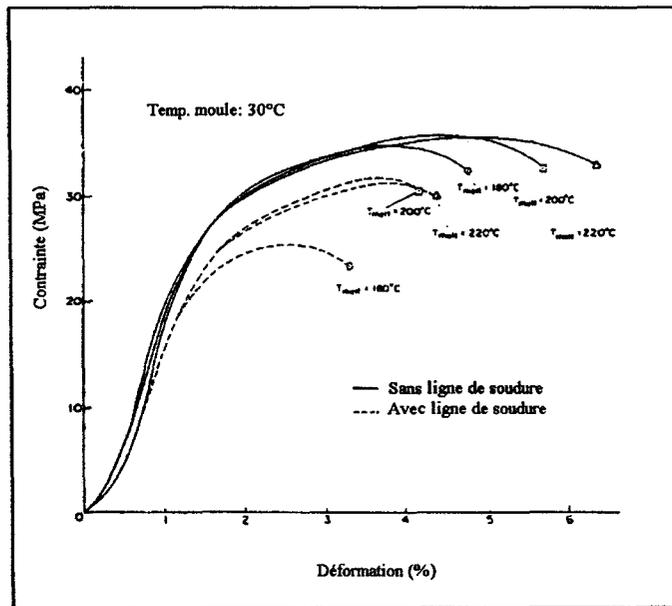


fig I.41: Courbes contrainte-déformation du PP+20 % en poids de fibres de verre, avec et sans ligne de soudure frontale à différentes températures de matière. [NAD 93].

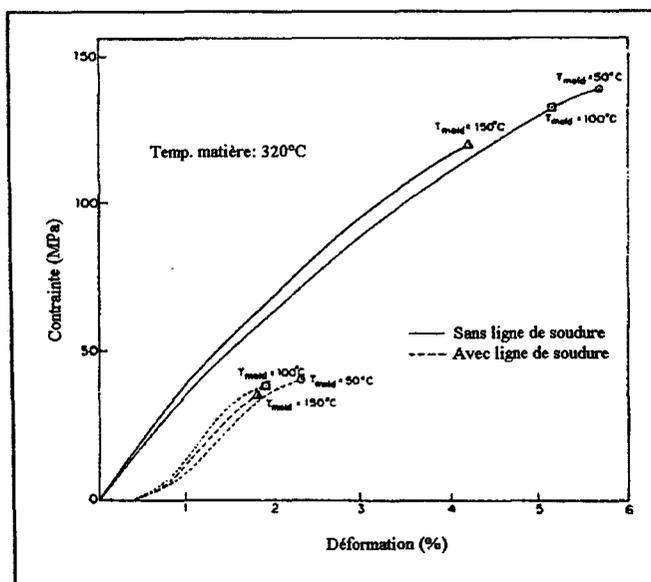


fig I.42: Courbes contrainte-déformation du PPS+40 % de fibres de verre, avec et sans ligne de soudure frontale à différentes températures de moule. [NAD 93].

I.3.3.4.Effet de la géométrie du moule

Certains auteurs s'intéressent à l'influence que peut avoir la forme du moule, notamment pour les lignes de soudure adjacentes. Fisa & al. [FIS 91] et Sanschagrin & al. [SAN 90] considèrent les différents moules présentés figure I.43.

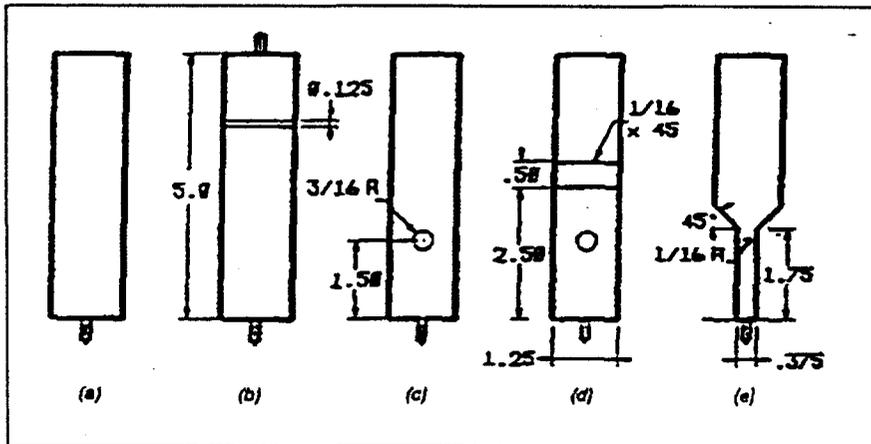


fig I.43: Différents types de moule utilisés. [SAN 90, FIS 91].

Les résultats obtenus indiquent que l'épaisseur de la cavité ne semble pas affecter la résistance en traction des lignes de soudure adjacentes de polymères renforcés de fibres ou de paillettes de verre. Cette remarque est aussi rapportée par Cloud & al. [CLO 76] dans le cas de lignes de soudure frontales.

Fisa & al. [FIS 91] notent aussi que le diamètre de l'insert ainsi que la position de découpe des éprouvettes de traction par rapport à l'insert ont un effet négligeable sur la résistance en traction de la ligne de soudure.

Hashemi & al. [HAS 94] étudient les lignes de soudure adjacentes de polypropylène chargé de fibres de verre ou de talc, et font varier les tailles et formes des inserts (*semi-circulaire, carré, triangulaire*). Les résultats qu'ils obtiennent ne permettent cependant pas de tirer de conclusions quant à l'influence des forme et taille de ces inserts, car l'étendue des variations qu'ils relèvent est de l'ordre de l'incertitude ($\approx 10\%$).

Comme le remarquent Rahmani & al. [RAH 91], la plupart des résultats publiés concernant les lignes de soudure de polymères chargés ou non, sont obtenus avec des moules dont la cavité est de type haltère. Ces moules normalisés (*ASTM-D647*) ont été réalisés afin d'étudier le comportement des lignes de soudure de thermoplastiques non chargés. En ce qui concerne les thermoplastiques chargés, l'anisotropie induite par l'orientation des charges pendant l'écoulement doit être prise en compte.

Après passage du seuil d'alimentation, le polymère fondu progresse à l'intérieur du convergent de l'éprouvette haltère. Il en résulte un écoulement élongationnel positif qui oriente les charges dans la direction de l'écoulement [VIN 84] confondue avec l'axe de sollicitation. A la ligne de soudure, les charges sont quant à elles orientées perpendiculairement à l'axe de la sollicitation. Au

niveau de la ligne de soudure, l'éprouvette haltère possède alors de faibles résistance et raideur alors qu'en dehors de la zone de soudure, elle dispose d'une résistance et d'une rigidité la plus élevée possible pour de tels matériaux (*compte tenu de l'orientation des charges dans le sens de l'écoulement*). Les tests mécaniques sur de telles éprouvettes donnent alors des résultats qui, d'après Rahmani & al. [RAH 91], surestiment la perte de résistance due à la ligne de soudure.

Les auteurs préconisent alors l'utilisation des moules représentés figure I.44 car ils permettent de caractériser le mieux la perte de résistance des lignes de soudure.

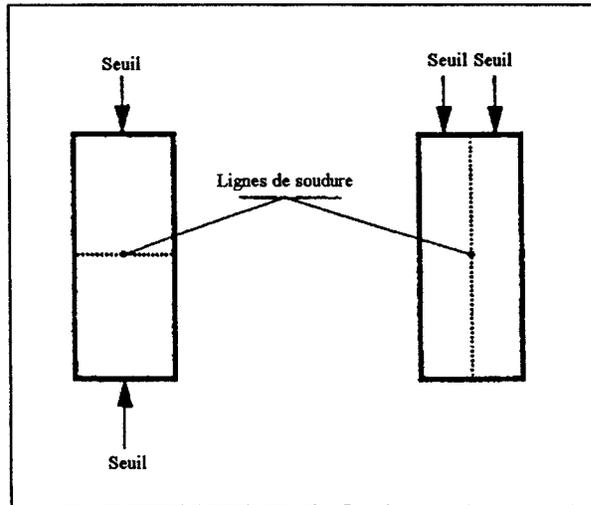


fig I.44: Cavités idéales pour l'étude des lignes de soudure frontales et adjacentes. [RAH 91].

I.3.3.5. Réorganisation de l'orientation des fibres à la ligne de soudure

Comme le signalent Hamada & al. [HAM 88], les pressions de remplissage et de maintien peuvent modifier la résistance de la ligne de soudure. Cependant, augmenter la pression de maintien (*de 0 MPa à 120 MPa*) améliore de 4% environ la résistance en traction d'un polycarbonate renforcé de 20% en poids de fibres de verre [HAM 87]. L'effet n'est donc pas tellement significatif.

Dans le but d'améliorer plus sensiblement la résistance en traction, le facteur primordial est donc un réalignement des fibres dans une direction perpendiculaire à la ligne de soudure.

Le moule qu'utilisent Hamada & al. [HAM 88] comprend une éprouvette haltère, une éprouvette de flexion et un disque. Le remplissage de l'empreinte est représenté ci-contre (cf fig I.45).

Le remplissage est achevé dans un premier temps dans la cavité de l'éprouvette de flexion (b), dans un deuxième temps dans la cavité de l'éprouvette haltère (a) et enfin dans le disque (c). La commutation pression d'injection - pression de maintien a lieu lorsque la ligne de soudure s'est formée dans la cavité de l'éprouvette haltère. Ainsi, dans l'intervalle de temps séparant la jonction des deux fronts et le remplissage complet de l'empreinte, les pressions à la ligne de soudure ne sont pas équilibrées. La différence de pression ΔP ainsi créée (cf fig I.46) donne lieu à un "écoulement arrière" (back flow) (cf fig I.47).

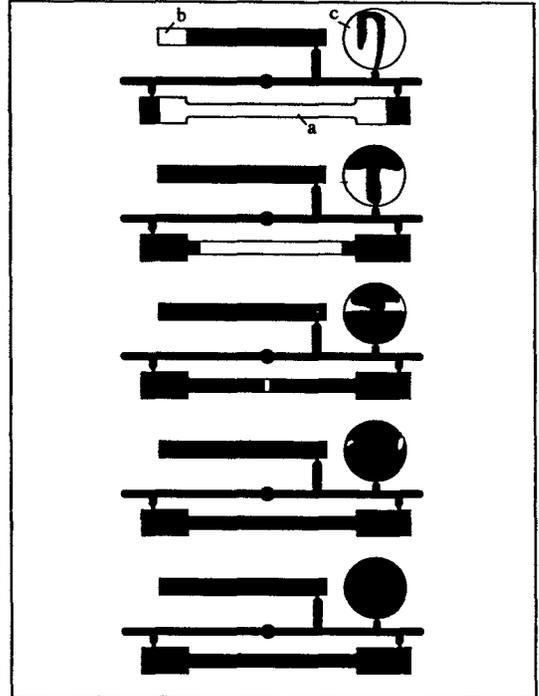


fig.I.45: Remplissage du moule. a: éprouvette haltère. b: éprouvette de flexion. c: disque. [HAM 88].

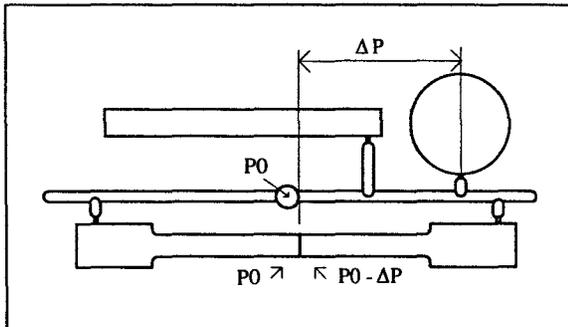


fig I.46: Différence de pression dans la région de soudure. P_0 : pression de carotte; ΔP : perte de charge. [HAM 88].

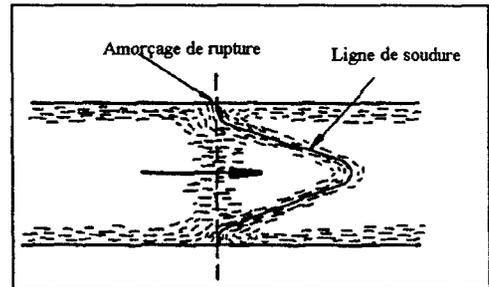


fig I.47: Représentation schématique de l'écoulement arrière. [HAM 88].

Une augmentation de 0 MPa à 120 MPa de la pression de maintien entraîne alors un accroissement de 20% de la résistance en traction de la ligne de soudure frontale [HAM 88] (PC renforcé de 20% en poids de fibres de verre). Les observations par microscopie électronique à balayage confirment la réorientation des fibres, leur rendant ainsi leur rôle de renforcement.

Piccarolo & al. [PIC 93] constatent également un écoulement arrière et un réalignement des fibres en injectant des éprouvettes de polyamide renforcé de fibres de verre (18.5% en poids) pour lesquelles le moule empreinte est doté de deux seuils de géométrie différente placés en vis à vis. Le temps de figeage de

chaque seuil est alors différent. Le dernier seuil figé permet d'appliquer la pression de maintien pendant un temps plus long, ce qui produit une intrusion de matière au droit de la soudure.

Piccarolo & al. [PIC 93] constatent que l'effet de l'intrusion est peu significatif sur la résistance en traction pour une faible vitesse de déformation (0.034 sec^{-1}). Cependant, les résistances en traction obtenues pour une vitesse de déformation supérieure (0.34 sec^{-1}) subissent une amélioration. Celle-ci est encore plus flagrante lorsque la géométrie des seuils est large. Dans ce cas, les résistances maximales révélées sont proches de 80% de celles d'éprouvettes denuées de ligne de soudure (cf fig I.48). Les essais de choc Charpy font apparaître les mêmes tendances que précédemment (cf fig I.49).

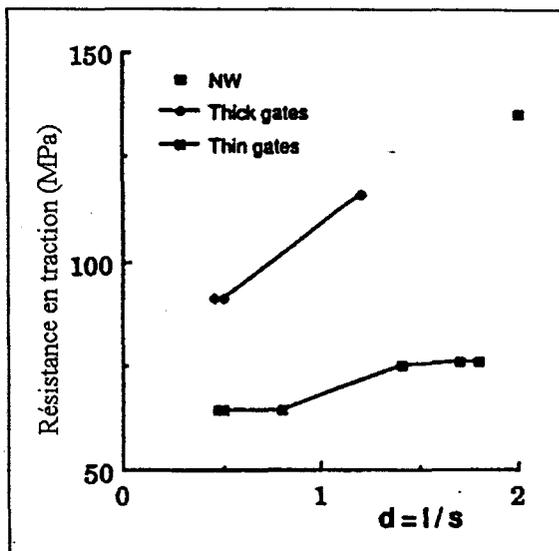


fig I.48: Résistance en traction de la ligne de soudure frontale d'un polyamide renforcé de 18,5% en poids de fibres de verre en fonction de la longueur d'intrusion d . d varie en fonction de la pression de maintien appliquée. Vitesse de déformation 3.4 sec^{-1} . [PIC 93].

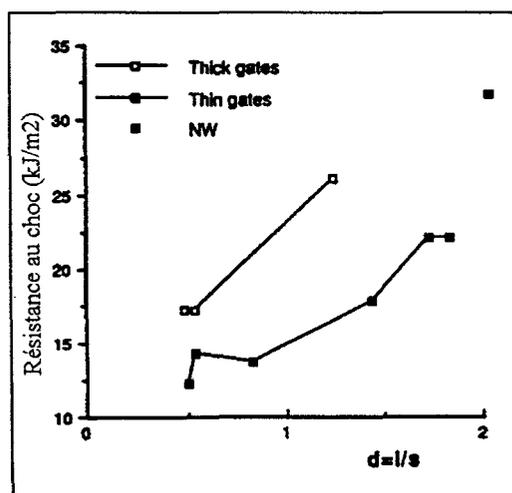


fig I.49: Résilience en fonction de la longueur d'intrusion d . [PIC 93]

Les recherches menées par Hamada & al. [HAM 88] et Piccarolo & al. [PIC 93] ne permettent cependant pas d'établir une relation entre la longueur d'intrusion et la différence de pression à la ligne de soudure pendant la phase de maintien et les propriétés mécaniques. L'écoulement arrière n'est en effet pas contrôlé. Afin de maîtriser ce dernier, Tomari & al. [TOM 95] adoptent le moulage de composite par injection simultanée (SCI: *Simultaneous Composite Injection*). Ce procédé de moulage, dans lequel les matières sont injectées

simultanément dans une cavité à travers des seuils différents et par deux unités d'injection distinctes, permet notamment de produire des pièces bi-couleurs.

Les auteurs réalisent des éprouvettes haltères avec ligne de soudure. Trois couples de matières sont étudiés: PCGF/PCGF (*Polycarbonate renforcé de fibres de verre, 10% en poids*), PCGF/PC et PC/PC. Une matière de chaque couple est teintée afin de faciliter l'identification de la ligne de soudure.

La commutation pression d'injection-pression de maintien est effectuée dès rencontre des deux fronts de matière.

Tomari & al. [TOM 95] constatent que la position de la ligne de soudure reste inchangée quelle que soit la différence de pression de maintien appliquée par les deux unités d'injection. Par contre, les coupes longitudinales d'éprouvettes confirment que l'interface entre les deux fronts d'écoulement est déviée dans le sens de la pression décroissante. L'allure de la déviation est identique pour les trois couples étudiés.

La figure I.50 montre que la longueur de déviation augmente linéairement avec la différence de pression de maintien.

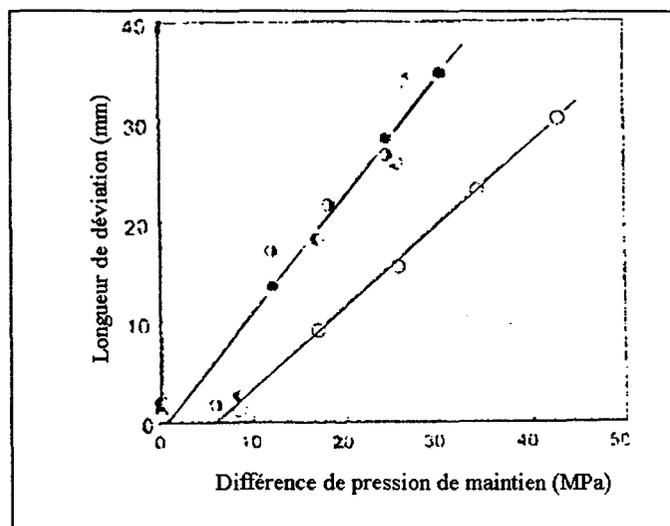


fig I.50: Relation entre différence de pression de maintien et longueur de déviation. (●: PCGF/PCGF, ○: PC/PC, ◐: PCGF/PC). [TOM 95].

Les tests de traction (*vitesse de sollicitation: 1 mm/min*) montrent que les éprouvettes PCGF/PCGF ont un comportement fragile, et que les résistances de la ligne de soudure correspondent aux contraintes de chargement maximales. La position de la rupture semble néanmoins changer en fonction de la différence de pression de maintien appliquée. Pour une différence de pression nulle, les échantillons PCGF/PCGF se rompent au droit de la ligne de soudure. Les éprouvettes PCGF/PCGF pour lesquelles la différence de pression est de 30 MPa présentent un amorçage et une propagation de rupture éloignés de la ligne de soudure de surface (7 mm). Ces résultats s'opposent à ceux de Hamada & al. [HAM 88] qui observent une rupture (*amorçage et propagation*) au droit de la

ligne de soudure pour des échantillons de polyamide chargés fibres de verre cités précédemment. Ils attribuent ce fait à l'effet d'entaille en "V". Les deux études [HAM 88, TOM 95] s'accordent néanmoins à montrer que la propagation de la fissure ne chemine pas le long de l'interface déformée de la ligne de soudure.

Le comportement en traction des échantillons PCGF/PC et PC/PC est typiquement ductile. La contrainte au seuil d'écoulement et l'allongement à la rupture des éprouvettes PC/PC restent inchangés vis à vis des échantillons non soudés. Le même comportement est observé pour les couples PCGF/PC où la déformation a lieu préférentiellement au sein du matériau ductile.

Par contre, les figures I.51 et I.52 montrent que l'influence de la différence de pression de maintien sur la résistance de la ligne de soudure frontale est effective uniquement pour le couple PCGF/PCGF (quand $\Delta P=20$ MPa, la résistance de la ligne de soudure atteint presque 100% de celle d'un échantillon non soudé). Dans le cas du polycarbonate, l'intrusion ne présente donc aucun effet.

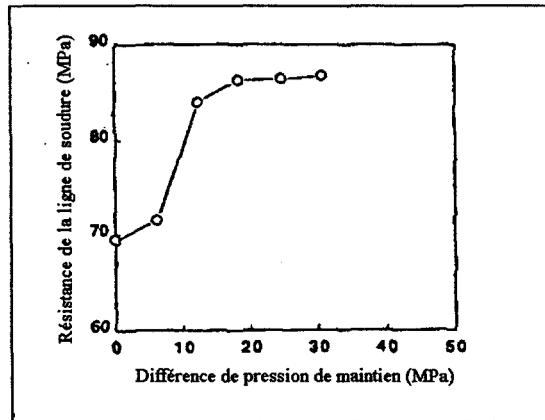


fig I.51: Résistance de la ligne de soudure du couple PCGF/PCGF en fonction de la différence de pression de maintien. [TOM 95].

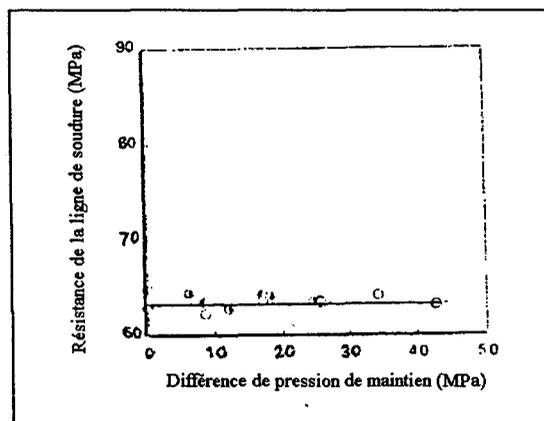


fig I.52: Résistance de la ligne de soudure des couples PCGF/PC et PC/PC. (●: PCGF/PCGF, ○: PC/PC, ◐: PCGF/PC). [TOM 95].

La relation entre la différence de pression de maintien et la résistance de la ligne de soudure pour le couple PCGF/PCGF (*cf fig I.51*) indique clairement comment doit être asservie la presse à injecter pour obtenir une amélioration efficace de la soudure. Cependant, cette relation n'est pas toujours réaliste dans la mesure où la différence effective de pression de maintien dépend de la géométrie du moule. Il semble donc que le paramètre de contrôle optimum soit la longueur de déviation. Tomari & al. [TOM 95] suggèrent alors qu'une longueur de déviation de 10 mm est un facteur déterminant quant à l'amélioration de plus de 90% de la résistance de la ligne de soudure frontale pour un polycarbonate renforcé de fibres de verre (*cf fig I.53*).

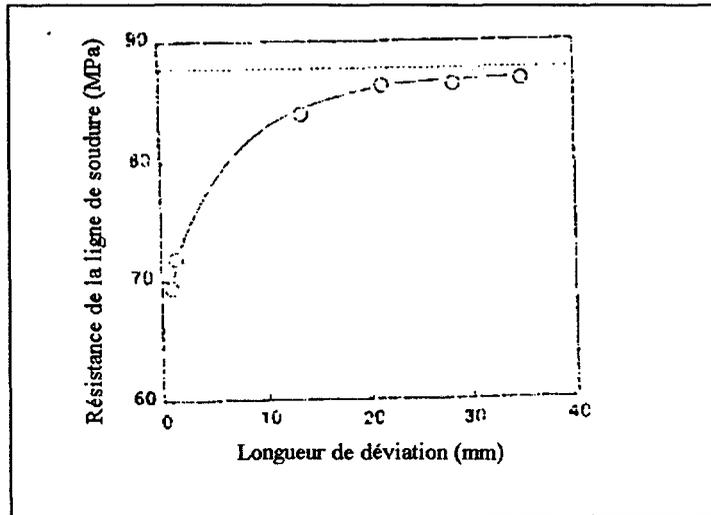


fig I.53: relation entre la longueur de déviation et la résistance en traction de la ligne de soudure frontale du couple PCGF/PCGF.

I.4. Conclusion et programme de recherche

L'étude bibliographique précédente montre que les lignes de soudure de flux d'écoulement dans les pièces injectées en polymère sont des défauts non encore maîtrisés et qui génèrent des affaiblissements mécaniques souvent aléatoires et nuisent ainsi à la fiabilité des pièces.

Il n'est d'ailleurs pas rare de rencontrer des résultats contradictoires entre différents auteurs qui étudient un matériau identique.

L'analyse bibliographique montre également que tous les polymères n'ont pas la même sensibilité vis-à-vis de la ligne de soudure. Il faut en effet remarquer les différences de comportement observées entre le polystyrène et le polycarbonate qui appartiennent pourtant à la même famille de polymères amorphes.

Une analyse de fond du problème est donc nécessaire afin de connaître:

- les mécanismes générateurs des lignes de soudure en fonction des paramètres physiques, géométriques et technologiques liés au matériau, à la pièce, au moule et au procédé
- les affaiblissements mécaniques engendrés
- les remèdes possibles pour éviter de tels affaiblissements.

Les chapitres suivants se proposent donc, en fonction de la nature des polymères et des paramètres géométriques, physiques et technologiques de mise en forme, d'une part d'analyser à l'échelle macroscopique les mécanismes de formation et les affaiblissements mécaniques, d'autre part d'expliquer et de calculer à l'échelle microscopique et moléculaire cet affaiblissement de cohésion à partir des particularités morphologiques locales, et de proposer ainsi des remèdes.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE I

- [BAL 59] R.L. BALLMAN, T. SHUSMAN, H.L. TOOR, *Ind. Eng. Chem.*, **51**, p847, **1959**
- [BALL 59] R.L. BALLMAN, T. SHUSMAN, H.L. TOOR, *Mod. Plast.* **37**, p105, **1959**
- [BAL 60] R. L. BALLMAN, H. L. TOOR, *Modern Plast.*, **1960**
- [BAR] A. BARBARIT, *Techniques de l'Ingénieur*, PA3650a
- [BAT 85] F. BATAILLE, T. VU-KHANH, B. FISA, *ANTEC'85*, p1174, **1985**
- [BEY 60] C.E. BEYER, R.S. SPENCER, *Rheology*, **3**, F.R.EIRICH, Eds Academic Press, New York, **1960**
- [BOU 52] R. H. BOUNDY, R. F. BOYER (Eds), *Styrene: Its Polymers, Copolymers and Derivatives*, Ch. 10, Reinhold-Press, New-York, **1952**
- [BOU 89] A. BOUTI, H. BENABDALLAH, B. FISA, *ANTEC'89*, p535, **1989**
- [BUR 85] N. BURDITT, A. KING, B. LEONARD, A. SCHEIBELHOFFER, *Plast. Compounding*, p62, march-april **1985**
- [CLO 76] P. J. CLOUD, F. McDOWELL, S. GERAKARIS, *Plast. Technol.*, august **1976**
- [COX 52] H.L. COX, *Brit. Jnl of Appl. Phys.*, **3**, p72, **1952**
- [CRI 83] R. M. CRIENS, & H. G. MOSLE, *Polym. Eng. Sci.*, **23**, 10, p591, **1983**
- [CRI 84] R. M. CRIENS, H. G. MOSLE, H. DICK, *ANTEC'84*, p772, **1984**
- [FIS 91] B. FISA, M. RAHMANI, *ANTEC'91*, p400, **1991**
- [FISA 91] B. FISA, M. RAHMANI, *Polym. Eng. Sci.*, **31**, 18, p1330, **1991**
- [GIL 50] G.D. GILMORE, R.S.SPENCER, *Mod. Plast.*, **143**, April **1950**
- [GILM 50] G.D.GILMORE, R.S. SPENCER, *Mod. Plast.*, **97**, Dec. **1950**
- [HAG 73] E. M. HAGERMAN, *Plast. Eng.*, p67, **1973**
- [HAGE 73] E. M. HAGERMAN, *ANTEC'73*, p276, **1973**

- [HAM 87] H.HAMADA, Z.MAEKAWA, T.HORINO, K.TOMARI, *Kobunshi Ronbunshu*, 44, 9, p649, 1987
- [HAM 88] H. HAMADA, Z. MAEKAWA, T. HORINO, K. LEE, K. TOMARI, *Intern. Polym. Process. II*, 3/4, p131, 1988
- [HAS 94] S.HASHEMI, G.GARA, B.STANWORTH, *Plast. Rubb. Process. Applic.*, 22, 2, p105, 1994
- [HOB 74] S. Y. HOBBS, *Polym. Eng. Sci.*, 14, 9, p621, 1974
- [HUB 73] P. HUBBAUER, *Plast. Eng.*, p37, 1973
- [JAC 60] G.B. JACKSON, R.L. BALLMAN, *Soc. Plast. Eng. Jnl.*, 16, p1147, 1960
- [JAN 91] S.L. JANICKI, R.B. PETERS, *ANTEC'91*, p391, 1991
- [KAT 78] F. S. KATZ, J. V. MILEWSKI, *Handbook of fillers and reinforcement for plastics*, Van Nostrand-Reinhold, New-York, 1978
- [SPE 51] R.S. SPENCER, G.D. GILMORE, *Jnl Colloid Sci.*, 6, p118, 1951
- [KAL 75] G. KALISKE, H. SEIFERT, *Plaste U. kaut.*, 22, 9, p739, 1975
- [KAM 72] M.R. KAMAL, S. KENIG, *Polym. Eng. Sci.*, 12, p294, 1972
- [KAM 89] M.R. KAMAL, P. SINGH, *ANTEC'89*, p240, 1989
- [KEL 65] A. KELLY, W. R. TYSON, *Jnl Mech. Phys. Solids*, 13, p329, 1965
- [KIM 86] S.G. KIM, N.P. SUH, *Polym. Eng. Sci.*, 26,17, p1200, 1986
- [KRA 91] D. KRASNECKY, *ANTEC'91*, p363, 1991
- [KRU 80] W.L. KRUEGER, Z. TADMOR, *Polym. Eng. Sci.*, 20, 6, p426, 1980
- [MAL 81] S. Ç. MALGUARNERA, A. MANISALI, *Polym. Eng. Sci.*, 21, 10, p586, 1981
- [MALG 81] S. C. MALGUARNERA, A. MANISALI, D. C. RIGGS, *Polym. Eng. Sci.*, 21, 17, p1149, 1981
- [MAL 82] S. C. MALGUARNERA, *Polym. Plast. Technol. Eng.*, 18, 1, p45, 1982
- [MAS 67] S.G. MASON, H.L. GOLDSMITH, dans *Rheology -theory and application*, Ed. F.R. Eirich, 4, 85, 1967
- [MEN 72] G. MENGES, G. WUBKEN, *ANTEC'72*, p519, 1972

[MEN 80] G. MENGES, *Etude exhaustive de tous les paramètres du moulage par injection des matières plastiques*, Usine publication SA, Paris 1980

[NAD 93] V.M. NADKARNI, S.R. AYODHYA, *Polym. Eng. Sci.*, **33**, 6, p358, 1993

[ODA 76] K. ODA, J.L. WHITE, E.S. CLARK, *Polym. Eng. Sci.*, **16**, p585, 1976

[PIC 87] S. PICCAROLO, A. RALLIS, TITOMANLIO, *Plast. Rubb. Process. Applic.*, **8**, 3, p181, 1987

[PIC 88] S. PICCAROLO, M. SAIU, *Plast. Rubb. Process. Applic.*, **10**, 1, p11, 1988

[PIC 89] S. PICCAROLO, A. RALLIS, TITOMANLIO, *Polym. Eng. Sci.*, **29**, 4, p209, 1989

[PIC 91] S. PICCAROLO, M. SAIU, *Plast. Rubb. Process. Applic.*, **16**, 2, p87, 1991

[PIC 93] S. PICCAROLO, F. SCARGIALI, G. GRIPPA, G. TITOMANLIO, *Plast. Rubb. Process. Applic.*, **19**, 4, p205, 1993

[PIG 80] M. R. PIGOTT, *Load bearing fibres composites*, Pergamon Press, Oxford, 1980

[RAH 91] M. RAHMANI, B. FISA, *ANTEC'91*, p396, 1991

[ROS 61] W. ROSE, *Nature*, 191, p242, 1961

[SAN 90] B. SANSCHAGRIN, R. GAUVIN, B. FISA, T. VU-KHANH, *Jnl. Reinf. Plast. Compos.*, **8**, p194, march 1990

[SAV 83] A. SAVADORI, A. PELLICONI, D. ROMANINI, *Plast. Rubb. Process. Applic.*, **3**, 3, p215, 1983

[SCH 74] L.R. SCHMIDT, *Polym. Eng. Sci.*, **14**, p797, 1974

[SVA 86] M. SVAZIC, *ANTEC'86*, p1136, 1986

[TAD 74] Z. TADMOR, *Jnl. Appl. Polym. Sci.*, **18**, p1753, 1974

[TAD 79] Z. TADMOR, C.G. GOGOS, *Principles of Polymer Processing*, John Winley & sons, New York, 1979

[THA 77] R. C. THAMM, *Rubb. Chem. Technol.*, **50**, 1977

[TOM 90] K. TOMARI, S. TONOGAI, T. HARADA, *Polym. Eng. Sci.*, **30**, 15, p931, 1990

[TOM 95] K. TOMARI, H. TAKASHIMA, H. HAMADA, *Advances in Polym. Technol.*, **14**, 1, p25, **1995**

[VIN 84] M. VINCENT, *Thèse de doctorat*, Ecole des Mines de Paris, **1984**

[WEN 90] W. WENIG, D. SINH, G. BOTZEN, H.G. MOSLE, *Die Angewandte Makromolekulare Chemie*, **179**, p35, **1990**

[WHI 74] J.L. WHITE, H.B. DEE, *Polym. Eng. Sci.*, **14**, p212, **1974**

[WHI 75] J.L. WHITE, *Polym. Eng. Sci.*, **15**, 44, **1975**

[WHI 79] J.L. WHITE, W. DIETZ, *Polym. Eng. Sci.*, **19**, 15, p1081, **1979**

[YOK 91] H. YOKOI, Y. MURATA, *ANTEC'91*, p367-371, **1991**

CHAPITRE II

MATERIELS & METHODES

CHAPITRE II

MATERIELS & METHODES

II.1. Matériaux transformés	II.3
II.2. Matériels expérimentaux de transformation.....	II.4
II.2.1. Presses à injecter les thermoplastiques	4
II.2.2. Outillages et instrumentations	5
II.2.2.1. Moule grappe d'éprouvettes.....	5
II.2.2.2. Moule plaque modulaire	7
II.2.2.3. Régulation thermique des moules	9
II.2.2.4. Mesure des températures des moules	9
II.2.2.5. Mesure des pressions	10
II.3. Matériels de caractérisation	II.11
II.3.1. Caractérisation mécanique	11
II.3.1.1. Machine d'essais universelle	11
II.3.1.2. Résistance au choc-flexion	12
II.3.2. Caractérisation physico-chimique	12
II.3.2.1. Analyse Enthalpique Différentielle.....	12
II.3.2.2. Analyse thermogravimétrique.....	12
II.3.2.3. Mesure des orientations moléculaires.....	13
II.3.3. Caractérisation rhéologique	13
II.3.3.1. Rhéomètre capillaire	13
II.3.3.2. Rhéomètre cône-plan.....	14
II.3.4. Caractérisation microscopique.....	14
II.3.4.1. Microscope optique	14
II.3.4.2. Microscope électronique à balayage	14
II.4. Méthodologie Taguchi.....	II.14
 REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE II.....	 II.16

II. MATERIELS & METHODES

II.1. Matériaux transformés

Les matériaux de base utilisés dans cette étude sont au nombre de cinq, et balayent une gamme relativement large de polymères thermoplastiques transformés par injection.

Ils se distinguent par leur nature chimique, leur structure (*amorphe, semi-cristallin*) et leur composition (*présence ou non de renforts*). Le tableau II.1 présente les références de ces polymères ainsi que les abréviations utilisées pendant toute l'étude.

Polymère	Référence fournisseur	Abréviation	Remarques
Polystyrène cristal	BP Chemicals HH 111	PS	
Polystyrène modifié Choc	ELF ATOCHEM 6631	PS Choc	
Polycarbonate	BAYER Makrolon 2405	PC	
Polypropylène	APPRYL 3030 MN1	PP	
Polypropylène renforcé de 30% en masse de fibres de verre courtes ($\approx 500 \mu\text{m}$)	APPRYL HVL 0230	PP30FVC	Matrice: 3030 MN1 + Noir de Carbone. Fibres sans agent de couplage

tableau II.1: Polymères étudiés.

Le choix de ces différents polymères est guidé par le souci, d'une part de représenter une gamme importante des thermoplastiques transformés par injection, et d'autre part de mettre en évidence le comportement mécanique de ces matériaux en présence d'une ligne de soudure.

Les caractéristiques technologiques (*physiques et thermiques*) de ces polymères sont exposées, lorsqu'elles sont utiles pour l'étude, dans chacun des chapitres s'y référant.

II.2. Matériels expérimentaux de transformation

II.2.1. Presses à injecter les thermoplastiques

Les presses utilisées pour cette étude sont de conception standard et se différencient 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 II.2.

	BILLION H280/90	DK 600/200 VPJ
Force de fermeture	9.10^5 N	20.10^5 N
Diamètre des colonnes	70 mm	
Force d'éjection hydraulique	3.10^4 N	6.10^4 N
Course d'éjection	90 mm	110 mm
Puissance de chauffe	10,4 kW	26 kW
Pression matière maximale	1645 bar	2000 bar
Pression hydraulique maximale	160 bar	210 bar
Diamètre de la vis	38 mm	42 mm
Volume injectable maximum	164 cm ³	319 cm ³
Course de la vis maximale	145 mm	230 mm
Vitesse d'injection maximale	400 mm/sec	300 mm/sec

tableau II.2 : Caractéristiques principales des presses utilisées pour l'étude.

La presse Billion H280/90 dispose de 2 modes de contrôle de la phase de maintien. Le premier, baptisé "Boucle Fermée Hydraulique" (BFH) est le mode d'asservissement classique qui consiste à appliquer, pendant la phase de post-remplissage, une pression hydraulique constante sur le vérin d'injection. Le second, appelé "Boucle Fermée Polymère" (BFP), imaginé et développé au département Plasturgie de l'Ecole des Mines de Douai [DEV 90, DEV 92] consiste à maintenir constante, pendant cette phase quasi-statique, la pression du polymère en un point de l'empreinte judicieusement choisi (*en l'occurrence au droit de la ligne de soudure*) et équipé d'un capteur de pression assurant l'asservissement. Ce mode de pilotage permet ainsi d'induire localement une histoire thermomécanique contrôlée pendant la phase de post-remplissage.

La figure II.1 compare les 2 modes de pilotage:

- En Boucle Fermée Hydraulique (*pilotage classique*), la pression hydraulique étant maintenue constante, la pression du polymère chute sous l'effet du refroidissement de la pièce et la courbe pression-temps présente une inflexion caractéristique qu'il est possible de faire correspondre avec le temps de figeage des seuils (*détermination par la méthode des tangentes*).

- En Boucle Fermée Polymère, le pilotage s'effectue de manière à maintenir constante la pression du polymère pendant la phase de post-remplissage. Il en résulte cette fois une augmentation de la pression hydraulique qui s'infléchit également lorsque les seuils se figent.

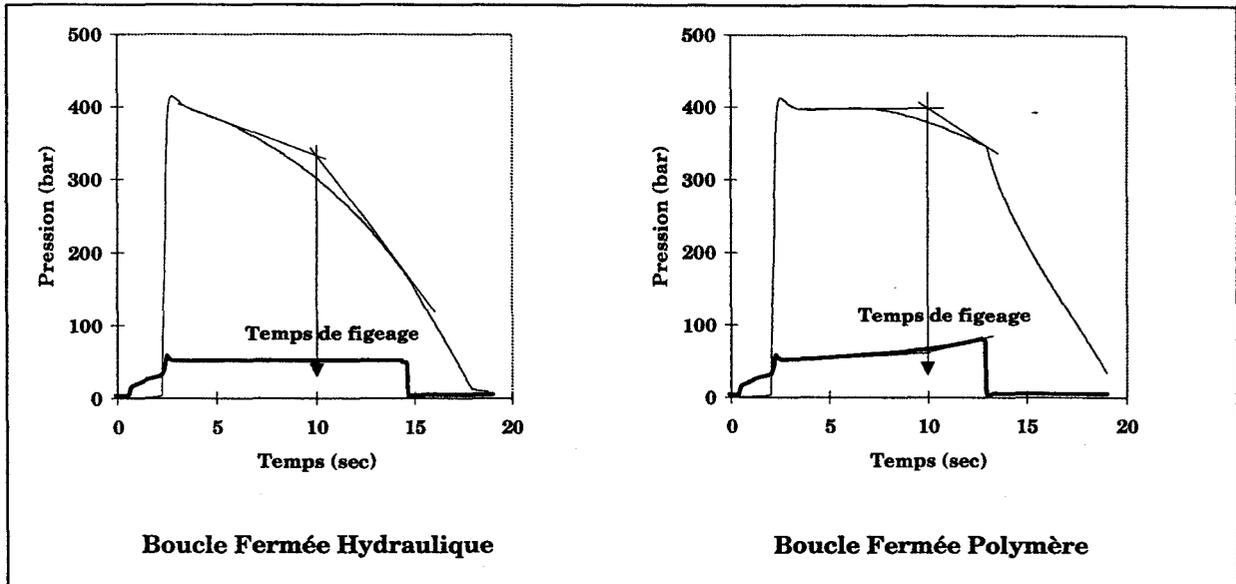


fig II.1: Comparaison des pressions hydraulique et matière pour un pilotage standard en pression hydraulique et un pilotage sur pression polymère. (trait plein gras: pression hydraulique; trait plein: pression du polymère dans l'empreinte).

II.2.2. Outillages et instrumentations

Au cours de cette étude, 2 moules sont utilisés, chacun étant attribué à une des 2 presses présentées ci-dessus.

II.2.2.1. Moule grappe d'éprouvettes

L'outillage utilisé sur la presse BILLION H280/90 est un moule grappe d'éprouvettes (cf fig II.2) qui permet l'injection simultanée de 2 éprouvettes:

- une éprouvette haltère type ISO 1: longueur totale: 200 mm; longueur de la partie centrale calibrée: 65 mm; dimensions de la partie centrale: 10 mm x 4 mm. Un dispositif amovible disposé sur un des canaux d'alimentation de cette empreinte permet d'alimenter l'éprouvette par ses deux extrémités et de créer ainsi une ligne de soudure frontale.
- un barreau de dimensions 10 mm x 4 mm et de longueur 154 mm. Bien que non utilisé pour les études paramétriques, ce barreau est injecté afin d'assurer un équilibre des efforts à l'intérieur du moule pendant la phase d'injection.

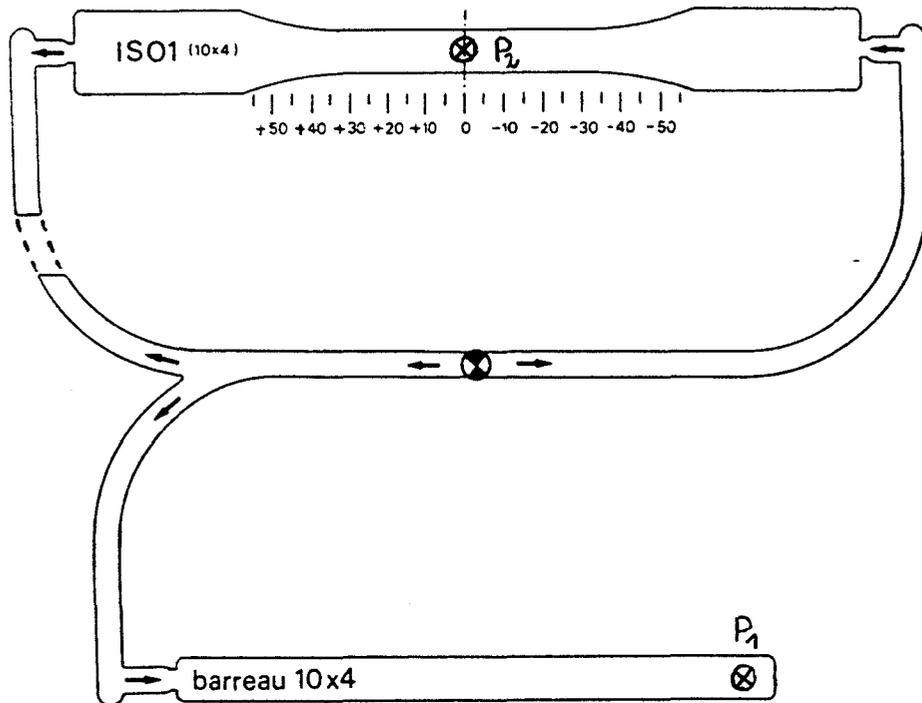


fig II.2: Moule grappe d'éprouvettes (cotes en mm). Les capteurs de pression sont matérialisés par le symbole \otimes . P_1 et P_2 sont respectivement les capteurs de pression en fond d'empreinte et à la ligne de soudure.

Les éprouvettes ainsi réalisées sont de dimensions constantes, notamment leur épaisseur (4 mm). La section rectangulaire des seuils d'injection est également constante (largeur: 4 mm, épaisseur: 2 mm).

L'instrumentation de l'outillage est composée de deux capteurs de pression piézo-électriques de marque KISTLER de type 6157BA. L'un de ces capteurs (P_1) est situé au fond de l'empreinte du barreau de dimensions 10 mm x 4 mm et l'autre (P_2) au niveau de la ligne de soudure (cote 0 sur la figure II.2). Des essais de remplissage de l'empreinte par incomplets mettent en évidence que la fin de remplissage de l'empreinte s'effectue au fond du barreau de dimensions 10 mm x 4 mm. Dans le mode d'asservissement BFP, c'est à partir de l'information de pression du capteur de fond d'empreinte (P_1) que la presse commute en phase de maintien, et le capteur situé face à ligne de soudure (P_2) assure ensuite l'asservissement de la pression de maintien.

Par ailleurs, une sonde thermique placée au coeur de l'outillage permet de contrôler la température moyenne du moule par l'intermédiaire d'un enregistreur Multireg SIEMENS.

II.2.2.2. Moule plaque modulaire

Conçu et réalisé pour les besoins de l'étude à l'Ecole des Mines de Douai, le moule plaque est utilisé sur la presse DK 600/200 VPJ.

Sa géométrie, en forme de plaque (155 mm x 100 mm), est principalement employée lors de l'étude des polymères renforcés de fibres de verre. Ceci de manière à limiter l'orientation des fibres dans la direction de l'écoulement, comme dans le cas de l'injection d'une éprouvette ISO 1 ou ASTM [FIS 91].

Ce moule a la particularité d'être modulaire (cf fig II.3) et il permet:

- d'injecter des plaques selon 3 modes d'alimentation différents (*ligne de soudure frontale, ligne de soudure adjacente et injection mono-seuil*)
- de réaliser des pièces d'épaisseur variable (2 et 4 mm)
- d'injecter des plaques par des seuils de section rectangulaire variable. En fonction de l'épaisseur de plaque choisie, la section de ces seuils est déterminée expérimentalement afin d'éviter tout phénomène de jet libre¹. Le tableau II.3 présente les différentes sections de seuils disponibles.

	Section (largeur (mm) x épaisseur (mm))			
Plaque d'épaisseur 2 mm	2 x 2	4 x 2	6 x 2	2 x 1
Plaque d'épaisseur 4 mm	4 x 4			

tableau II.3: Section des seuils utilisés lors de l'étude.

L'instrumentation de l'outillage se compose de 3 capteurs de pression de marque KISTLER de type 6157B. Ils sont placés sur l'axe de symétrie de la pièce; 2 sont situés face aux seuils d'injection (C1 et C3), le dernier est quant à lui placé au centre de la plaque (C2).

Deux sondes de températures de type J sont également placées au coeur de l'outillage afin de contrôler la température moyenne du moule pendant les cycles d'injection.

L'outillage est aussi équipé d'un système de régulation thermique, à canaux indépendants de diamètre 12 mm, représenté sur la figure II.4.

¹ Au cours de l'étude il est constaté que le jet libre apparaît pour les polymères renforcés de fibres de verre lorsque l'épaisseur du seuil est inférieure à 50% de l'épaisseur de la plaque.

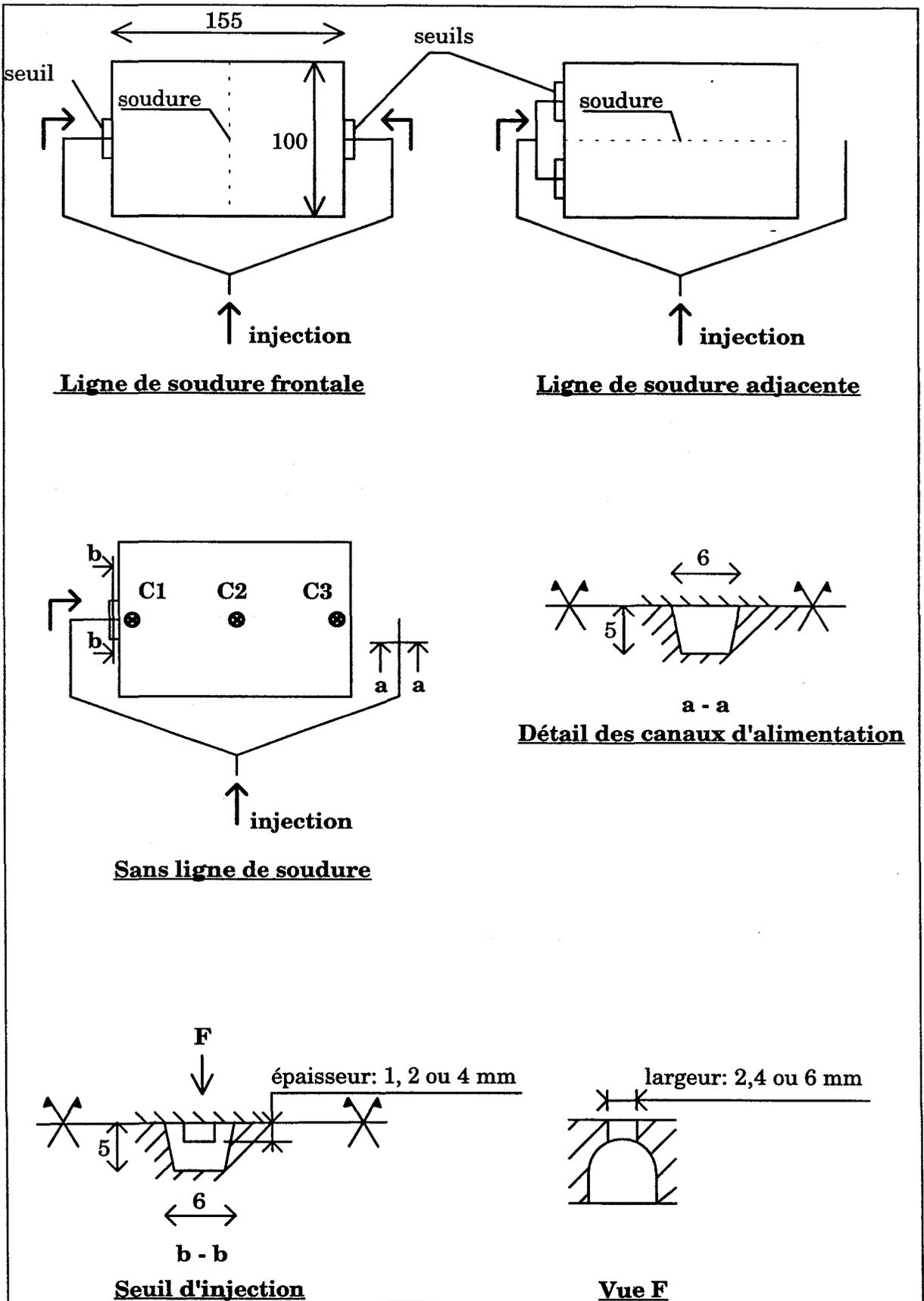


fig II.3: Différentes configurations du moule modulaire (cotes en mm). C1, C2 et C3 capteurs de pression.

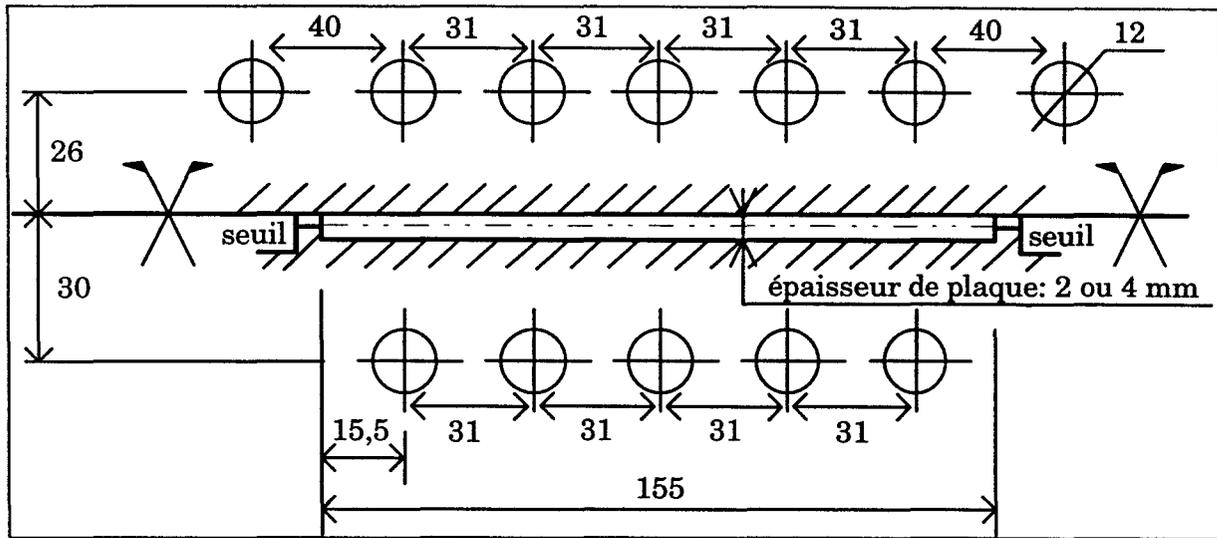


fig II.4: Représentation schématique du système de refroidissement du moule plaque.

II.2.2.3. Régulation thermique des moules

La régulation thermique des outillages s'effectue à l'aide de 2 types de régulateurs de marque DK Codim.

Pour des températures du moule supérieures à 30°C, un groupe réchauffeur Thermoplast TT160E est utilisé, alors que des températures inférieures à 30°C nécessitent l'emploi d'un groupe réfrigérant Frigoplast FP 4000.

Les caractéristiques techniques des groupes de régulation sont présentées dans le tableau II.4.

Type de régulateur	Débit théorique de sortie	Fluide de régulation	Puissance de refroidissement	Plage de températures
Frigoplast FP 4000	30 l/min	Antigel	4000 kcal/h à 10°C	0 - 50 °C
Thermoplast TT 160E	75 l/min	Huile	20000 kcal/h à 90°C	20 - 150°C

tableau II.4: Caractéristiques des groupes de régulation thermique.

II.2.2.4. Mesure des températures des moules

Les signaux provenant des sondes de température placées dans chacun des moules sont dirigés vers un enregistreur 30 voies Multireg C 1730 de SIEMENS pour lequel la durée de mesure sur une voie est de 40 msec.

Les enregistrements de températures sont utilisés de manière à s'assurer de la stabilité du processus de fabrication. En effet, au démarrage de chaque série de moulage les températures du polymère et des parois du moule évoluent avant de se stabiliser autour d'une valeur moyenne (cf fig II.5). Cette phase transitoire nécessite le moulage d'une quinzaine de pièces en général. Chaque

série d'éprouvettes caractérisée ensuite mécaniquement est donc précédée par la réalisation d'une quinzaine de pièces, non utilisées dans l'étude, afin d'atteindre un régime stationnaire.

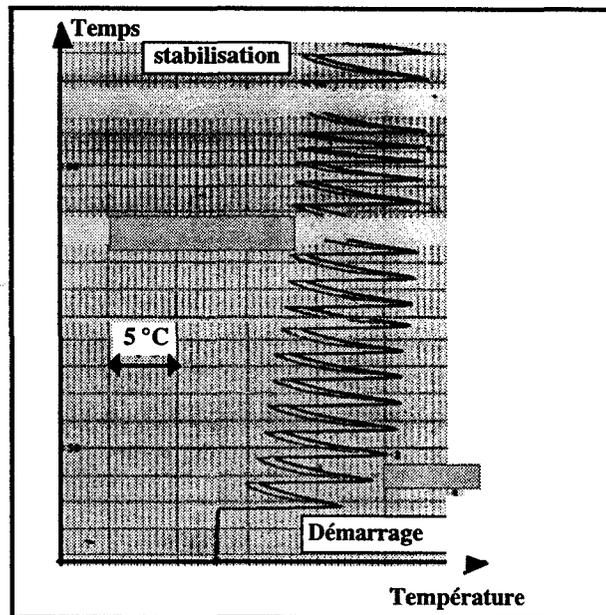


fig II.5: Enregistrement type de l'évolution des températures des moules lors de l'injection.

Comme le montre la figure II.5, les températures évoluent de façon importante pendant le cycle d'injection. Les températures maximales sont obtenues pendant la phase de remplissage.

Dans toute la suite de l'étude, il est choisi de définir la température du moule comme étant la température minimale, après stabilisation thermique, de l'outillage avant injection.

De plus, afin d'obtenir une température de moule déterminée, il est nécessaire de surestimer la température de consigne des régulateurs thermiques de quelques degrés afin de compenser toutes pertes thermiques. Une température de moule de 40°C nécessite en effet une température de consigne de 45°C.

II.2.2.5. Mesure des pressions

Les signaux des capteurs de pression des outillages ainsi que ceux issus du capteur de pression du vérin hydraulique de la presse sont envoyés vers un analyseur de transitoires TEKTRONIX TESTLAB équipé de cartes d'acquisition 25AA1 et 25AA5. Chaque voie de mesure est réglable en amplitude de signal offset. Elle est reliée à un convertisseur analogique digital et à une mémoire de 256 Ko de 12 bits. Le déclenchement de l'acquisition est effectué par le signal de synchro-injection délivré par la presse. La fréquence d'échantillonnage est fixée à 5 msec sur chacune des voies. Le schéma de principe du système d'acquisition des données est représenté sur la figure II.6.

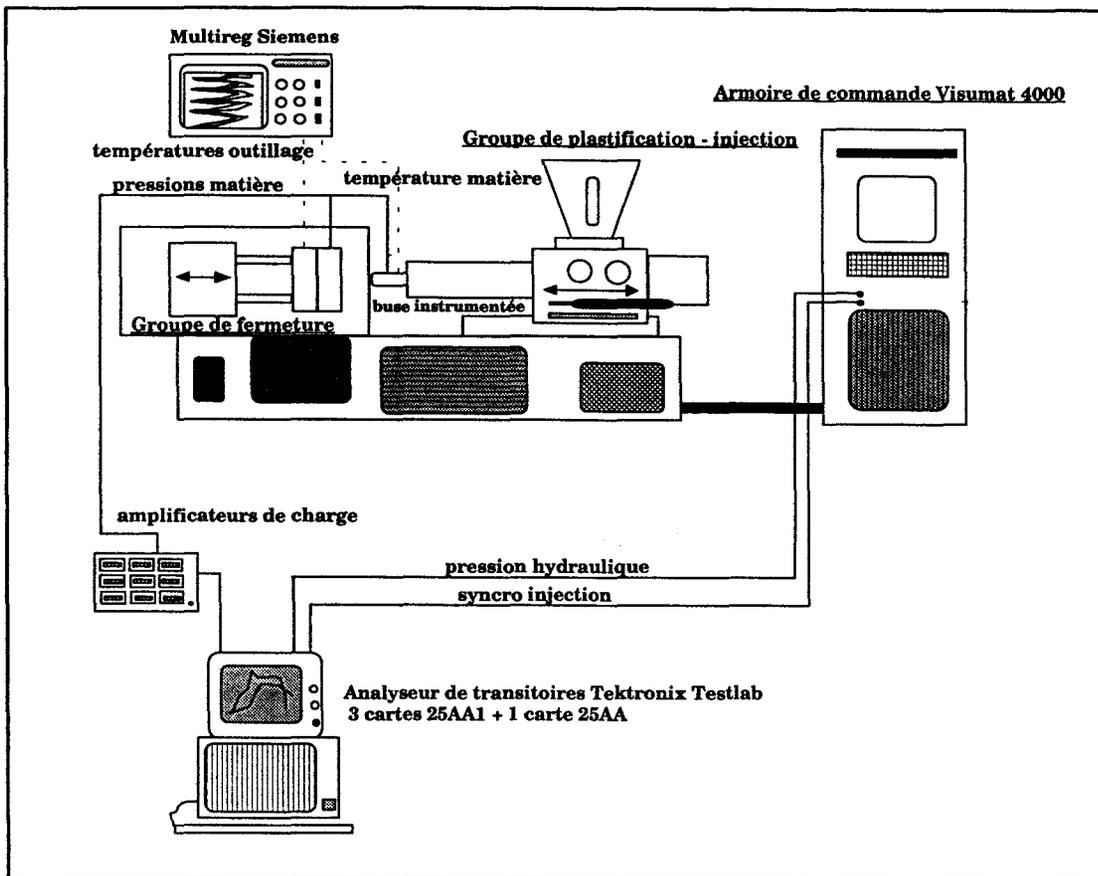


fig II.6: Système d'acquisition des données.

II.3. Matériels de caractérisation

Les paragraphes suivants décrivent d'une manière générale les différents matériels de caractérisation (*mécanique, physico-chimique, etc...*) utilisés pendant l'étude, sachant que chacun des matériaux employés nécessite des conditions opératoires différentes. Celles-ci sont donc explicitées au cas par cas pour chaque type de polymères (*thermoplastiques "purs", composites ...*) utilisé dans les chapitres suivants.

II.3.1. Caractérisation mécanique

II.3.1.1. Machine d'essais universelle

Les tests de traction et de flexion sont effectués sur un dynamomètre INSTRON, modèle 1185, de capacité 10 tonnes et pouvant être équipé de cellules de force de 5 et 100 kN.

Dans le cas de ruptures fragiles, les mesures de déplacement sont effectuées à l'aide d'un extensomètre de capacité $25 \pm 2,5$ mm.

La plage de vitesse de déplacement de la traverse s'étend de 0,05 mm/min à 1 000 mm/min.

Le dispositif est directement relié à un ordinateur, ce qui permet d'une part, de relever en temps réel la courbe contrainte-déformation (*avec ou sans extensomètre*), et d'autre part, de déterminer les différentes caractéristiques mécaniques du matériau (*résistance, module, etc ...*).

II.3.1.2.Résistance au choc-flexion

Les essais de choc Charpy sont utilisés du fait de leur facilité de mise en oeuvre et du grand nombre d'éprouvettes immédiatement disponibles.

Ils sont réalisés à l'aide d'un mouton pendule de marque ZWICK (*modèle 5101*) pouvant être équipé de pendules de 15 et 7,5 J. L'énergie de rupture absorbée lors du choc est rapportée à la section du barreau et permet ainsi de déterminer la résistance au choc (*ou résilience*) du matériau.

II.3.2.Caractérisation physico-chimique

II.3.2.1.Analyse Enthalpique Différentielle

Cette technique consiste à enregistrer directement en fonction du temps la différence d'énergie qu'il faut fournir à un échantillon et à sa référence pour les maintenir à la même température. Cette différence d'énergie est équivalente à l'énergie thermique absorbée ou dissipée lors d'une transition du matériau.

Dans le cas des matériaux semi-cristallins employés dans cette étude, l'Analyse Enthalpique Différentielle (*AED*) est donc utilisée pour déterminer les températures et enthalpies de fusion (*et par conséquent des taux de cristallinité*) et les températures de cristallisation.

Elle est également employée pour les polymères amorphes afin de déterminer leur température de transition vitreuse (*Tg*).

Le matériel utilisé est un appareil DSC7 de marque PERKIN ELMER.

II.3.2.2.Analyse thermogravimétrique

Cette technique d'analyse est utilisée dans cette étude pour les polymères renforcés de fibres de verre.

La thermogravimétrie consiste à placer un échantillon dans une coupelle de platine, elle-même reliée à une balance de précision, et permet d'enregistrer les variations de masse. Un four, qu'il est possible de programmer en température, vient ensuite se placer autour de l'échantillon et permet d'effectuer la pyrolyse du polymère. Après pyrolyse du polymère renforcé de fibres de verre, seules persistent les fibres, ce qui permet ainsi de déterminer d'une part, le taux

de fibres, et d'autre part, la quantité effective de polymère "pur" contenue dans l'échantillon. Cette dernière information permet alors de déterminer le taux de cristallinité réel de la matrice polymère au sein de l'échantillon.

II.3.2.3. Mesure des orientations moléculaires

Les orientations moléculaires sont obtenues par dichroïsme infrarouge sur des coupes microtomées de 20 µm d'épaisseur prélevées au sein des matériaux injectés.

Le spectre d'absorption infrarouge est obtenu grâce à un spectrophotomètre infrarouge à transformée de Fourier de marque PERKIN ELMER (type 1720X). Les mesures d'absorbance sont effectuées parallèlement ($A_{//}$) et perpendiculairement (A_{\perp}) au sens de l'écoulement du polymère, selon la bande caractéristique de la phase cristalline du polypropylène (998 cm^{-1} , [MAV 86]).

Le second moment de la fonction d'orientation est alors déterminé par la relation [MYE 94]:

$$\langle P_2(\cos\theta) \rangle = \frac{3 \langle \cos^2\theta \rangle - 1}{2} = \left(\frac{D_0 + 2}{D_0 - 1} \right) \left(\frac{D - 1}{D + 2} \right) \quad \text{(II.1)}$$

avec:

- $D = (A_{//})/(A_{\perp})$, le rapport dichroïque
- $D_0 = 2 \langle \cot^2 \alpha \rangle$, la valeur du rapport dichroïque lorsque les axes d'étirage et de la chaîne correspondent, et α l'angle décrivant la direction du moment de transition dipolaire par rapport à l'axe de la chaîne. ($\alpha = 18^\circ$ pour la bande caractéristique de la phase cristalline du polypropylène).
- θ , l'angle caractéristique du degré d'anisotropie du polymère.

$\langle P_2(\cos\theta) \rangle$ prend des valeurs comprises entre -0,5 et 1, selon que toutes les unités sont dirigées perpendiculairement ou parallèlement à la direction d'étirage.

II.3.3. Caractérisation rhéologique

II.3.3.1. Rhéomètre capillaire

Un rhéomètre capillaire GÖTTFERT 2001 est utilisé dans le chapitre III relatif aux polymères amorphes afin de déterminer les viscosités de cisaillement et viscosité newtonienne η_0 .

Ce rhéomètre peut être équipé de filières capillaires de diamètre 0,5 mm et de rapports longueur/diamètre de 10, 20 et 30, et permet également les corrections de Bagley et de Rabinowitch.

II.3.3.2. Rhéomètre cône-plan

L'étude sur les polymères amorphes (*chapitre III*) nécessite aussi l'utilisation d'un rhéomètre cône-plan afin de déterminer les caractéristiques rhéologiques en régime dynamique.

L'appareil utilisé est un rhéomètre CSL 500 de marque TA INSTRUMENT disposant d'un système de régulation thermique par bobine d'induction. La constante de temps extrêmement faible du système permet d'atteindre la température de consigne rapidement.

Des échantillons de 20 mm de diamètre (*correspondant au diamètre du système cône-plan*) sont découpés à l'emporte pièce dans des plaquettes de 1 mm d'épaisseur moulées par compression.

II.3.4. Caractérisation microscopique

II.3.4.1. Microscope optique

Au cours de cette étude, un microscope optique CARL ZEISS JENAPOL est employé pour l'observation d'échantillons préparés par polissage métallographique.

Le polissage nécessite, avant toute observation, que chaque échantillon soit enrobé dans une résine acrylique et pré-poli, sous eau, à l'aide de papiers de verre de différents grainages (*SiC 500, 1200 et 4000*). Deux polissages de finition sont ensuite opérés, sous lubrifiant et pâte diamantée de grains 6 et 3 μm .

II.3.4.2. Microscope électronique à balayage

L'analyse des faciès de rupture des différents matériaux est effectuée à l'aide d'un microscope électronique à balayage de marque PHILIPS (*modèle 505*).

La surface des matériaux observés n'étant pas conductrice, chaque échantillon est recouvert, avant observation, d'une fine couche d'or (*sous vide et sous plasma d'argon*). La métallisation est réalisée à l'aide d'un appareil POLARON sous un temps d'exposition de 105 secondes.

II.4. Méthodologie Taguchi

La méthodologie Taguchi, du nom de son inventeur, permet de trouver rapidement une modélisation d'un phénomène physique. L'emploi des plans d'expériences est particulièrement adapté pour résoudre un problème technique où plusieurs paramètres peuvent avoir une influence. Cette méthode, de plus en plus employée dans les domaines scientifiques et techniques [KHA 91, VAA 94, MAZ 95], permet de quantifier l'influence de chacun des paramètres grâce à une série d'essais programmés. Un plan d'expériences permet d'éviter également

toutes les combinaisons des modalités des différents paramètres et donc de limiter le nombre d'essais.

Les modèles numériques associés au plan d'expériences permettent ensuite de déterminer les modalités des paramètres permettant par exemple d'optimiser une caractéristique donnée.

De par son intérêt, cette méthode d'analyse est donc couramment utilisée tout au long de ce travail, notamment pour la recherche des paramètres de transformation les plus significatifs quant à l'aspect de la ligne de soudure et à ses caractéristiques mécaniques.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE II

[DEV 90] P. DEVOS, *Thèse de Doctorat*, Université des Sciences et Techniques de Lille - Flandres - Artois, **1990**

[DEV 92] P. DEVOS, J. PABIOT, M. RYCKEBUSCH, F. LAURENT, *ANTEC'92*, **1992**

[FIS 91] B. FISA, M. RAHMANI, *ANTEC'91*, p396, **1991**

[KHA 91] T. VU-KHAN, J. DENAULT, P. HABIB, A. LOW, *Compos. Sci. Technol.*, **40**, p423, **1991**

[MAV 86] H. MAVRIDIS, A.N. HRYMAK, J. VLACHOPOULOS, *Polym. Eng. Sci.*, **26**, 7, p449, **1986**

[MAZ 95] S.K. MAZUMDAR, S.V. HOA, *Composites*, **26**, p669, **1995**

[MYE 94] C.W. MYERS, S.L. COOPER, *Applied Spectroscopy*, **48**, 1, p72, **1994**

[VAA 94] O. VAATAINEN, P. JARVELA, K. VALTA, P. JARVELA, *Plast. Rubb. Compos. Process. Applic.*, **21**, p211, **1994**

CHAPITRE III

LIGNES DE SOUDURE DES POLYMERES AMORPHES FRAGILES ET DUCTILES

CHAPITRE III

LIGNES DE SOUDURE DES POLYMERES AMORPHES FRAGILES ET DUCTILES

III.1. Aspect de surface des lignes de soudure	III.3
III.1.1. Mise en évidence des lignes de soudure adjacentes et frontales	3
III.1.2. Influence des paramètres d'injection sur la largeur de la rainure.....	4
III.1.2.1. Choix des grandeurs expérimentales	4
III.1.2.2. Conditions de moulage	6
III.1.2.3. Résultats	7
III.1.3. Conclusion.....	13
III.2. Ligne de soudure du Polystyrène: Influence des paramètres de moulage sur les propriétés mécaniques et mécanismes de cohésion ..	III.16
III.2.1. Matériau et matériel de transformation utilisés.....	16
III.2.2. Analyse expérimentale des mécanismes de déformation et de rupture au droit d'une ligne de soudure.....	17
III.2.2.1. Choix des grandeurs expérimentales	17
III.2.2.2. Résultats expérimentaux.....	19
III.2.2.3. Mise en évidence expérimentale du double effet d'entaille et d'autodiffusion moléculaire.....	31
III.2.2.4. Analyses fractographiques	37
III.2.2.5. Conclusion quant aux mécanismes de déformation et de rupture au droit d'une ligne de soudure	43
III.2.3. Calcul de l'effet d'autodiffusion moléculaire dans une ligne de soudure.....	44
III.2.3.1. Théorie de la reptation et autodiffusion	44
III.2.3.2. Calcul du coefficient d'autodiffusion D	47
III.2.3.3. Application aux lignes de soudure	51
III.2.3.4. Discussion.....	56
III.3. Ligne de soudure du Polycarbonate	III.59
III.3.1. Matériau et paramètres de transformation.....	59
III.3.2. Comportement mécanique	59
III.4. Discussion et conclusion	III.61
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE III	III.63

III. LIGNES DE SOUDURE DES POLYMERES AMORPHES FRAGILES ET DUCTILES

L'objet de ce chapitre concerne l'étude des défauts visuels et mécaniques engendrés par la présence d'une ligne de soudure ainsi que l'analyse des mécanismes moléculaires de cohésion, en fonction de l'histoire thermomécanique locale, de différents polymères amorphes fragiles et ductiles (*Polystyrène, Polystyrène Choc et Polycarbonate*).

III.1.Aspect de surface des lignes de soudure

III.1.1.Mise en évidence des lignes de soudure adjacentes et frontales

Yokoi & al. [YOK 91] montrent que la ligne de soudure adjacente de polymères amorphes reste visible après injection lorsque l'angle de rencontre des fronts de matière reste inférieur à un angle critique. Cet angle critique dépend de la nature du polymère.

Dans le cas du Polystyrène Choc, cette valeur d'angle critique varie de 121° à 135°.

Des essais préliminaires mettent en effet en évidence que la ligne de soudure adjacente du Polystyrène Choc utilisé dans cette étude disparaît très rapidement après rencontre des 2 fronts d'écoulement (≈ 10 mm après rencontre) et pénalise ainsi peu l'aspect.

En revanche, la rencontre frontale des fronts d'écoulement entraîne en surface des pièces (*et sur les 4 faces de celles-ci*) la formation d'une rainure (*cf fig III.1*).

Cette rainure est observée quels que soient les polymères transformés (*Polystyrène, Polystyrène Choc, Polycarbonate*) et quelle que soit l'empreinte du moule utilisé (*plaque ou éprouvette ISO 1*).

Les essais préliminaires montrent également que la rainure est plus ou moins visible en fonction des paramètres d'injection adoptés.

L'observation de celle-ci par microscopie optique en réflexion indique d'une part, qu'elle a la forme d'un "V" (*fig III.1*), que la variation des paramètres d'injection agit directement sur la largeur (l) de cette rainure et d'autre part, que la largeur de la rainure reste constante tout le long de la ligne de soudure.

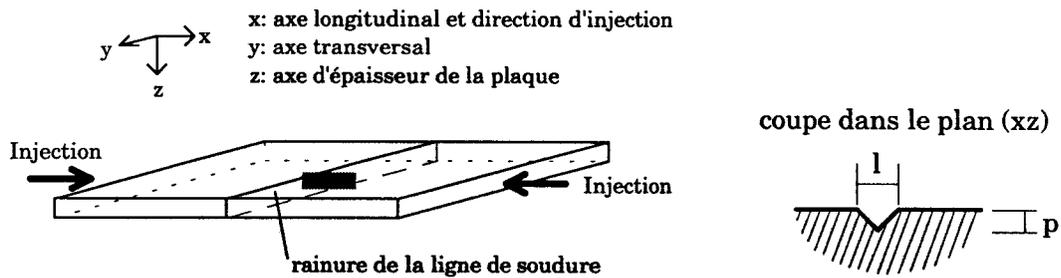


fig III.1: Emplacement et coupe dans le plan (xz) d'une ligne de soudure de polymère amorphe.

Des observations en microscopie optique et électronique à balayage sur coupes polies dans le plan (xz) n'ont cependant pas permis de déterminer la profondeur (p) et le rayon de fond d'entaille de la rainure.

La rencontre frontale des polymères amorphes est donc révélée par la présence d'une rainure en forme de "V" préjudiciable pour l'aspect de surface des pièces injectées et dont la largeur dépend essentiellement des paramètres d'injection.

III.1.2. Influence des paramètres d'injection sur la largeur de la rainure

L'étude qui suit s'attache à mettre en évidence par la méthodologie Taguchi l'effet des paramètres d'injection sur la largeur de la rainure des lignes de soudure frontales du Polystyrène Choc et à comparer les résultats à ceux trouvés par Piccarolo & al. [PIC 88] sur un Polystyrène cristal.

La géométrie retenue est une plaque de 4 mm d'épaisseur et injectée par 2 seuils placés en vis-à-vis (*largeur des seuils 4 mm, épaisseur des seuils 2 mm*).

III.1.2.1. Choix des grandeurs expérimentales

Dans cette étude expérimentale, il est choisi de prendre en compte les différents paramètres supposés agir sur la largeur de la ligne de soudure:

- les températures de la matière et du moule qui agissent directement sur la viscosité du polymère et par conséquent conditionnent la jonction des deux fronts d'écoulement
- la vitesse d'injection dont dépend la viscosité du polymère
- la pression de maintien dont une valeur élevée est supposée diminuer la largeur de la rainure par une pression appliquée de part et d'autre de la ligne de soudure.

A chacun de ces quatre paramètres actionneurs sont attribués 3 niveaux (*cf tableau III.1*), et leur influence ainsi que leur éventuelle interaction sur la largeur de la rainure de la ligne de soudure sont étudiées par l'intermédiaire d'une table $L_{27}(3^{13})$ dont le graphe linéaire associé est présenté figure III.2.

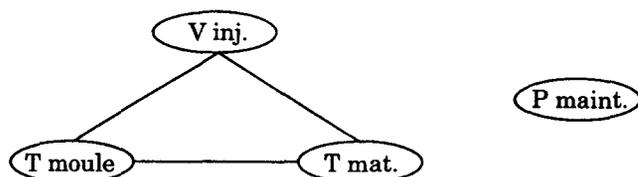


fig III.2: Graphe linéaire associé au plan d'expériences

P maint.: pression de maintien
T mat.: température de la matière
T moule: température du moule
V inj.: vitesse d'injection

Des essais préliminaires permettent de déterminer les temps de maintien et de solidification maximum pour les températures de la matière et du moule les plus élevées envisagées dans le plan d'expériences.

Le temps de maintien est fixé délibérément par majoration de 2 secondes du temps de figeage¹ des seuils, qui lui même correspond au point d'inflexion de la courbe d'évolution pression-temps relevée par les capteurs de pression placés face aux seuils (cf fig III.3).

Dans les conditions maximales de températures (fig III.3), le temps de figeage est proche de 12 secondes. Le temps de maintien est donc fixé à 14 secondes pour toute l'étude.

Pour les mêmes conditions de transformation "extrêmes", la solidification est jugée suffisante à partir du moment où les éjecteurs ne laissent plus de traces visibles sur la surface de la pièce.

Un temps de solidification de 30 secondes est donc maintenu constant pendant toute la campagne d'essais.

Les valeurs de la course de dosage, de la contre-pression et de la vitesse de rotation de la vis sont fixées respectivement à 85 mm, 10 bar et 200 tr/min.

¹L'échelle des temps pour la détermination du temps de figeage a comme origine (t=0) le remplissage complet de l'empreinte, c'est à dire la phase de compactage (pic de pression hydraulique sur la figure III.3).

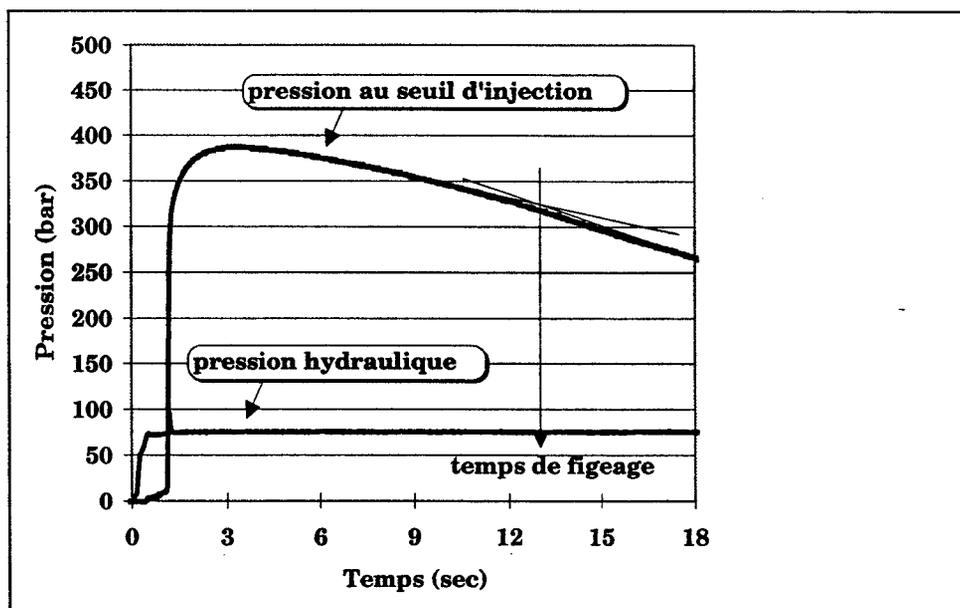


fig III.3: Evolutions de la pression hydraulique et de la pression matière au seuil d'injection. Matériau transformé: Polystyrène Choc; Température de la matière: 250°C; Température du moule: 60°C; Vitesse d'injection: 60 mm/sec.

Le tableau III.1 résume les paramètres actionneurs et constants retenus, ainsi que leurs niveaux associés.

Paramètres actionneurs	niveau 1	niveau 2	niveau 3
Température de la matière (°C)	210	230	250
Température du moule (°C)	20	40	60
Vitesse d'injection (mm/sec)	20	40	60
Pression de maintien (bar)	40	60	80

Paramètres fixés	
Course de dosage (mm)	85
Contre-pression (bar)	10
Vit. rotation de la vis (tr/min)	200
Temps de maintien (sec)	13
Temps de solidification (sec)	30

tableau III.1: Paramètres d'injection et niveaux associés

III.1.2.2. Conditions de moulage

Les paramètres actionneurs et le graphe linéaire associé au plan d'expériences étant déterminés, les 27 séries d'expériences à effectuer sont récapitulées dans la matrice d'expériences présentée en annexe 2.

La réalisation des plaques sous des conditions de transformation aussi différentes entraîne irrémédiablement des histoires thermomécaniques différentes pour le polymère.

Il est donc décidé d'effectuer la commutation pression d'injection-pression de maintien sur un niveau de pression identique pour chacune des lignes de plan d'expériences.

Cette commutation est donc réalisée sur un niveau de pression du polymère dans l'empreinte, à l'endroit où se produit la fin de remplissage.

Cette fin de remplissage a lieu au niveau de la ligne de soudure, c'est donc un niveau de pression au niveau du capteur de ligne de soudure qui est choisi pour effectuer la commutation. Il est fixé à 40 bar.

De plus, la modification des paramètres d'injection entre chaque nouvelle ligne du plan d'expériences s'accompagne d'un déséquilibre thermique de l'ensemble presse-moule.

Chaque nouvelle prise d'essais nécessite donc l'obtention d'un régime thermique établi. Ce régime est atteint au bout d'une quinzaine de cycles d'injection².

III.1.2.3.Résultats

La mesure de la largeur des rainures est effectuée en réflexion par un microscope optique JENAPOL de marque CARL ZEISS par lecture directe sur une règle graduée.

Cinq plaques de chacune des 27 séries sont observées en leur centre au niveau de la ligne de soudure.

Effet des paramètres d'injection sur la largeur de la rainure

Les figures III.4 à III.7 présentent les graphes d'effet de chacun des paramètres actionneurs du plan d'expériences sur la largeur de la rainure de la ligne de soudure.

² Dans le cas d'un changement de température du moule ou de la matière, les 15 cycles d'injection sont précédés d'une mise en chauffe de 30 minutes afin d'atteindre les nouvelles températures de consignes.

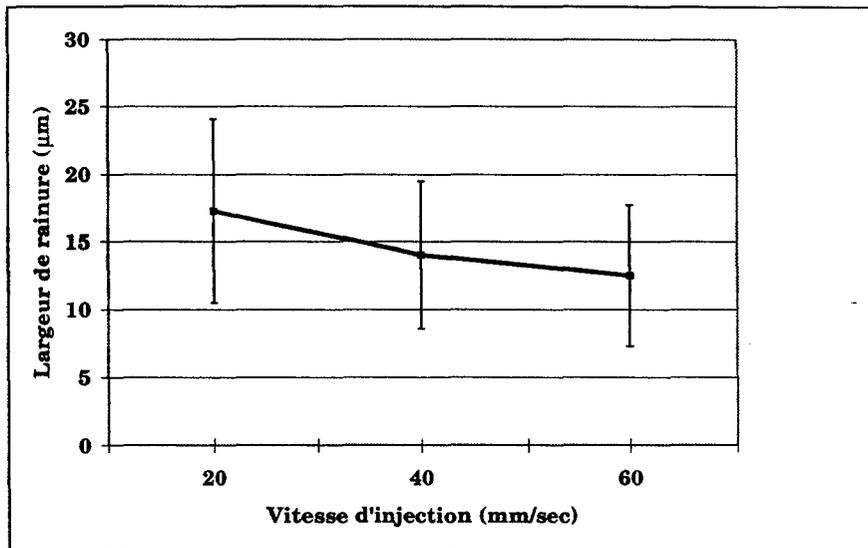


fig III.4: Effet de la vitesse d'injection sur la largeur de la rainure de la ligne de soudure frontale du Polystyrène Choc.

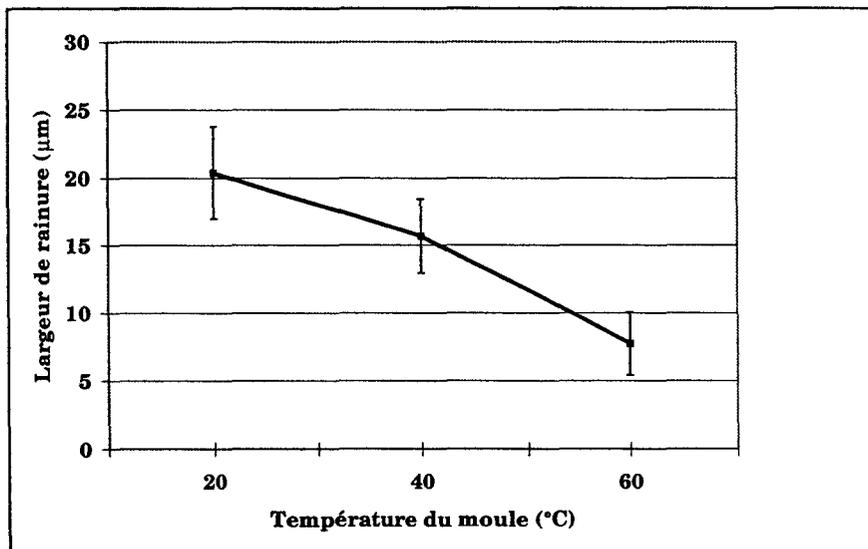


fig III.5: Effet de la température du moule sur la largeur de rainure de la ligne de soudure frontale du Polystyrène Choc.

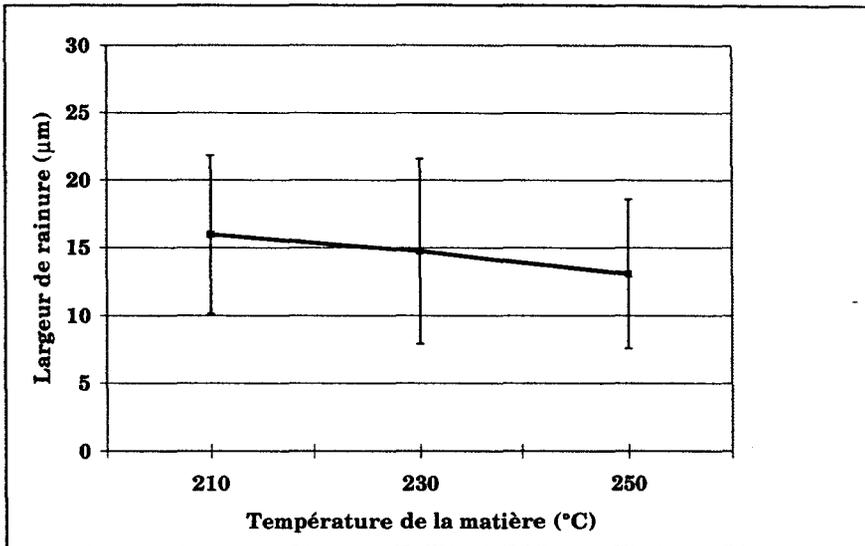


fig III.6: Effet de la température de la matière sur la largeur de la rainure de la ligne de soudure frontale du Polystyrène Choc.

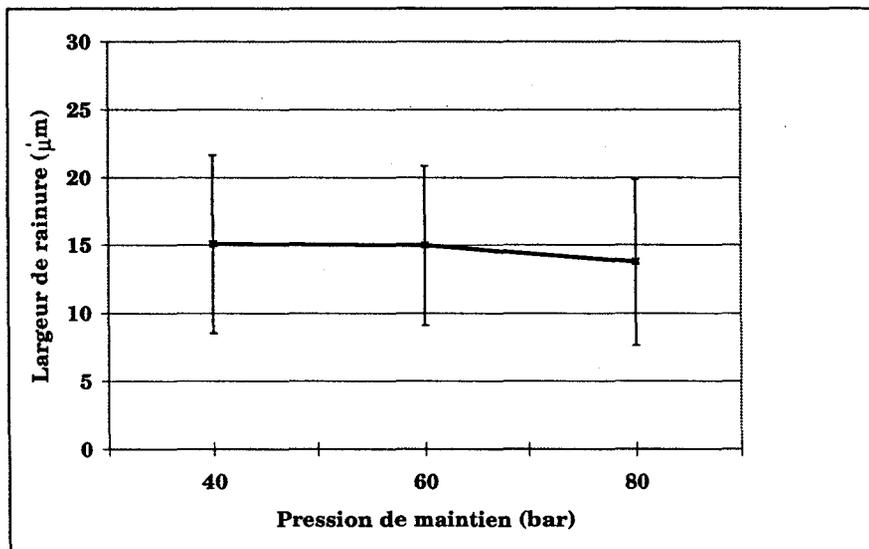


fig III.7: Effet de la pression de maintien sur la largeur de rainure de la ligne de soudure frontale du Polystyrène Choc

L'analyse des graphes précédents indique que la pression de maintien n'a pas d'influence sur la largeur de la rainure (fig III.7).

En revanche, la température du moule est le paramètre qui influence le plus cette largeur. Le passage d'une température du moule de 20°C à 60°C voit diminuer la largeur de rainure de 20 µm à 7 µm.

Les influences des températures de la matière et de la vitesse d'injection sont beaucoup moins marquées et peu significatives.

L'analyse des graphes d'interaction (fig III.8 à fig III.10) n'indique pas d'interaction significative entre les facteurs (bon parallélisme entre les lignes de

réponses joignant les valeurs moyennes), même si les valeurs des écart-types obtenus pour les figures III.9 et III.10 sont importants.

En revanche, la figure III.8 confirme l'influence très nette de la température du moule sur la largeur de la rainure de la ligne de soudure.

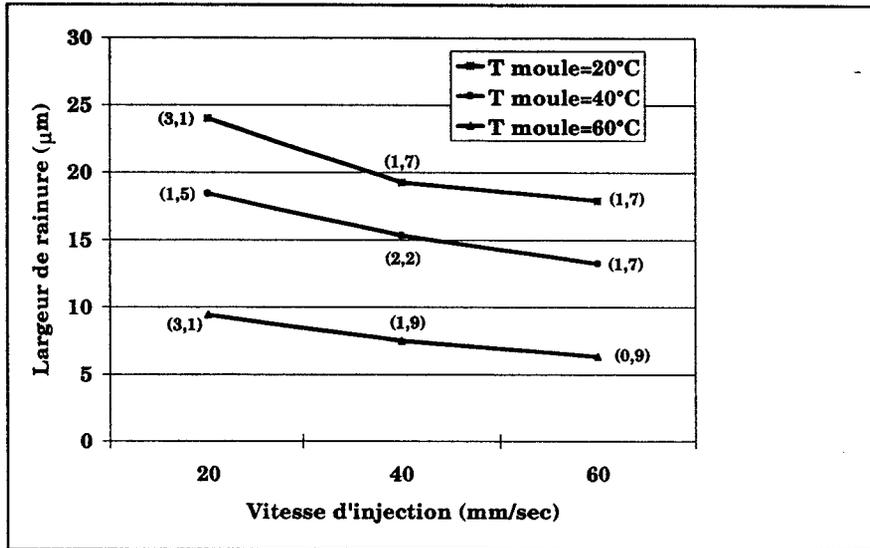


fig III.8: Effet de l'interaction vitesse d'injection-température du moule sur la largeur de la rainure de la ligne de soudure frontale du Polystyrène Choc. Ecart-types entre parenthèses.

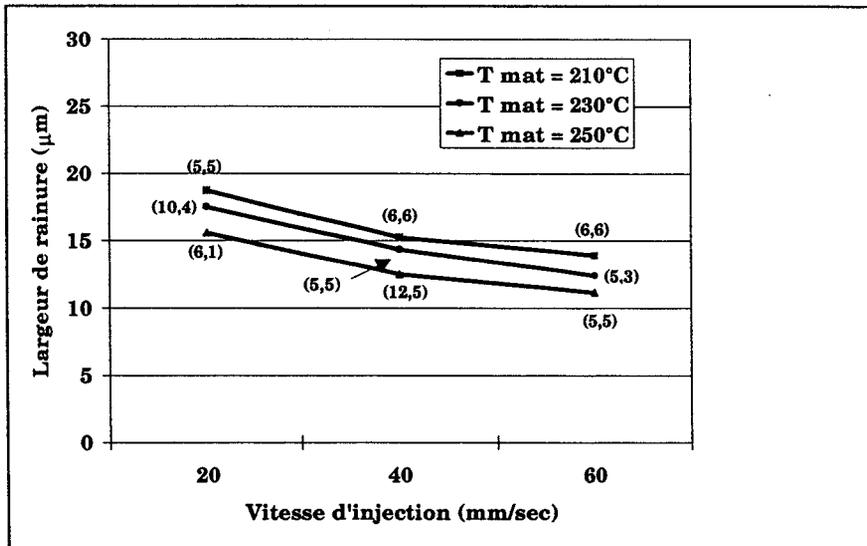


fig III.9: Effet de l'interaction vitesse d'injection-température de la matière sur la largeur de la rainure de la ligne de soudure frontale du Polystyrène Choc. Ecart-types entre parenthèses.

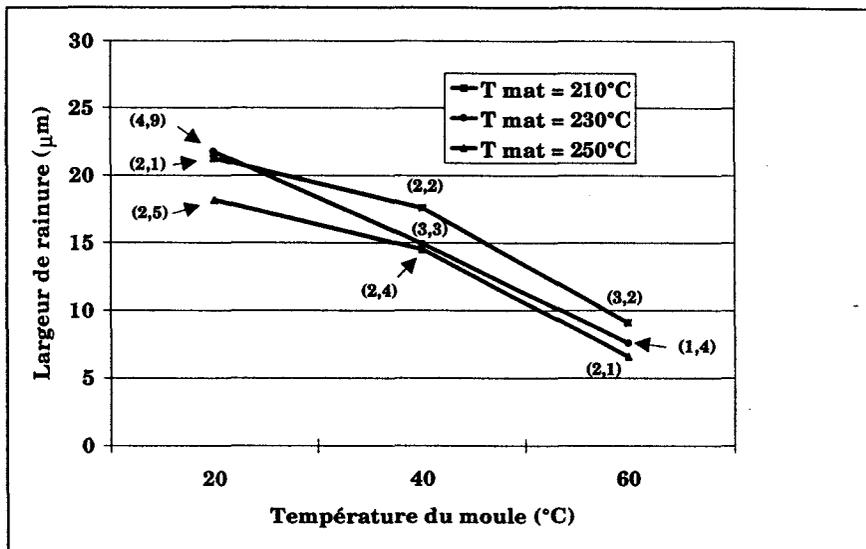


fig III.10: Effet de l'interaction température du moule-température de la matière sur la largeur de la rainure de la ligne de soudure frontale de Polystyrène Choc. Ecart-types entre parenthèses.

Analyse statistique

L'analyse statistique permet, grâce à la méthode d'analyse de la variance de tester statistiquement l'influence éventuelle de chaque facteur et interaction sur la caractéristique étudiée.

Il s'agit de comparer les variances réelles des coefficients du modèle aux variances de ces mêmes coefficients dans l'hypothèse où les facteurs contrôlés sont sans effet [VIG 88].

Le test est effectué au moyen de la statistique F de Fisher-Snédecor et le résultat de cette analyse permet ainsi de tester statistiquement l'influence de chaque facteur et interaction sur la caractéristique étudiée et de hiérarchiser les causes de variation de la réponse.

Si la valeur de $F_{\text{calculé}}$ est supérieure à la valeur critique au seuil choisi (F_{table}) le test est jugé statistiquement significatif, et l'effet du facteur correspondant est alors mis en évidence. Dans le cas contraire, l'effet du facteur est jugé non significatif.

Les seuils de signification couramment choisis et utilisés dans cette étude sont égaux à 5% (significatif: *) et 1% (très significatif: ***).

Le tableau III.2 présente l'analyse de la variance concernant la largeur de la rainure de la ligne de soudure.

		F calculé	F table [VIG 88]		niveau de signification
			$\alpha = 5\%$	$\alpha = 1\%$	
Paramètres principaux	T moule	102,24	5,14	10,92	***
	T mat.	5,27	5,14	10,92	*
	V inj.	14,92	5,14	10,92	***
	P maint.	1,37	5,14	10,92	
Interactions	T moule - V inj.	1,03	4,53	9,15	
	T mat - V inj.	4,31	4,53	9,15	
	T moule - T mat.	1,96	4,53	9,15	

tableau III.2: Analyse de la variance relative à la largeur de la rainure de la ligne de soudure frontale du Polystyrène Choc. ***: très significatif; *: significatif.

L'analyse de la variance montre que les facteurs les plus significatifs concernant la largeur de la rainure sont dans l'ordre croissant d'importance la vitesse d'injection et la température du moule.

Un niveau élevé de chacun de ces paramètres entraîne une diminution significative de la largeur de la rainure.

La température de la matière contribue également à l'aspect de la ligne de soudure mais dans une moindre mesure. Une température de la matière élevée diminue la largeur de la rainure.

Contrairement aux hypothèses formulées, la pression de maintien n'a pas d'influence significative sur la largeur de la rainure de soudure.

Il n'existe pas non plus d'interaction significative entre les facteurs, ce qui confirme les hypothèses émises après observation des figures III.8 à III.10.

L'influence des paramètres sur la largeur de la rainure de la ligne de soudure frontale étant déterminée, il est à présent possible de déterminer les niveaux des différents paramètres d'injection afin d'optimiser la largeur de la rainure.

Cette estimation est réalisée au moyen d'un modèle numérique présenté en annexe 2, et la vérification de la validité de celui-ci nécessite toutefois des essais de confirmation.

Essais de confirmation

La validité du modèle numérique est vérifiée ici en estimant les valeurs minimales et maximales de la largeur de la rainure.

La corrélation entre expérience et estimation est ensuite démontrée par mesure de la largeur de rainure par microscopie électronique à balayage.

Les estimations des largeurs de rainure minimale et maximale de la ligne de soudure sont obtenues, selon le modèle numérique, pour les paramètres résumés dans le tableau III.3.

Paramètres d'injection	Largeur minimale	Largeur maximale
T moule (°C)	60	20
T mat. (°C)	250	210
V inj. (mm/sec)	60	20
P maint. (bar)	80	40
Estimation de la largeur	4,5 µm	25,4 µm

tableau III.3: Paramètres d'injection donnant les largeurs minimale et maximale de la rainure du Polystyrène Choc et estimations de ces largeurs par le modèle numérique.

Les micrographies obtenues au microscope électronique à balayage confirment le modèle numérique.

En effet, la figure III.11 montre la rainure obtenue dans les conditions de largeur maximale. La rainure correspond à la zone claire du cliché photographique. Elle est estimée à 25 µm, ce qui est en parfait accord avec le modèle numérique.

Pour un grossissement identique à la figure III.11, la figure III.12a montre clairement que la largeur de la rainure pour les conditions minimales est beaucoup moins élevée. Un grossissement supérieur permet d'évaluer la largeur de cette rainure (*fig III.12b*). Cette rainure de ligne de soudure est presque invisible à l'oeil nu et sa largeur avoisine les 5 µm, ce qui valide également la prévision apportée par le modèle numérique.

III.1.3. Conclusion

Cette étude de l'influence des paramètres d'injection sur l'aspect de la ligne de soudure frontale du Polystyrène Choc confirme les résultats qu'obtiennent Piccarolo & al. [PIC 88] sur du Polystyrène cristal: L'aspect de surface de la ligne de soudure frontale (*matérialisée par une rainure de surface*) est conditionné par tous les paramètres agissant directement sur la température des fronts d'écoulement et par conséquent sur la viscosité du polymère. Ces paramètres influents sont la température du moule et la vitesse d'injection (*qui favorise un autoéchauffement du polymère par cisaillement*) et dans une moindre mesure la température de la matière. L'aspect de surface dépend en effet de la température de surface et non de la température de coeur.

Les figures III.11 et III.12 montrent de plus que l'intérieur des rainures ne présente pas de traces d'usinage du moule, ce qui sous-entend qu'au niveau de la ligne de soudure, le polymère n'entre pas en contact avec les parois du moule. La rainure se forme donc pendant la phase de remplissage et non pendant la phase de maintien en pression. C'est la raison pour laquelle la pression de maintien n'a pas d'influence sur la largeur de la rainure.

La figure III.13 présente alors le processus de formation de la rainure par une progression de la jonction des fronts d'écoulement dans une direction perpendiculaire à celle de l'écoulement.

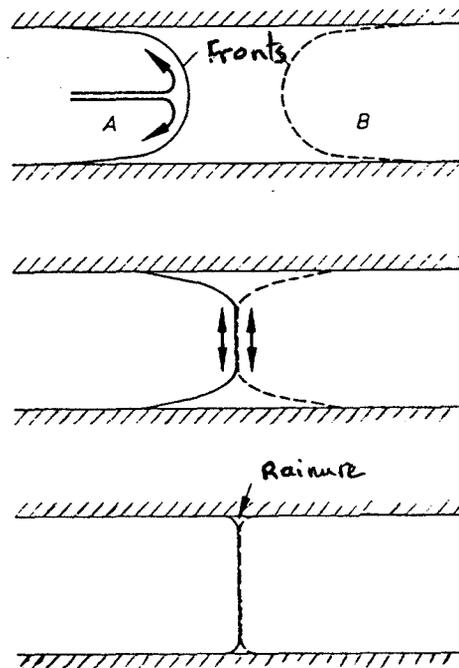


fig III.13: Représentation schématique de la formation de la ligne de soudure frontale.

Une faible viscosité du polymère est donc plus propice à cette progression de la jonction des fronts vers les parois du moule.

La méthodologie Taguchi permet également, à l'aide de modèles numériques, d'estimer la largeur de la rainure de surface et de déterminer la meilleure combinaison des paramètres d'injection permettant de restreindre, voire d'éliminer, le défaut visuel occasionné par la ligne de soudure vis à vis des tolérances imposées par un cahier des charges. Il est en effet possible de réduire la largeur de rainure d'un facteur 5 et d'obtenir pour les niveaux de paramètres considérés une largeur de rainure de 5 μm pratiquement indécélable à l'oeil nu.

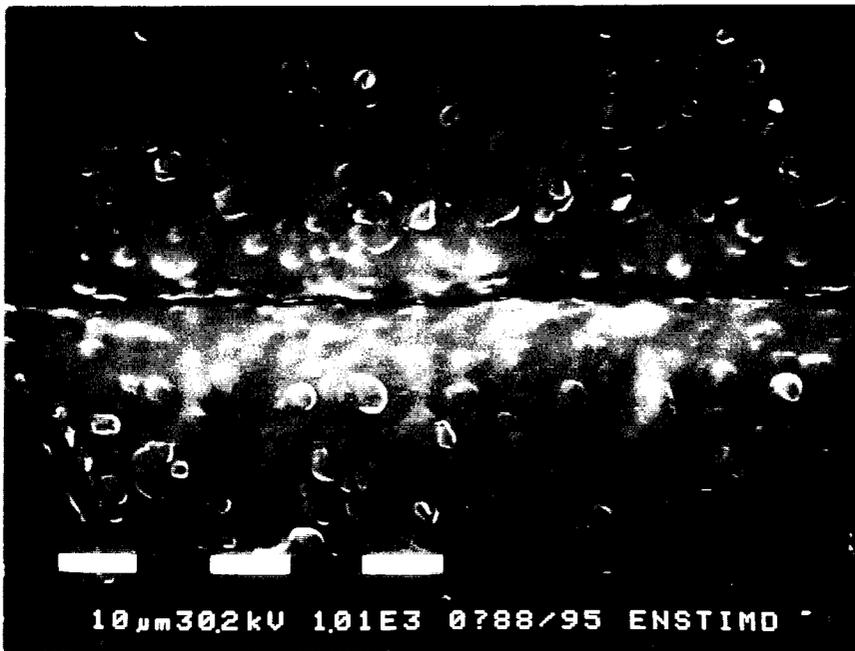


fig III.11: Micrographie de la rainure de la ligne de soudure frontale du Polystyrène Choc injecté dans les conditions de largeur maximale du plan d'expériences. 1 tiret blanc représente 10 μm .

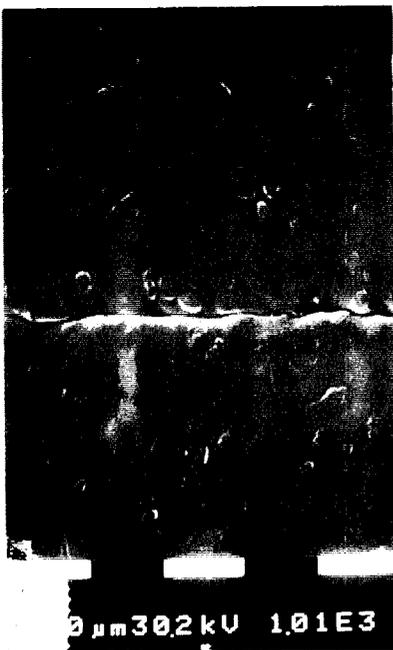


fig III.12a: Rainure de la ligne de soudure frontale du Polystyrène Choc injecté dans les conditions de largeur minimale du plan d'expériences. 1 tiret blanc représente 10 μm .

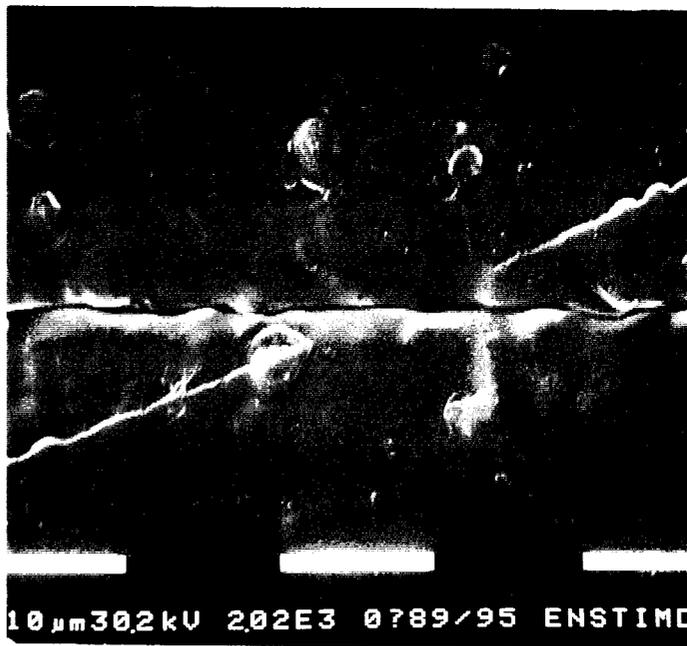


fig III.12b: Micrographie de la rainure de la ligne de soudure frontale du Polystyrène Choc injecté dans les conditions de largeur minimale du plan d'expériences. 1 tiret blanc représente 10 μm .

III.2. Ligne de soudure du Polystyrène: Influence des paramètres de moulage sur les propriétés mécaniques et mécanismes de cohésion

Après avoir étudié l'aspect, il est proposé d'étudier le comportement mécanique d'une part, d'un matériau très sensible à la présence d'une ligne de soudure (*le Polystyrène, objet du présent chapitre*), et d'autre part d'un matériau beaucoup moins sensible (*le Polycarbonate, objet du chapitre III.3*).

Une interprétation à l'échelle moléculaire sera établie afin d'explicitier les mécanismes de cohésion au droit de la ligne de soudure en fonction de son histoire thermomécanique.

III.2.1. Matériau et matériel de transformation utilisés

Le choix du polymère se porte sur un matériau amorphe, fragile à température ambiante et sensible à la présence d'une ligne de soudure [BOU 52, CRI 83, MAL 81, TOM 90, NAD 93]. Il s'agit d'un Polystyrène cristal commercialisé par BP Chemicals, de référence HH111, dont les caractéristiques technologiques sont présentées dans le tableau III.4.

Température de transformation recommandée (°C)	<290
Melt Flow Index ³ (dg/min)	25
Résistance au choc CHARPY non entaillé ⁴ (kJ/m ²)	14
Caractéristiques en traction⁵	
contrainte à la rupture (MPa)	51
allongement à la rupture (%)	2.5
module de Young (MPa)	3300
Caractéristiques en flexion⁶	
résistance en flexion (MPa)	101
module en flexion (MPa)	3300
Conductivité thermique (Watts/m.°K)	0.106
Capacité calorifique moyenne (J/kg.°K)	1490
Masse volumique à 200°C (g/cm ³)	0.9

tableau III.4: Caractéristiques technologiques principales du Polystyrène BP HH111⁷

Ce matériau est transformé par l'intermédiaire de la presse à injecter Billion H280/90 équipée du moule grappe d'éprouvettes (*cf Chapitre II*).

³ Selon Norme ISO R1133

⁴ Selon Norme ISO R179

⁵ Selon Norme ISO R527

⁶ Selon norme ISO R178

⁷ Informations d'origine BP Chemicals

III.2.2. Analyse expérimentale des mécanismes de déformation et de rupture au droit d'une ligne de soudure

III.2.2.1. Choix des grandeurs expérimentales

Le but de cette étude paramétrique est de déterminer les paramètres d'injection dont l'effet est prépondérant sur les caractéristiques mécaniques en traction, flexion et choc de pièces injectées en Polystyrène et contenant une ligne de soudure.

Les paramètres de transformation retenus pour cette étude sont sélectionnés à partir des résultats relevés dans la littérature scientifique et technique [BOU 52, CRI 83, MAL 81, TOM 90, NAD 93].

Cette phase expérimentale est élaborée à partir d'un plan d'expériences sur trois facteurs principaux à deux modalités, soit un plan complet 2^3 représentant 8 expériences à raison de dix échantillons par expérience.

Afin de mettre en évidence les affaiblissements générés par la présence de la ligne de soudure, le plan d'expérience est mené deux fois sur des éprouvettes avec et sans ligne de soudure.

Les niveaux de chaque facteur sont définis à partir d'un réglage standard basé sur les préconisations de la fiche technique du fournisseur de matière première.

Les hypothèses d'interprétations sont les suivantes:

- les interactions du troisième ordre sont considérées comme négligeables
- si deux effets sont faibles, leur interaction l'est également
- une variation des caractéristiques mécaniques entre les deux niveaux choisis est supposée linéaire.

Sur les bases de l'analyse bibliographique, les paramètres actionneurs retenus sont présentés dans le tableau III.5.

Niveau	V _{inj.}	T _{moule}	T _{mat.}
1	8% V _{max} ⁸	60°C	290°C
0	2% V _{max}	40°C	210°C

tableau III.5: Paramètres et niveaux associés au plan d'expériences

La valeur maximale de la vitesse d'injection est égale à 32 mm/sec. En effet, pour des valeurs supérieures, le phénomène de coup de feu se produit pour les éprouvettes avec ligne de soudure. Ce phénomène est dû à l'échauffement de

⁸ V_{max} = 400 mm/sec

l'air, emprisonné entre les deux flux de matière, qui ne parvient pas à s'échapper par les événements du moule.

La vitesse minimale est, quant à elle, déterminée de manière à éviter l'apparition de nombreuses vacuoles ainsi que la formation de pièces incomplètes.

Ces phénomènes sont le fait d'un refroidissement trop rapide de la matière dû à une vitesse d'alimentation trop faible.

Les valeurs des températures du moule et de la matière, sont les conditions extrêmes d'injection du Polystyrène.

Les profils de température le long de la vis d'injection sont fixés comme suit (cf tableau III.6).

	Profil n°1	Profil n°2
Zone 1 (trémie)	200	230
Zone 2	200	250
Zone 3	205	270
Zone 4	205	280
Zone 5 (buse)	210	290

tableau III.6: Profils de température le long du système vis-fourreau (°C)

La matrice du plan d'expériences est alors la suivante (cf tableau III.7):

Essais	V _{inj.}	T _{moule}	T _{mat.}
1	1	1	1
2	0	1	1
3	1	0	1
4	0	0	1
5	1	1	0
6	0	1	0
7	1	0	0
8	0	0	0

tableau III.7: Matrice d'essais associée au plan d'expériences

Le tableau III.8 regroupe quant à lui les autres paramètres de réglage fixés pendant le cycle d'injection.

	Consigne
Asservissement de la phase de maintien	Boucle Fermée Hydraulique
Dosage (mm)	45
Commutation en phase de maintien	Pression en fond d'empreinte (40 bar)
Temps de maintien (sec)	15
Pression de maintien (bar)	50
Temps de solidification (sec)	50
Vitesse de rotation de la vis (tr/min)	100
Contre-pression (bar)	2

tableau III.8: Paramètres d'injection fixés

III.2.2.2. Résultats expérimentaux

Quelles que soient les conditions de transformation, la ligne de soudure est révélée, comme pour le Polystyrène Choc (cf § III.1), par la présence d'un rainure en "V" visible à l'oeil nu.

Quels que soient les essais mécaniques effectués, aucune interaction significative n'est obtenue.

Comportement en traction

Les éprouvettes ISO 1 sont sollicitées en traction à une vitesse de 5 mm/min sur la machine d'essais INSTRON 1185 équipée d'un extensomètre de capacité $25 \pm 2,5$ mm.

5 essais au moins sont réalisés par série d'éprouvettes.

Les courbes de comportement contrainte-déformation de chaque éprouvette étant de type fragile, les valeurs moyennes du module de Young, des contraintes et allongement à la rupture sont calculées conformément à la norme NF T 51-034.

La figure III.14 présente les courbes de la contrainte mesurée en fonction de la déformation imposée pour des éprouvettes avec et sans soudure.

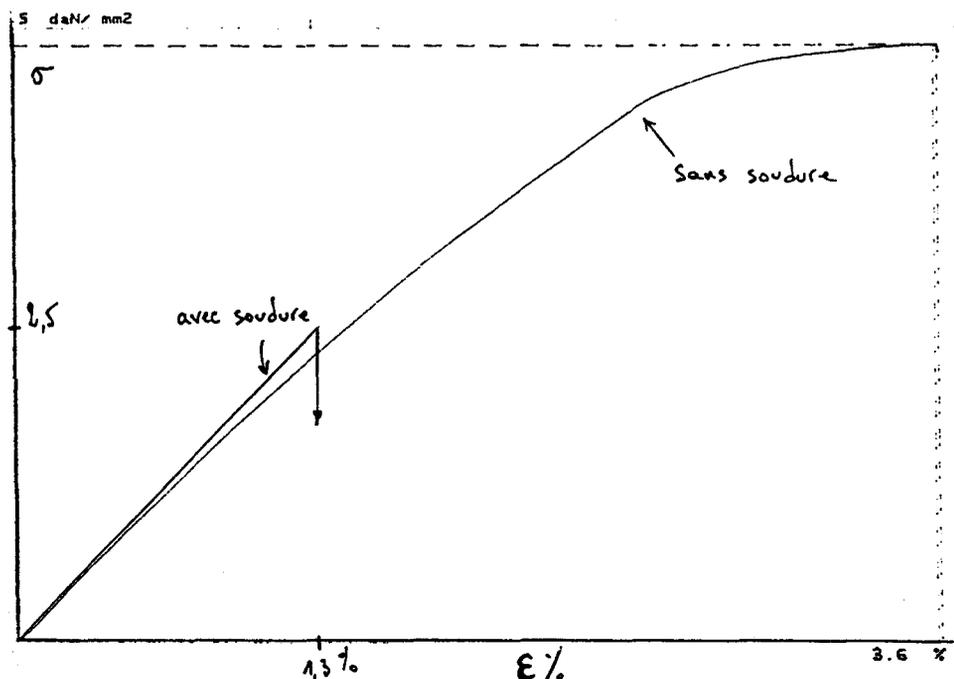


fig III.14: Lois de comportement en traction d'éprouvettes avec et sans ligne de soudure

La comparaison de ces deux lois de comportement montre que pour des paramètres de transformation identiques ($V_{inj.} = 2\%V_{max}$, $T_{moule} = 60^{\circ}C$ et $T_{mat.} = 210^{\circ}C$) les éprouvettes avec ligne de soudure ont un comportement typiquement fragile (*allongement à la rupture $\simeq 1\%$*) sans aucune perte de linéarité.

L'observation du mécanisme d'endommagement montre que la fissure s'amorce lentement au droit de la rainure et se propage rapidement vers l'intérieur de l'éprouvette.

Les éprouvettes ne possédant pas de ligne de soudure ont elles aussi un comportement fragile (*allongement à la rupture $\simeq 4\%$*) mais qui en fin d'essai se caractérise par une perte de linéarité qui correspond à l'apparition de microcraquelures au sein de l'éprouvette.

Contrairement aux éprouvettes contenant une ligne de soudure, l'endommagement débute au coeur de l'éprouvette et se propage vers les parois de celle-ci.

Les analyses fractographiques du paragraphe III.2.3.3 confirmeront ces observations.

La figure III.15 présente les effets des trois paramètres actionneurs du plan d'expériences sur les caractéristiques mécaniques en traction (*module de Young, résistance et allongement à la rupture*).

Sur chaque graphe, l'effet du paramètre actionneur sur une caractéristique donnée pour des éprouvettes avec et sans ligne de soudure est reporté, ainsi que le facteur de ligne de soudure (F) déterminé comme le rapport (*en valeurs moyennes*) de cette caractéristique mesurée avec et sans ligne de soudure.

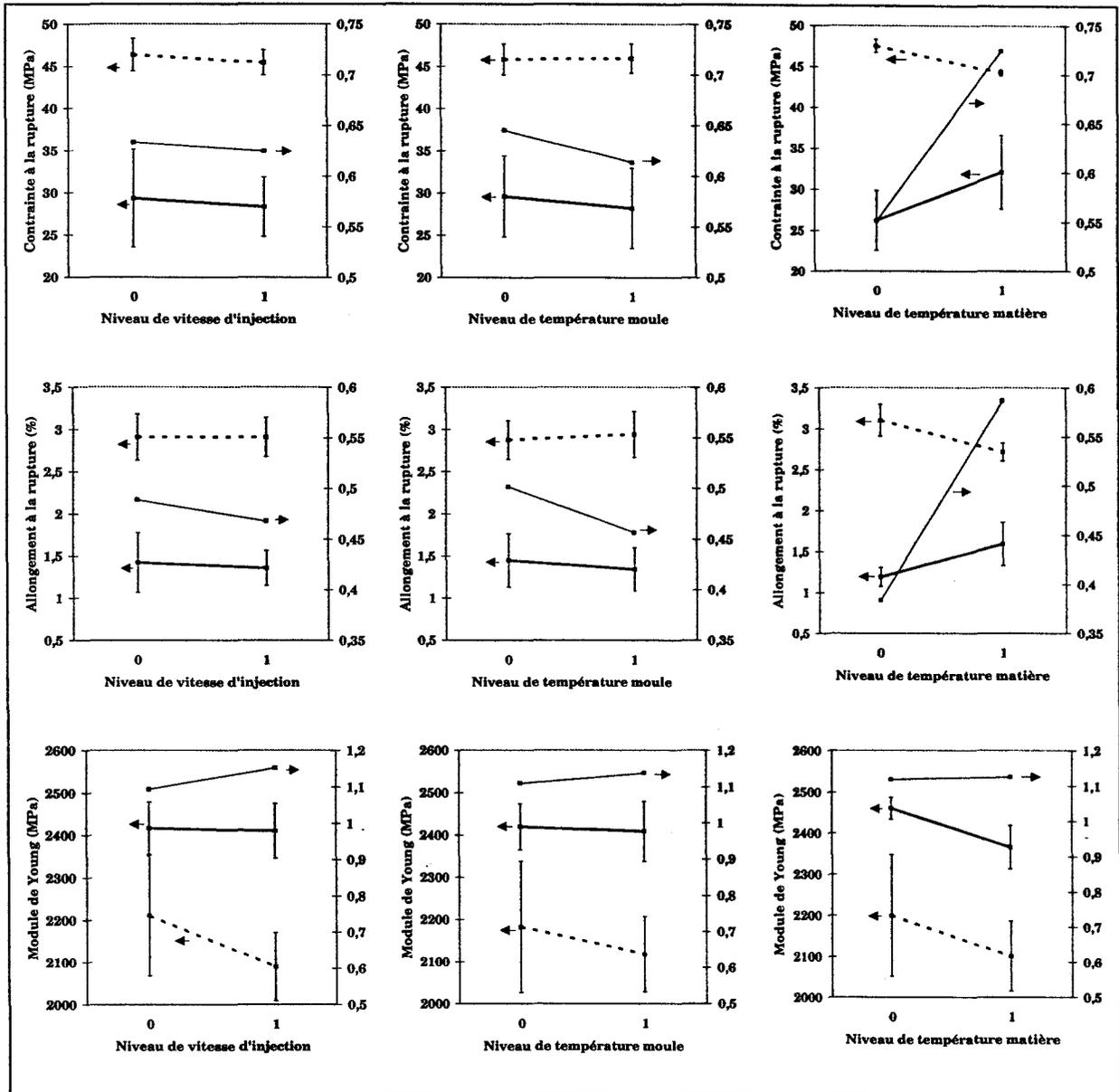


fig III.15: Effets des facteurs sur les caractéristiques mécaniques de traction.

axes de droite: facteurs de ligne de soudure
 trait plein gras: éprouvettes avec ligne de soudure
 trait pointillé gras: éprouvettes sans ligne de soudure
 trait plein: facteur de ligne de soudure

L'analyse des graphes de la figure III.15 montre très clairement que la présence de la ligne de soudure engendre un affaiblissement considérable de la résistance et de l'allongement à la rupture, et ceci quels que soient les niveaux des différents paramètres d'injection. Les valeurs des facteurs de ligne de soudure varient en effet de 0,37 à 0,72.

En revanche, les graphiques mettent en évidence que les facteurs de ligne de soudure relatifs au module de Young prennent des valeurs proches de l'unité, mais cependant légèrement supérieures (1,1 à 1,2).

Les graphes indiquent aussi que l'augmentation de la température de la matière améliore les résistance et allongement à la rupture des éprouvettes de Polystyrène contenant une ligne de soudure. Ces résultats confirment ceux obtenus par certains auteurs [MAL 81, CRI 83, NAD 93]. Cette tendance peut en effet être attribuée à une amélioration de la diffusion des chaînes macromoléculaires à l'interface des 2 fronts de rencontre [KIM 86].

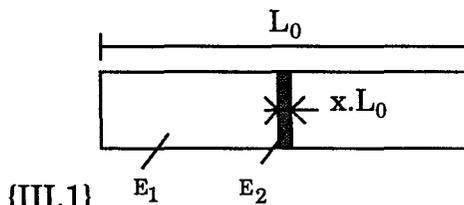
C'est également le niveau de la température d'injection qui conditionne les variations importantes des facteurs de ligne de soudure des résistances et allongement à la rupture. Il faut néanmoins remarquer que ces augmentations des facteurs de ligne de soudure correspondent non seulement à une augmentation de la résistance et de l'allongement à la rupture des éprouvettes contenant une ligne de soudure mais aussi à une diminution des contrainte et allongement à la rupture des éprouvettes sans ligne de soudure. Cette diminution des caractéristiques peut s'expliquer par une augmentation du temps de figeage de la matière, propice à la relaxation moléculaire à l'état fondu. L'épaisseur de la couche de macromolécules au voisinage de la peau, orientées dans le sens de l'écoulement (*confondu avec celui de la sollicitation*) est donc moins importante pour une éprouvette injectée à haute température. La rigidité et la résistance d'une telle éprouvette sont donc inférieures à celles d'une éprouvette injectée à basse température.

Comme il a été signalé plus haut, les facteurs de ligne de soudure relatifs au module de Young ont des valeurs proches de l'unité (1,1 à 1,2).

Pour expliquer ce phénomène, il convient de prendre en compte d'une part, l'effet de discontinuité structurale engendrée par la ligne de soudure sur la valeur du module de Young et d'autre part, l'incidence des orientations moléculaires sur ce module:

- En considérant une éprouvette possédant une ligne de soudure, Rahmani et Fisa [RAH 91] montrent que le module de Young de l'éprouvette (*constituée de deux zones hors soudure et d'une zone soudée*) dépend principalement du module de Young des zones hors soudure de l'échantillon. L'expression du module de Young (E_t) qu'ils proposent est de la forme:

$$E_t = \frac{E_1 E_2}{E_2 + (E_1 - E_2) \cdot x}$$



- avec:
- E_1 : le module de Young hors ligne de soudure
 - E_2 : le module de Young à la ligne de soudure
 - L_0 : la longueur initiale de l'éprouvette
 - $x.L_0$: la largeur de la ligne de soudure ($x \ll 1$).

La largeur de la ligne de soudure étant faible par rapport à la longueur de l'éprouvette ($x \ll 1$), ils en déduisent alors que le module de Young d'une éprouvette possédant une ligne de soudure est tel que $E_t \approx E_l$.

- Menges et Wubken [MEN 72] supposent que le retrait est directement lié à l'orientation moléculaire. Leurs études sur des échantillons microtomés dans l'épaisseur d'éprouvettes de Polystyrène injectées montrent, dans le sens longitudinal (*parallèle à la direction de l'écoulement*), que l'orientation moléculaire diminue et tend vers une valeur nulle en se rapprochant du centre de l'éprouvette (*fig III.16*). Ils constatent aussi qu'une vitesse d'injection élevée a pour conséquence une diminution plus rapide de cette orientation comparativement à une faible vitesse. La figure III.15 indique en effet que le module de Young d'une éprouvette sans ligne de soudure diminue lorsque la vitesse d'injection augmente.

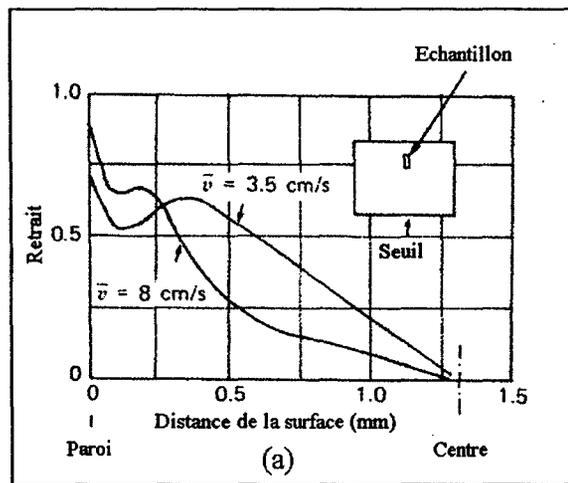


fig III.16: Distribution du retrait d'échantillons de Polystyrène pour deux vitesses d'injection dans le sens longitudinal [MEN 72.]

Les valeurs des facteurs de ligne de soudure des modules de Young, supérieures à l'unité, peuvent donc s'expliquer par des valeurs de vitesse de remplissage différentes de l'empreinte pour les deux types d'éprouvettes (*avec ou sans ligne de soudure*): Pour un niveau de vitesse d'injection fixé, la vitesse d'écoulement de chaque flux d'une éprouvette ISO 1, alimentée par deux seuils, est inférieure de moitié à celle du remplissage d'une empreinte ISO 1 sans ligne de soudure. En effet, les niveaux de la vitesse d'injection sont des valeurs de consigne programmées dans l'unité de commande Visumat 4000 dont le rôle est de gérer la vitesse de déplacement du vérin d'injection et non la vitesse de déplacement des flux dans l'empreinte.

Pour un niveau de vitesse d'injection fixé (*vitesse de déplacement du vérin d'injection*), les orientations à coeur sont donc plus marquées pour les éprouvettes à double alimentation que pour celles sans ligne de soudure. Cet état d'orientation et les constatations de Rahmani et Fisa [RAH 91] concernant la

valeur du module de Young permettent donc d'interpréter les valeurs supérieures à l'unité des facteurs de ligne de soudure.

Compte tenu de la dispersion expérimentale, les graphes de la figure III.15 indiquent que la température du moule n'a pas d'influence significative sur les caractéristiques mécaniques d'éprouvettes contenant une ligne de soudure, alors qu'il s'agit du paramètre le plus significatif sur l'aspect de la soudure, notamment la largeur. Il est en effet possible de considérer que la température de l'outillage agit principalement sur la structure de peau de l'éprouvette, notamment par l'intermédiaire de la température d'interface qui fige instantanément l'état d'orientation. L'influence de la température s'amenuise très rapidement en se rapprochant du coeur de l'éprouvette. Il est aussi possible de conclure que l'effet d'entaille responsable de l'affaiblissement de la résistance par le rayon à fond d'entaille n'est pas influencé par la température du moule.

Conclusions sur le comportement en traction

Les valeurs de résistances et d'allongement à la rupture d'éprouvettes avec ligne de soudure sont très nettement inférieures à celles d'éprouvettes dénuées de soudure.

Il faut donc en déduire que la rencontre de deux fronts d'écoulement, outre l'effet d'entaille, implique que la fraction de macromolécules qui traverse l'interface est réduite.

Le plan d'expérience mis en oeuvre indique cependant que cette diffusion moléculaire est nettement améliorée par une élévation de température de la matière qui entraîne en effet une augmentation de la résistance ainsi qu'un allongement à la rupture plus important.

Quant au module de Young, il diffère peu entre des éprouvettes avec ou sans ligne de soudure, à conditions de mises en forme identiques notamment en terme de vitesse d'écoulement.

Comportement en flexion

Le moule grappe ne permettant pas la réalisation d'éprouvettes de flexion possédant une ligne de soudure, la partie centrale parallélépipédique (*longueur d'environ 80 mm*) des éprouvettes ISO 1 est usinée et utilisée pour ces essais.

Ils sont menés sur le même dynamomètre que précédemment selon la norme NF T 51-001 avec une distance entre appuis fixée à 64 mm (*16 x épaisseur de 4 mm*) et une vitesse de traverse de 2 mm/min.

5 essais au moins sont réalisés par série d'éprouvettes.

Les courbes de comportement contrainte-déformation de chaque éprouvette étant de type fragile, les valeurs moyennes du module en flexion, des contraintes et flèche à la rupture sont alors calculées.

Les lois de comportement obtenues en flexion sur des éprouvettes avec et sans ligne de soudure ont des allures comparables à celles obtenues en traction (*fig III.14*).

L'endommagement des éprouvettes avec ligne de soudure débute au niveau de la rainure en "V", où les contraintes normales sont maximales. L'ouverture de la rainure se propage ensuite de manière instantanée vers le coeur de l'éprouvette jusqu'à rupture. Aucune perte de linéarité n'est donc observée sur les courbes contrainte-déformation.

Les éprouvettes sans ligne de soudure présentent quant à elles une perte de linéarité avant la rupture du matériau.

En effet, au cours de l'essai de flexion un développement de microcraquelures apparaît sur la paroi soumise aux contraintes normales de traction maximales (*paroi opposée à celle où s'applique la panne centrale*) qui se propagent perpendiculairement à la peau de l'éprouvette vers le centre de celle-ci. Comme pour les tests de traction, la perte de linéarité correspond à l'apparition de ces microcraquelures.

La figure III.17 présente les graphes d'effets des trois paramètres actionneurs du plan d'expériences sur les caractéristiques mécaniques de flexion (*module en flexion, résistance et flèche à la rupture*).

Comme pour les résultats des tests de traction, l'effet d'un paramètre actionneur sur une caractéristique donnée est reporté pour des éprouvettes contenant ou non une ligne de soudure. Les facteurs de ligne de soudure définis et calculés de la même façon qu'en traction y figurent également.

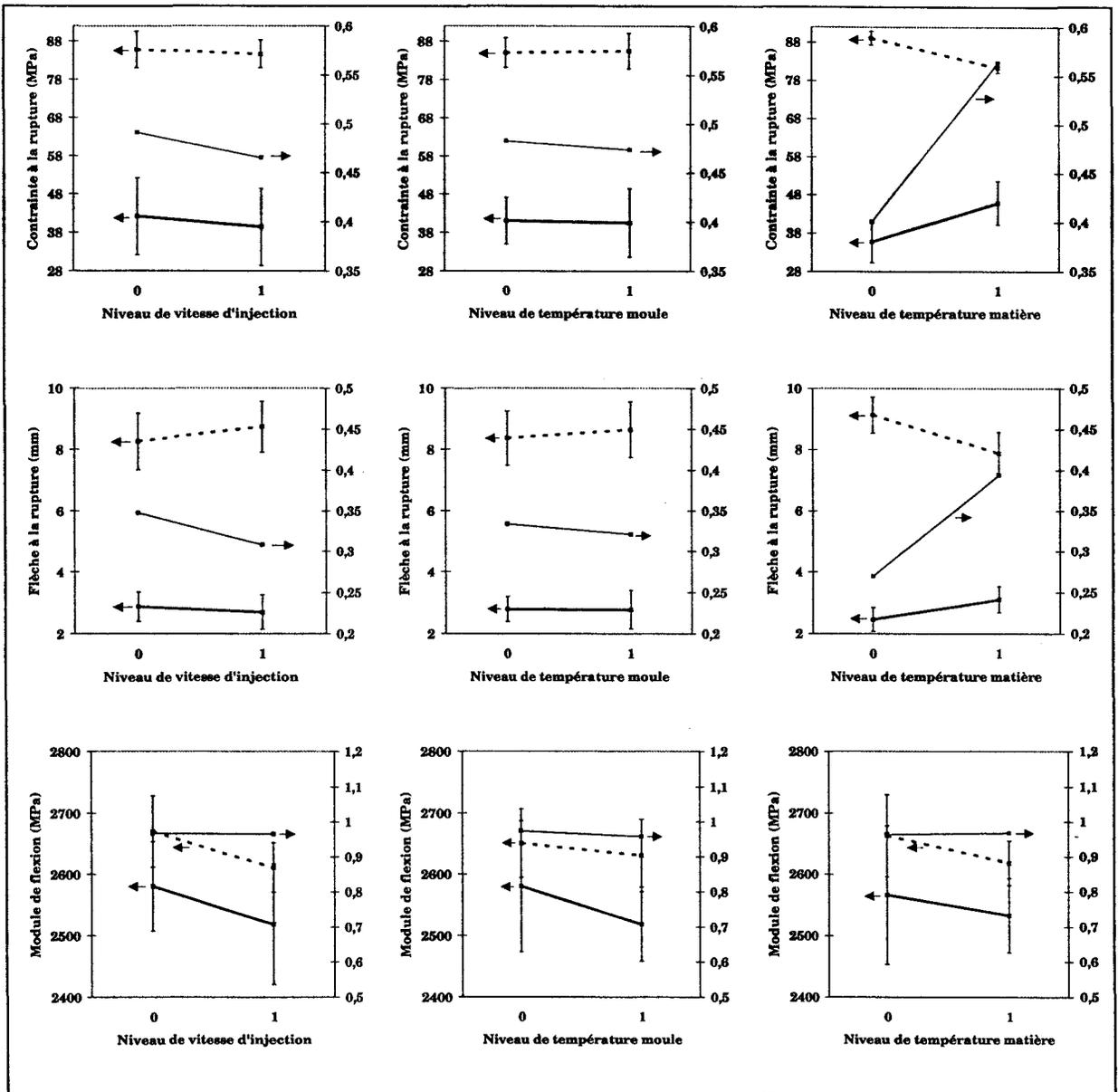


fig III.17: Effets des facteurs sur les caractéristiques mécaniques en flexion.
 axes de droite: facteurs de ligne de soudure
 trait plein gras: éprouvettes avec ligne de soudure
 trait pointillé gras: éprouvettes sans ligne de soudure
 trait plein: facteur de ligne de soudure

La comparaison des figures III.15 et III.17 montre que les affaiblissements provoqués par la présence de la ligne de soudure sont plus importants en flexion qu'en traction. En effet, les facteurs de ligne de soudure en flexion de la résistance et de la flèche à la rupture prennent des valeurs très faibles.

Les facteurs de ligne de soudure des modules en flexion ont quant à eux des valeurs proches mais inférieures à l'unité ($\approx 0,97$).

Les graphes indiquent, par le biais des valeurs des facteurs de ligne de soudure, que la présence de la soudure est très préjudiciable pour le comportement mécanique en flexion. En effet, il faut noter que les facteurs de

ligne de soudure des résistance et flèche à la rupture prennent des valeurs variant de 0,3 à 0,56 et que le paramètre température de la matière entraîne une augmentation marquée de ces facteurs de ligne de soudure pour les résistance et flèche à la rupture.

Comme en traction, les valeurs des facteurs de ligne de soudure dépendent étroitement de la température de la matière. Compte tenu des écart-types obtenus, il apparaît aussi qu'une augmentation de cette température d'injection améliore les contraintes et flèche à la rupture alors qu'aucune variation n'a lieu lorsque les niveaux de la vitesse d'injection et de la température du moule sont modifiés.

Piccarolo et Saiu [PIC 88] montrent cependant que la largeur de la rainure en "V" d'éprouvettes injectées en Polystyrène est étroitement liée aux paramètres d'injection que sont la température du moule et la vitesse d'injection. De plus, les résultats obtenus sur le Polystyrène Choc (cf § III.1.2.3) mettent en évidence que la température du moule est le paramètre le plus significatif quant à la largeur de la rainure, suivi de la vitesse d'injection. Par une détermination optimale de ces paramètres, les valeurs des largeurs des lignes de soudure frontales du Polystyrène Choc varient d'un facteur 5.

Les résultats des essais de flexion indiquent donc une indépendance de la largeur de la rainure vis-à-vis des résistance et allongement à la rupture. Le comportement à la rupture des éprouvettes dépend par conséquent du défaut généré par la rainure (*rayon à fond de rainure notamment*) qui est à l'origine de l'amorçage de la rupture.

La propagation de la fissure s'effectue ensuite vers le plan médian, dans le volume de l'éprouvette. Comme une température de matière élevée facilite la diffusion des macromolécules à l'interface des deux fronts, la fissure se propage moins facilement dans une zone à taux d'interpénétration plus élevé. Ainsi, une augmentation de la température de la matière améliore les résistance et allongement à la rupture en flexion des éprouvettes avec ligne de soudure.

Les facteurs de ligne de soudure des modules de flexion n'évoluent quant à eux pratiquement pas pour les différents niveaux des paramètres actionneurs. Cependant, comme il a été signalé plus haut, leurs valeurs sont inférieures à l'unité.

Cette tendance peut également s'expliquer par les différences de vitesses d'écoulement des flux de matière entre les éprouvettes injectées par un ou deux seuils. En effet, la figure III.16 montre que les orientations en peau sont plus marquées dans le sens de l'écoulement pour une vitesse d'injection élevée que pour une vitesse faible.

Rahmani et Fisa [RAH 91] montrent également que le module en flexion d'une éprouvette avec ligne de soudure dépend principalement du module du matériau dans les zones éloignées de la soudure. L'expression du module en flexion (E_f) qu'ils proposent est de la forme:

$$E_f = \frac{E_1 E_2}{E_1 - (E_1 - E_2)(1 - x)^3} \quad \text{(III.2)}$$

avec: E_1 : le module en flexion hors ligne de soudure
 E_2 : le module en flexion à la ligne de soudure
 L_0 : la longueur initiale de l'éprouvette
 $x.L_0$: la largeur de la ligne de soudure ($x \ll 1$).

La largeur de la ligne de soudure étant faible par rapport à la longueur de l'éprouvette ($x \ll 1$), ils en déduisent alors que le module en flexion d'une éprouvette possédant une ligne de soudure est tel que $E_f \approx E_1$.

Les essais de flexion étant le reflet des caractéristiques de la peau du matériau, il est possible d'en déduire, compte tenu des orientations différentes en peau pour des vitesses d'injection différentes (cf fig III.16), que les modules en flexion d'éprouvettes avec ligne de soudure sont légèrement inférieurs à ceux d'éprouvettes sans ligne de soudure. Les résultats opposés obtenus en traction viennent du fait que le matériau avec ligne de soudure est en moyenne plus orienté (fig III.16) et réagit différemment en fonction du volume contraint (peau en flexion, volume global en traction).

Enfin, les valeurs élevées des écart-types relatifs aux modules des éprouvettes avec ligne de soudure ne permettent pas de tirer d'éventuelles conclusions quant à une influence certaine des différents paramètres d'injection. Dans une étude similaire à celle-ci, Piccarolo et Saiu [PIC 91] aboutissent aux mêmes constatations.

Conclusions sur le comportement en flexion

Les tests de flexion révèlent des affaiblissements considérables concernant la résistance et la flèche à la rupture d'éprouvettes possédant une ligne de soudure. Ces affaiblissements sont d'ailleurs plus importants que ceux obtenus en traction. Lors du test de flexion, la répartition des contraintes normales de traction sur la zone de peau des éprouvettes met en évidence l'effet d'entaille introduit par la présence de la ligne de soudure.

La rainure en "V", quelles que soient ses dimensions (dépendantes des paramètres d'injection, cf § III.1.2) est responsable de l'amorçage de la fissure. La propagation de celle-ci s'effectue ensuite vers le plan médian de l'éprouvette dans le plan de l'interface des deux fronts de rencontre.

La diffusion moléculaire étant améliorée par une température élevée de la matière, la fissure se propage donc moins facilement à l'interface, amenant ainsi une amélioration de la résistance et de l'allongement à la rupture.

Les modules en flexion ne diffèrent que de très peu entre les deux types d'éprouvettes et ne dépendent pas des paramètres d'injection.

Comportement au choc Charpy

Le moule grappe ne permettant pas non plus la réalisation d'éprouvettes de choc possédant une ligne de soudure, des éprouvettes de dimensions 66 mm x

10 mm x 4 mm, centrées sur la ligne de soudure, sont prélevées dans des éprouvettes ISO 1.

Les éprouvettes témoins, dénuées de ligne de soudure sont prélevées de la même manière.

Les essais de choc Charpy sont réalisés grâce à un mouton-pendule ZWICK modèle 5101 équipé d'un pendule de 7,5 Joules. Conformément à la norme NF T 51-035, huit éprouvettes au minimum sont sollicitées en flexion dans le sens de l'épaisseur ($e=4\text{ mm}$) avec une distance entre appuis de 40 mm ($10 \times e$).

L'étude de l'influence des paramètres d'injection sur le comportement au choc Charpy d'éprouvettes avec et sans ligne de soudure montre également que les éprouvettes de Polystyrène sont très sensibles à la présence d'une ligne de soudure (fig III.18).

Les facteurs de ligne de soudure prennent en effet des valeurs très faibles variant de 0,22 à 0,47. Cette valeur maximale est en fait le résultat d'une chute de la résilience des éprouvettes sans ligne de soudure injectée sous une température de la matière élevée.

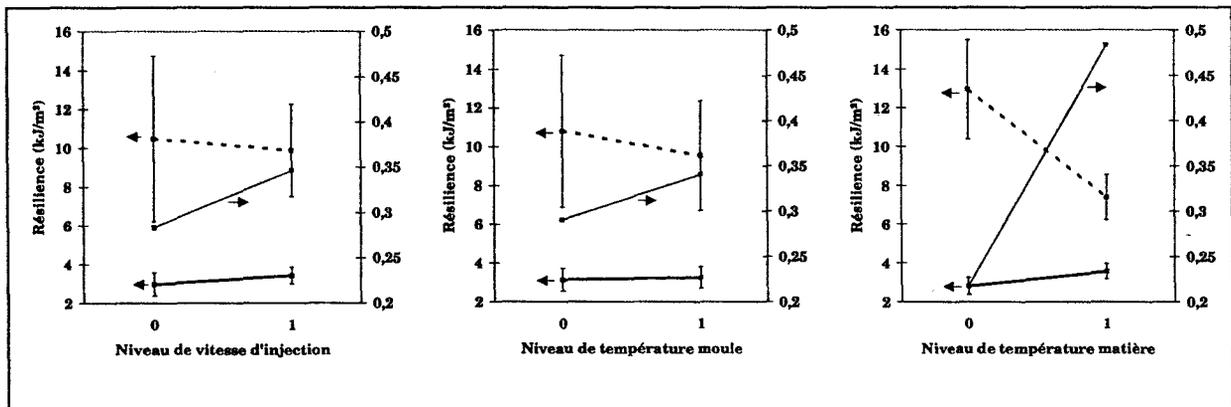


fig III.18: Effets des facteurs sur les caractéristiques mécaniques au choc Charpy.
 axes de droite: facteurs de ligne de soudure
 trait plein gras: éprouvettes avec ligne de soudure
 trait pointillé gras: éprouvettes sans ligne de soudure
 trait plein: facteur de ligne de soudure

Il faut aussi remarquer que les dispersions expérimentales relatives à la résilience d'éprouvettes sans ligne de soudure sont élevées pour des variations de la vitesse d'injection et de la température du moule, rendant ainsi les valeurs des facteurs de ligne de soudure difficilement exploitables. Cette distribution est cependant beaucoup plus serrée dès lors que le matériau présente une ligne de soudure.

Comme pour le comportement en flexion, il semble également que les dimensions différentes des rainures en "V", induites par les conditions d'injection, ne provoquent pas de variations notables de la résilience: En effet, la variation des paramètres d'injection a peu d'effet sur le comportement au choc des éprouvettes avec ligne de soudure, même si une augmentation de la température de la matière laisse entrevoir une légère amélioration.

Conclusions sur le comportement au choc Charpy

La présence de la ligne de soudure entraîne une chute de la résilience du Polystyrène. Les faibles valeurs des facteurs de ligne de soudure en témoignent.

Il faut également noter que la variation des paramètres d'injection n'amène pas de variation prononcée de la résilience de la ligne de soudure.

Dans le cas des éprouvettes avec ligne de soudure, il est en effet possible de considérer être en présence d'un essai de choc Charpy sur éprouvettes entaillées qui s'apparente à un test de flexion à grande vitesse de sollicitation (*vitesse d'impact de 3,85 m/sec*) et dont la principale caractéristique est de mettre en évidence la sensibilité à l'entaille du matériau, et de masquer l'effet de viscoélasticité de la matière.

L'essai de choc Charpy ne laisse donc pas transparaître l'effet des variations des paramètres d'injection sur les caractéristiques mécaniques du coeur de l'éprouvette soudée qui elles en dépendent.

Il faut néanmoins constater une tendance à l'amélioration pour une température de matière élevée.

Conclusions générales sur le comportement mécanique des lignes de soudure de Polystyrène cristal

Les différents champs de contraintes appliqués sur des éprouvettes de Polystyrène montrent que la présence d'une ligne de soudure provoque des affaiblissements du matériau de l'ordre de 50% sur la résistance et l'allongement à la rupture en traction et de l'ordre de 50% et 75% respectivement pour la résistance et la flèche à la rupture en flexion. Les modules de Young sont quant à eux insensibles à la présence de la ligne de soudure.

De la même manière, il est également montré que la présence de la ligne de soudure est très préjudiciable sur le comportement au choc du Polystyrène avec des affaiblissements variant de 60 à près de 80%.

Les niveaux de sévérité des champs de contraintes appliqués permettent de supposer que le comportement mécanique de la ligne de soudure dépend de deux zones distinctes:

- la présence en surface d'une rainure en "V" qui, quelles que soient ses dimensions, joue le rôle d'une amorce de fissure, et dont l'influence sur la rupture est nettement mise en évidence par les essais de flexion et de choc
- une interface située sous cette rainure dans laquelle se propage la fissure.

Les réponses du matériau au champ de contraintes simple engendré par l'essai de traction montrent que la résistance à la propagation de la fissure est étroitement liée à la qualité de cette interface. Celle-ci dépend du niveau d'autodiffusion des chaînes macromoléculaires qui est lui même fortement tributaire de la température de transformation de la matière.

Il convient maintenant de démontrer la validité de ces hypothèses.

III.2.2.3. Mise en évidence expérimentale du double effet d'entaille et d'autodiffusion moléculaire

Comme il a été vu précédemment, le comportement mécanique de la ligne de soudure est conditionné par la présence de la rainure de surface, ainsi que par la qualité de la zone d'interface.

Afin de confirmer ces deux affirmations, il est proposé d'étudier la résistance en traction de la ligne de soudure en fonction de la température d'injection de la matière. L'hypothèse de linéarité du plan d'expériences sera également vérifiée.

En outre, afin d'isoler la contribution à la rupture de chaque zone de la ligne de soudure (*rainure et interface*) les deux opérations suivantes sont effectuées:

- D'une part, un ponçage des quatre faces d'éprouvettes contenant une ligne de soudure est réalisé à l'aide de papier de verre (*SiC 1200*) jusqu'à élimination visuelle de la rainure (*profondeur du ponçage $\approx 50 \mu\text{m}$*)
- D'autre part, des éprouvettes sans ligne de soudure sont entaillées artificiellement, sur chacune de leurs quatre faces.

Enfin, dans le but de mettre en évidence une éventuelle influence de la pression de maintien (*facteur non étudié par le plan d'expériences*) sur la résistance de la ligne de soudure du Polystyrène, les deux modes de pilotage de pression de maintien sont utilisés (*cf Chapitre II*).

Pour ces essais, les paramètres de transformation suivants sont adoptés (*tableau III.9*):

	Consigne
Dosage (mm)	45
Commutation en phase de maintien	Pression en fond d'empreinte (40 bar)
Asservissement de la phase de maintien	BFH / BFP
Pression de maintien (bar)	50 / 50 mini
Temps de maintien (sec)	15 / 12
Vitesse de rotation de la vis (tr/min)	100
Contre-pression (bar)	2
Température de la matière (°C)	230 / 250 / 270 / 290
Vitesse d'injection (mm/sec)	5% V_{max}
Température du moule (°C)	40
Temps de solidification (sec)	50

tableau III.9: Paramètres d'injection des essais de confirmation

Quelles que soient les conditions expérimentales (*Boucle Fermée Hydraulique ou Polymère et température d'injection*) la ligne de soudure est révélée par la présence d'une rainure visible à l'oeil nu.

Effet de la température sur des éprouvettes soudées avec et sans rainure

La figure III.19 présente l'évolution de la résistance d'éprouvettes contenant une ligne de soudure avec ou sans rainure, en fonction de la température de transformation de la matière.

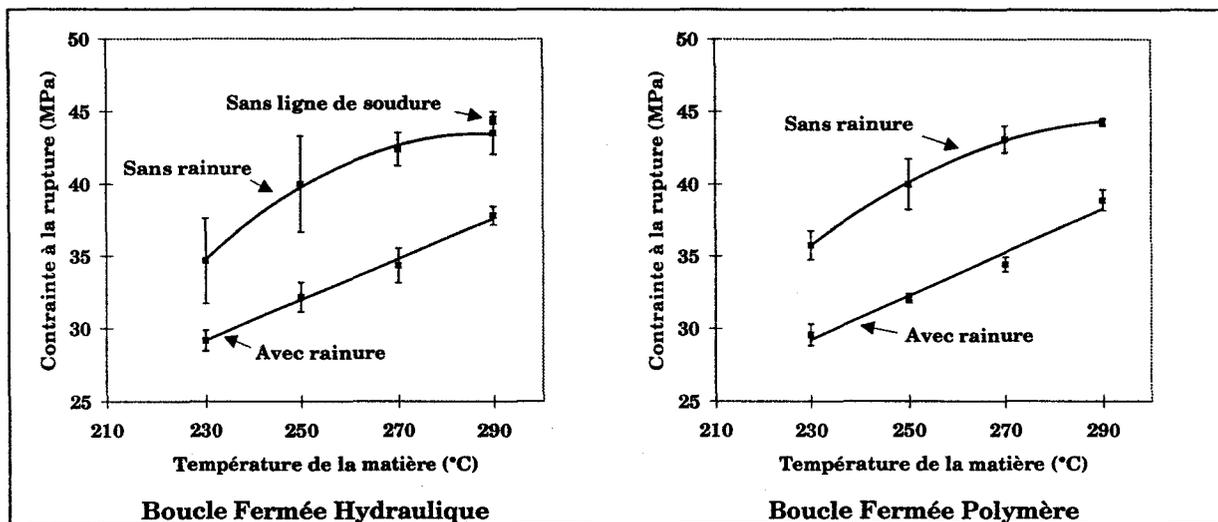


fig III.19: Evolution de la résistance d'éprouvettes de Polystyrène contenant une ligne de soudure frontale, avec ou sans rainure, en fonction de la température d'injection. Comparaison des deux modes de pilotage de la phase de maintien.

Il faut d'ores et déjà remarquer que l'état de pression appliqué au polymère pendant la phase de refroidissement n'a pas d'influence sur la résistance des deux types d'éprouvettes. Les valeurs de résistances obtenues sont en effet équivalentes pour les deux modes de pilotage. L'asservissement en Boucle Fermée Polymère présente néanmoins l'avantage d'obtenir des résultats dont la dispersion expérimentale est beaucoup plus réduite.

Il faut également noter que l'hypothèse de linéarité du plan d'expériences est vérifiée et que la résistance des éprouvettes avec ligne de soudure (*rainure incluse*) est étroitement liée à la température de transformation de la matière. Les mêmes remarques s'appliquent aux allongements à la rupture non représentés ici.

Les graphes montrent aussi que l'élimination de la rainure par ponçage accroît considérablement la résistance (*idem pour l'allongement à la rupture*) et que cette amélioration s'élève à 8 MPa, soit une variation de +25% (*idem pour l'allongement à la rupture*) par rapport à une éprouvette non poncée. Cette amélioration reste constante quelle que soit la température de transformation de la matière.

Les courbes de résistance en fonction de la température d'injection des éprouvettes sans rainure tendent vers une valeur limite identique, à la dispersion près, à celle d'éprouvettes sans ligne de soudure (cf *graphe BFH de la figure III.19*). **Des ruptures en dehors de la zone de soudure sont d'ailleurs obtenues pour des éprouvettes poncées et injectées à 290°C.**

Les courbes contrainte - déformation sont également révélatrices des différences de comportements observées.

Indépendamment des conditions opératoires (*modes de pilotage et températures d'injection*), les éprouvettes avec ligne de soudure et rainure présentent toutes une rupture au droit de la soudure avec amorçage de l'endommagement à la périphérie de l'éprouvette et propagation de la fissure vers le coeur de l'échantillon. Aucune apparition de microcraquelures et aucune perte de linéarité ne sont observées et les faibles allongements ($\approx 1\%$) traduisent le comportement très fragile du matériau (cf *figure III.20*).

Ce type de comportement est analogue à celui déjà observé lors de l'étude du plan d'expériences.

Un tout autre comportement est observé sur les éprouvettes avec ligne de soudure dont la rainure est éliminée.

Comme précédemment, les lois de comportement sont indépendantes du mode de pilotage de la phase de maintien mais évoluent en fonction de la température de transformation. Le comportement du matériau est toujours fragile, mais à partir d'une température d'injection de 250°C, des microcraquelures apparaissent sur les bords de l'éprouvette et leur progression est stoppée par la rupture au niveau de la soudure.

A la température de transformation de 290°C, les microcraquelures deviennent plus nombreuses et leur présence se traduit par une perte de linéarité sur la courbe contrainte-déformation (cf *figure III.21*).

Comme déjà évoqué plus haut, des ruptures hors zone de soudure sont constatées pour cette température d'injection.

Effet d'une entaille usinée

Les tests de flexion et de choc Charpy montrent que la rainure de surface est le facteur primordial quant à la résistance de la ligne de soudure du Polystyrène, car c'est elle qui contribue à l'amorçage de la fissure qui entraîne la ruine du matériau.

Afin de confirmer cette influence très marquée de l'effet d'entaille sur le Polystyrène, des tests de choc Charpy sont effectués sur des éprouvettes de Polystyrène sans ligne de soudure, injectées à 290°C, entaillées sur leur périphérie à l'aide d'une lame de rasoir⁹ ou d'une fraise disque de rayon de denture 0,25 mm.

⁹ L'entaille est réalisée à la lame de rasoir afin d'obtenir un rayon de fond d'entaille le plus faible possible. Il n'a en effet pas été possible de déterminer le rayon de fond d'entaille de la rainure de la ligne de soudure par microscopies optique et électronique à balayage.

La figure III.22 compare les résiliences des éprouvettes avec et sans ligne de soudure et entaillées.

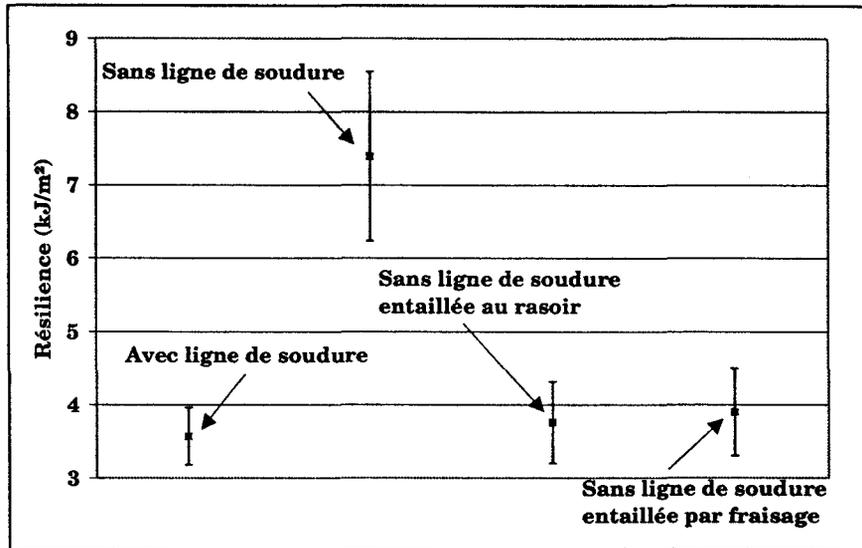


fig III.22: Comparaison des résiliences d'éprouvettes de Polystyrène injectées à 290°C.

Il apparaît nettement sur la figure III.22 que la rainure "artificielle" affaiblit considérablement le matériau dans des proportions identiques à celles d'éprouvettes contenant une ligne de soudure. Il faut également remarquer que l'affaiblissement pour le Polystyrène entaillé dépend peu du rayon à fond d'entaille, donc de la géométrie de la rainure.

Le problème de la ligne de soudure d'un matériau amorphe comme le PS se réduit donc au problème mécanique de la sensibilité à l'entaille du matériau, sous réserve que la soudure des 2 fronts d'écoulement soit de type cohésif.

Conclusion

Les essais précédents permettent de vérifier les hypothèses du plan d'expériences et de prouver la nette influence de la température d'injection sur la résistance des éprouvettes avec ligne de soudure.

Ces essais mettent également en évidence que l'élimination de la rainure entraîne une augmentation de résistance (*près de 25%*) par rapport à la résistance d'éprouvettes soudées avec rainure.

De plus, pour des températures d'injection élevées, les éprouvettes poncées voient leur résistance tendre vers une valeur de résistance analogue à celle d'éprouvettes sans ligne de soudure, et les lois de comportement suivent des évolutions semblables (*perte de linéarité et apparition de microcraquelures avant rupture*) (cf fig III.14 et III.21).

Les résultats montrent donc clairement que la présence de la rainure affaiblit considérablement le matériau par son effet d'entaille sur l'amorçage et que son influence est indépendante des conditions de transformation.

En revanche, cette étude montre aussi que l'interface, lieu de rencontre des deux fronts d'écoulement et zone préférentielle de propagation, peut posséder des propriétés équivalentes à celles de la matière "brute", à condition de réaliser la pièce avec ligne de soudure sous haute température d'injection.

Hagerman [HAG 73] attribue la faiblesse de la ligne de soudure aux trois facteurs suivants:

- des liaisons incomplètes à l'interface des deux fronts dues à un manque de diffusion
- une orientation moléculaire causée par l'écoulement fontaine aux fronts d'écoulement et qui reste parallèle à l'interface
- l'existence d'une rainure en "V" au droit de la soudure causée par de l'air emprisonné.

Les conclusions de cette étude rejoignent celles de Hagerman, notamment pour l'existence et l'influence de la rainure.

Cependant, une nuance doit être apportée quant aux deux autres facteurs. Ceux-ci voient en effet leur influence diminuer à mesure que la température de transformation augmente et peuvent même devenir inexistantes à haute température (*290°C pour le Polystyrène cristal employé ici*) et entraîner des ruptures hors ligne de soudure.

Les analyses fractographiques du paragraphe suivant confirment les remarques précédentes.

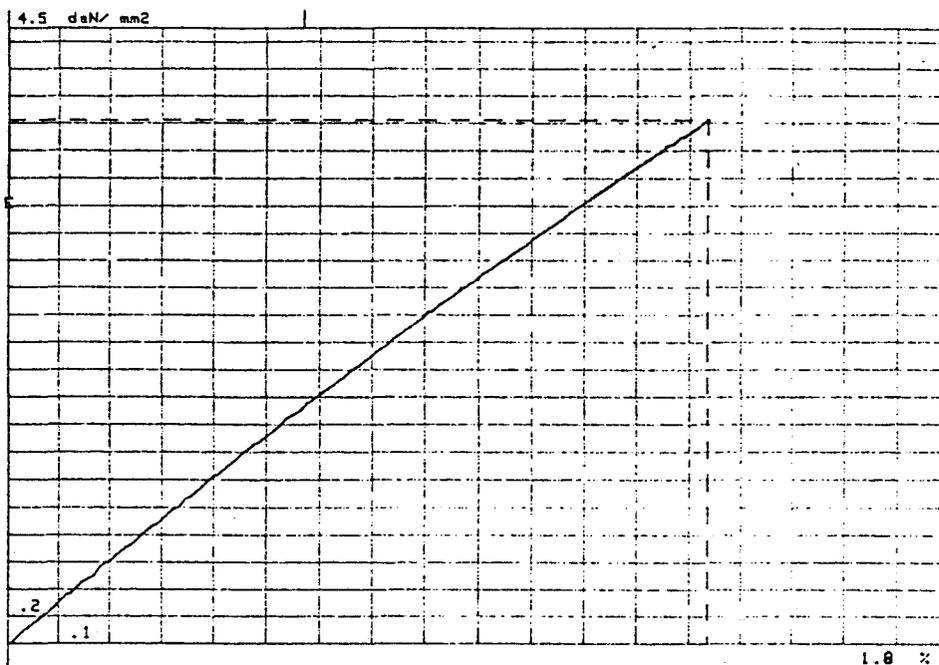


fig III.20: Loi de comportement d'une éprouvette de PS avec ligne de soudure frontale et rainure injectée à 290°C en pilotage standard.

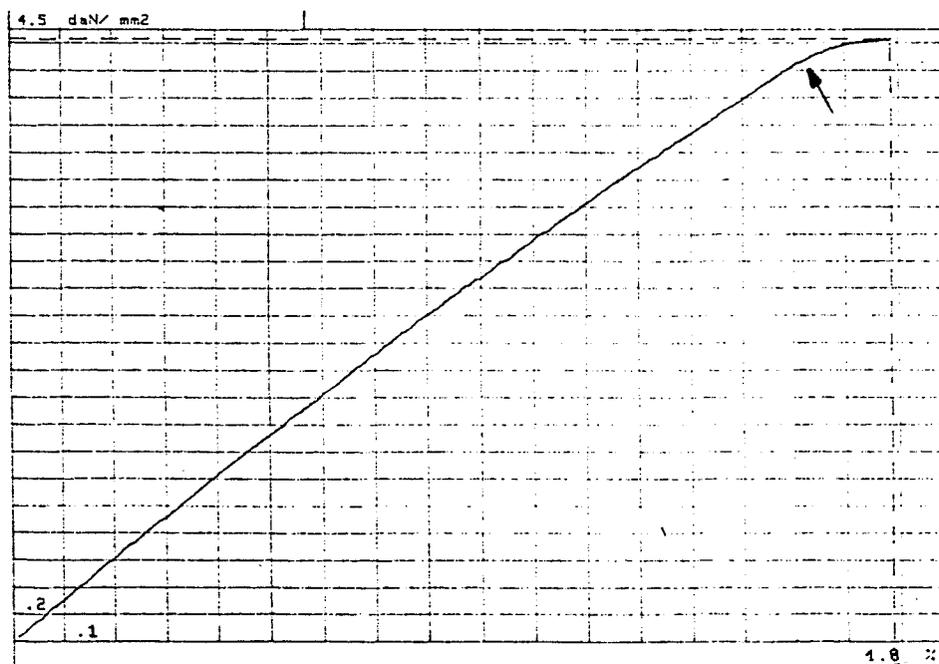


fig III.21: Loi de comportement d'une éprouvette de PS avec ligne de soudure frontale sans rainure injectée à 290°C en pilotage standard.

III.2.2.4. Analyses fractographiques

Eprouvettes sans ligne de soudure

L'observation en lumière blanche réfléchie des faciès de rupture d'éprouvettes sans ligne de soudure présente une surface plane de type "miroir" dont la couleur dépend de l'angle d'observation.

Berry [BER 61] montre que la longueur d'onde des couleurs observées varie en fonction de l'angle d'incidence, montrant ainsi qu'il s'agit d'un phénomène d'interférences dû à la présence d'une couche de macromolécules orientées dans la direction de l'axe de sollicitation (cf fig III.23).

Kambour [KAM 64, KAM 73] montre également que cette couche de macromolécules orientées est constituée de fibrilles rompues provenant de microcraquelures (cf fig III.24).

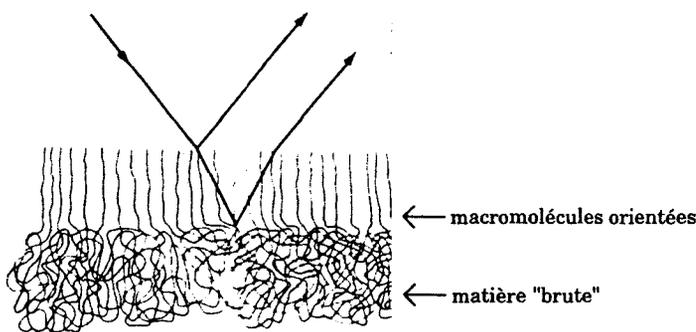


fig III.23: Origine des couleurs d'une surface de rupture par interférences de la lumière blanche [DÔL 89].

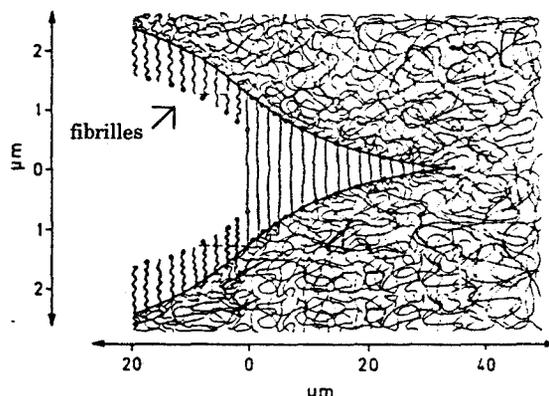


fig III.24: Fibrilles rompues d'une microcraquelure [DÔL 89]

Comme évoqué lors des essais mécaniques, la rupture d'éprouvettes sans ligne de soudure est précédée par l'apparition de microcraquelures.

Celles-ci résultent d'un processus de déformation plastique qui entraîne la formation et la multiplication de microvides à l'intérieur du polymère [KIN 83] et constituent ainsi une première étape dans le processus de rupture fragile du matériau.

Elles apparaissent sous l'effet d'une contrainte de traction et de concentrations locales de contraintes causées par la présence de microdéfauts de structure [BER 61, KAM 64, KAM 73, MUR 69] et s'apparentent à des microfissures planes constituées de fibrilles formées de chaînes macromoléculaires très étirées et joignant les faces opposées [KAM 73]. Lorsque les fibrilles atteignent un taux d'étirement critique, il y a rupture des fibrilles et dégénérescence des microcraquelures en microfissures.

La figure III.25 présente le faciès de rupture de type "miroir" d'une éprouvette sans ligne de soudure. L'observation du centre de la surface de rupture montre la présence d'un microdéfaut ayant certainement contribué à la

genèse de microcraquelures. L'état de triaxialité des contraintes, induit par la présence de ce microdéfaut, a ensuite favorisé la propagation radiale des microcraquelures donnant ainsi naissance à une surface de rupture lisse (*orientation de fibrilles perpendiculairement à la surface d'observation*).

L'observation au microscope électronique à balayage de la couche de peau de cette même éprouvette (*cf fig III.26*) met en évidence l'existence d'un étirement et d'un écoulement local de la matière qu'il faut attribuer à l'orientation privilégiée des macromolécules en peau dans la direction de l'écoulement.



fig III.25: Faciès de type miroir d'une éprouvette de Polystyrène sans ligne de soudure. Au centre, présence d'un microdéfaut. 1 tiret blanc représente 1 mm.

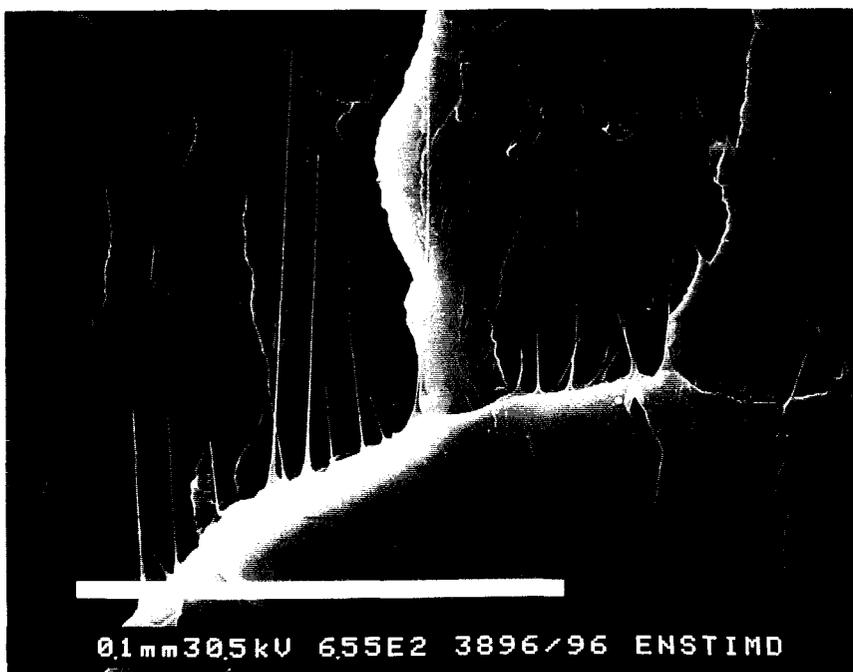


fig III.26: Ecoulement local dans la zone de peau du faciès de rupture de l'éprouvette présentée figure III.25. 1 tiret blanc représente 0,1 mm.

Éprouvettes avec ligne de soudure et rainure

Pour toutes les températures de transformation considérées, les faciès de rupture des lignes de soudure (*rainure incluse*) sont semblables. Elles présentent toutes à coeur une topographie rugueuse et fortement accidentée (cf fig III.27).

L'examen microscopique de la couche de peau de ces mêmes éprouvettes (cf fig III.28) met en évidence trois parties distinctes:

- ① une zone correspondant à la courbure de la rainure ($\approx 40 \mu m$)
- ② une bande d'aspect lisse ($\approx 20 \mu m$) qu'il est possible d'attribuer à l'amorçage périphérique à vitesse lente de la fissure lors de l'observation de l'éprouvette pendant le test de traction. De plus, cette zone contient de petites vacuoles que Malguarnera & al. [MAL 81] attribuent à la présence de bulles d'air emprisonnées n'ayant pu s'échapper pendant la rencontre des deux flux d'écoulement.
- ③ une zone de coeur de l'éprouvette, de morphologie rugueuse, qui correspond à une propagation rapide de la fissure.

Éprouvettes avec ligne de soudure sans rainure

Les figures III.29 à III.31 montrent l'évolution, en fonction de la température d'injection, des faciès de rupture d'éprouvettes avec ligne de soudure dont la rainure a été éliminée par ponçage.

Lorsque la température de la matière augmente, des zones de type "miroir" de taille croissante avec la température apparaissent. Comme pour les faciès d'éprouvettes sans ligne de soudure, l'observation en lumière blanche réfléchie de ces zones présente le même phénomène d'interférences, trahissant ainsi l'existence de fibrilles orientées et rompues (*l'apparition progressive de microcraquelures a en effet été observée lors des tests de traction pour des températures d'injection croissantes*).

Pour une température de transformation de 290°C, le faciès de rupture des éprouvettes avec ligne de soudure et sans rainure ressemble fortement à celui d'une éprouvette sans ligne de soudure (fig III.25).

Conclusions de l'analyse fractographique

L'analyse fractographique met clairement en évidence que la rupture des éprouvettes soudées (*rainure incluse*) s'amorce au droit de la rainure. La propagation de la fissure s'effectue ensuite rapidement vers le coeur de l'éprouvette en laissant apparaître un faciès de rupture rugueux.

Les éprouvettes soudées dont la rainure est éliminée présentent quant à elles une évolution de leur faciès de rupture en fonction de la température d'injection. Les faciès de rupture passent d'un aspect rugueux à basses températures à un aspect "miroir" à hautes températures et tendent ainsi vers l'aspect des faciès de rupture des éprouvettes sans ligne de soudure.



fig III.27: Faciès de rupture d'une éprouvette de Polystyrène avec ligne de soudure frontale et rainure. 1 tiret blanc représente 1 mm.

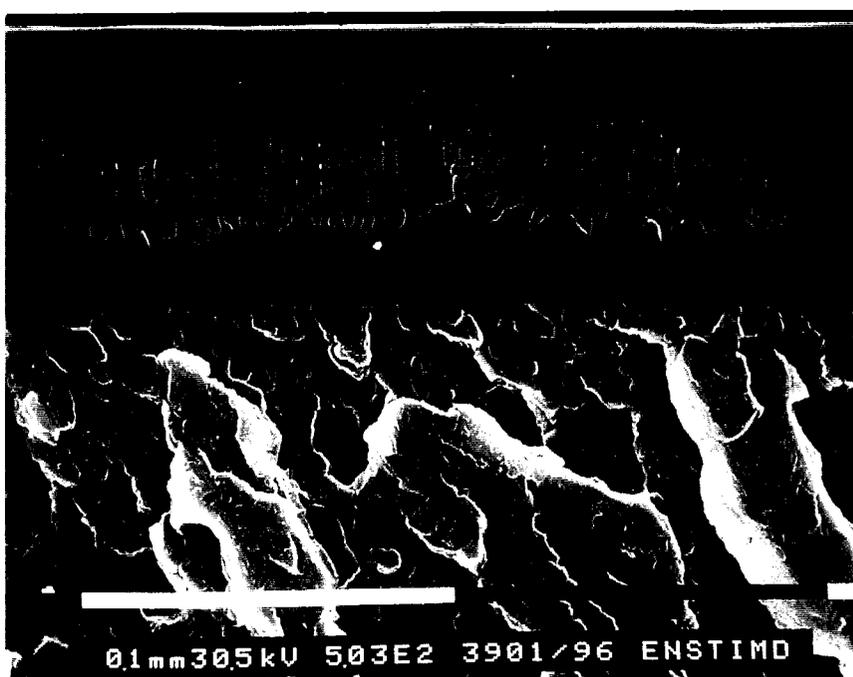


fig III.28: Détail de la zone de peau d'une éprouvette de Polystyrène avec ligne de soudure frontale et rainure. 1 tiret blanc représente 0,1 mm.

fig III.29: Faciès de rupture d'une éprouvette de PS avec ligne de soudure sans rainure. Température d'injection: 230°C

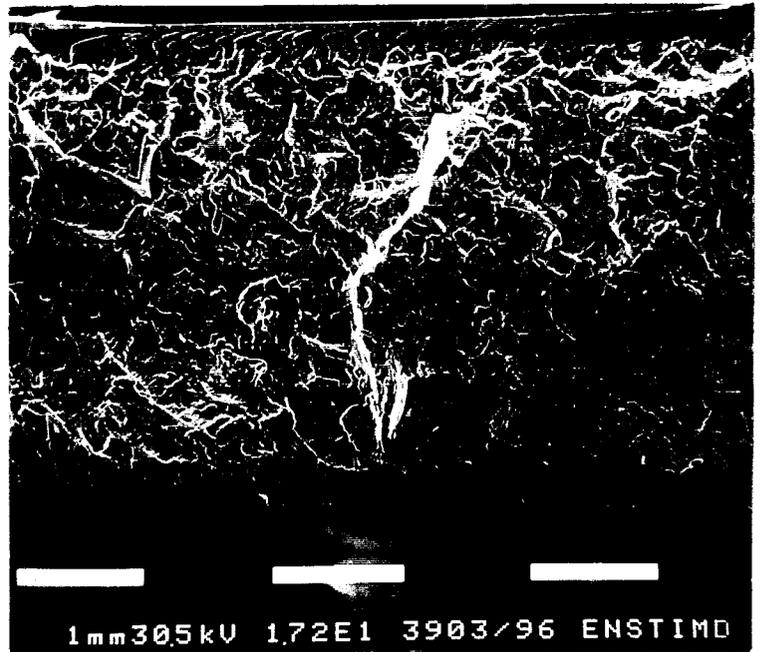
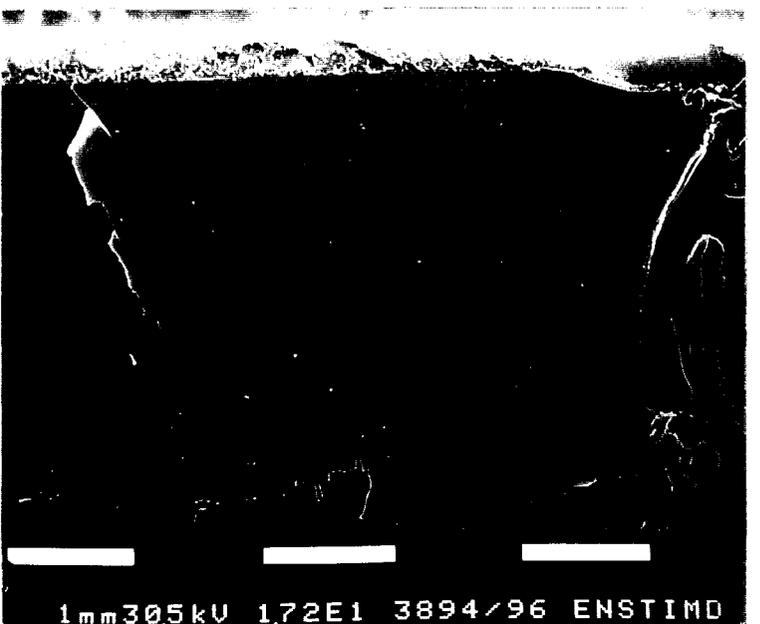


fig III.30: Faciès de rupture d'une éprouvette de PS avec ligne de soudure sans rainure. Température d'injection: 250°C



fig III.31: Faciès de rupture d'une éprouvette de PS avec ligne de soudure sans rainure. Température d'injection: 290°C



III.2.2.5. Conclusion quant aux mécanismes de déformation et de rupture au droit d'une ligne de soudure

L'étude expérimentale précédente permet de tirer les conclusions suivantes:

- La faiblesse de la ligne de soudure est principalement liée à la présence d'une rainure de surface qui concentre les contraintes et amorce le processus de rupture de la pièce.
- L'élimination de cette rainure met clairement en évidence l'importance de la diffusion moléculaire dont l'existence est révélée par une apparition progressive des faciès de rupture de type "miroir" en fonction de la température. Il faut en effet rappeler que ces surfaces "miroir" sont le résultat de la rupture de fibrilles étirées au niveau de la zone de soudure, ce qui laisse supposer que les macromolécules étaient enchevêtrées avant rupture de l'interface.

De plus, l'évolution radiale des surfaces "miroir" en fonction de la température d'injection, du centre de la pièce vers les parois de celle-ci, prouve l'existence de gradients thermiques au sein de l'éprouvette. Ces répartitions de température pendant la phase de refroidissement de la pièce contribuent directement à l'agitation moléculaire et par conséquent à la diffusion des chaînes macromoléculaires à l'interface des deux fronts de matière.

Les paragraphes suivants présentent les calculs de diffusion moléculaire au sein des éprouvettes afin de confirmer l'origine de l'évolution des faciès de rupture observés (*figures III.29 à III.31*).

III.2.3. Calcul de l'effet d'autodiffusion moléculaire dans une ligne de soudure

III.2.3.1. Théorie de la reptation et autodiffusion

Il est bien connu que les petites molécules ont essentiellement un mouvement de translation. C'est le cas typique des molécules de gaz se déplaçant dans un espace clos, dont le déplacement est rectiligne et dont les changements de direction s'effectuent après rencontre et choc avec d'autres molécules ou avec les parois du milieu.

Dans un liquide, les petites molécules ont également un mouvement de translation mais pour lequel l'espace disponible pour le déplacement est d'une taille proche de celle des dimensions moléculaires.

Le mouvement des macromolécules n'est, quant à lui, pas aussi simple. Dans un polymère amorphe, le mouvement des chaînes est restreint par les enchevêtrements des chaînes avoisinantes. Ces enchevêtrements peuvent être mis en évidence par le comportement élastique de la matière [FER 80], ainsi que par le changement de pente de la courbe viscosité newtonienne-masse moléculaire (cf fig III.32).

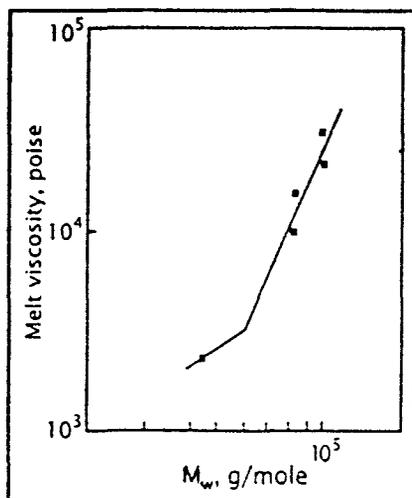


fig III.32: Relation entre viscosité newtonienne et masse moléculaire [PEC 96].

D'après la figure III.32, il vient:

$$\boxed{\eta_0 \propto M_w} \quad M_w < M_c \quad \text{(III.3)}$$

$$\boxed{\eta_0 \propto M_w^{3,4}} \quad M_w > M_c \quad \text{(III.4)}$$

avec, M_w la masse moléculaire en poids du polymère et M_c la masse moléculaire au point de changement de pente. M_c est également appelée masse moléculaire

critique et correspond à la masse au dessus de laquelle les enchevêtrements deviennent significatifs sur le comportement rhéologique du matériau.

Du fait de ces enchevêtrements, la diffusion des chaînes macromoléculaires est beaucoup plus complexe que le mouvement de petites molécules.

Les premières théories traitant des mouvements des macromolécules dans des solutions de polymère dilué ont été développées par Rouse [ROU 53] et Bueche [BUE 54]. Les auteurs considèrent la macromolécule comme étant la succession d'entités moléculaires simples et identiques, matérialisées chacune par une série de ressorts. Ces ressorts sont ensuite submergés dans le milieu visqueux et sont le siège de force de frictions lors de leur déplacement. La théorie de Rouse-Bueche présente cependant des limites car elle s'applique à des solutions de polymère dilué. Elle a néanmoins permis d'établir que les mouvements moléculaires sont responsables du fluage et de la relaxation moléculaire.

En tenant compte des enchevêtrements moléculaires, De Gennes [GEN 71] introduit le modèle de la reptation. Selon cette théorie, les chaînes du polymère à l'état liquide modifient leur forme et se déplacent par des mouvements Browniens locaux. Les chaînes sont supposées ne jamais se rencontrer et les contraintes imposées sur une macromolécule par les enchevêtrements des chaînes avoisinantes confinent la chaîne macromoléculaire dans une région en forme de tube [EDW 67] (cf fig III.33).

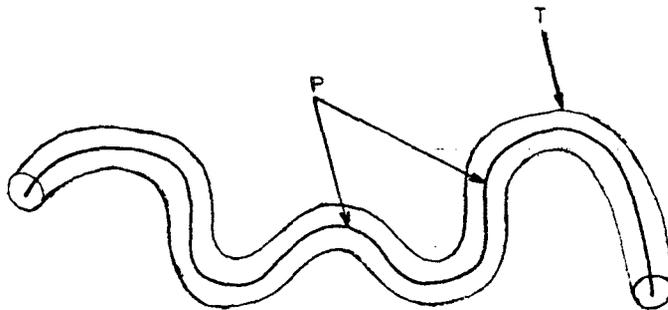


fig III.33: Représentation schématique d'une chaîne de polymère (P) confinée dans un tube (T).

De Gennes suppose que la chaîne macromoléculaire possède certains "défauts", chacun de longueur b (*stored length*), qui progressent sous l'effet des fluctuations thermiques le long de la chaîne à la manière d'un reptile (cf fig III.34).

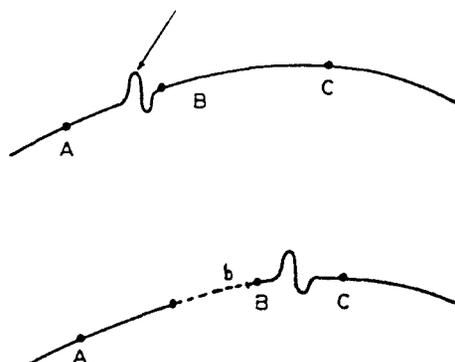


fig III.34: Un "défaut" se déplace de A vers C le long de la chaîne. Lorsqu'il atteint le monomère B, celui-ci se déplace de la valeur b [GEN 71].

Lorsque l'un de ces "défauts" atteint une extrémité de chaîne, le bout de chaîne avance de manière aléatoire comme le résume la figure III.35.

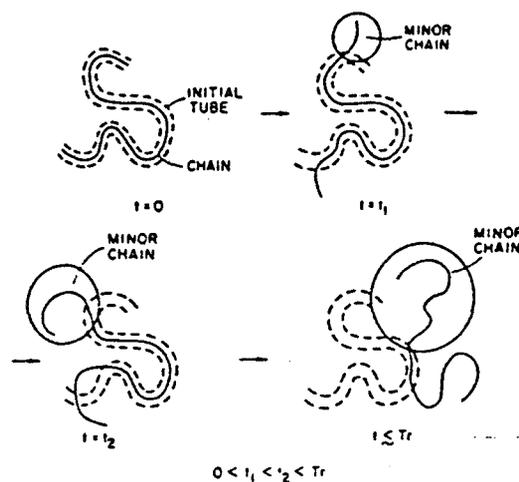


fig III.35: Désengagement d'une chaîne de son tube initial. T_r correspond au temps de reptation [KIM 83].

Au temps $t=0$, la chaîne (représentée en trait plein sur la figure III.35) est située à l'intérieur de son tube initial (trait pointillé). A l'intérieur du tube, la chaîne présente un mouvement Brownien d'avant en arrière sous l'effet de déplacement des "défauts". Les bouts de chaînes étant libres de se déplacer dans toutes les directions, la mémoire du tube initial disparaît progressivement comme le montre la figure III.35 pour les temps t_2 et t_3 . Un état de désengagement total du tube initial est obtenu au bout d'un temps $t=T_r$, où T_r est le temps de reptation ou temps de relaxation. De Gennes déduit alors l'équation de la diffusion:

$$\langle l^2 \rangle = 2.D.t \quad \text{(III.5)}$$

avec: $\langle l^2 \rangle$: la distance quadratique moyenne de diffusion
 D: le coefficient d'autodiffusion
 t: le temps de diffusion.

En se basant sur le modèle de la reptation de De Gennes, Doi et Edwards [DOI 78] développent pour des polymères linéaires enchevêtrés une théorie moléculaire de la viscoélasticité. Graessley reprend cette théorie et détermine l'expression du coefficient d'autodiffusion en fonction des paramètres viscoélastiques de la matière [GRA 80]. D s'exprime alors sous la forme:

$$D = \frac{G_N^0}{135} \left(\frac{\rho RT}{G_N^0} \right)^2 \left(\frac{R_g^2}{M_w} \right) \frac{M_c(T)}{M_w^2 \cdot \eta_{0,M_c}(T)} \quad \text{(III.6)}$$

avec: G_N^0 : le module plateau de cisaillement
 ρ : la masse volumique du polymère
 R : la constante des gaz parfaits
 T : la température absolue
 R_g^2 : le rayon de giration
 M_w : la masse moléculaire en poids
 $M_c(T)$: la masse moléculaire critique à la température T
 $\eta_{0,M_c}(T)$: la viscosité newtonienne à la masse moléculaire critique, à la température T.

III.2.3.2. Calcul du coefficient d'autodiffusion D

Comme l'indique l'équation (III.6), le coefficient d'autodiffusion D dépend de paramètres facilement accessibles par l'expérience.

Le module plateau G_N^0 peut être obtenu en rhéologie dynamique¹⁰. Une méthode simple pour l'évaluer est de le considérer égal à la valeur du module de conservation G' à la fréquence à laquelle l'amortissement ($\tan \delta$) passe par un minimum [WU 87], c'est à dire:

$$G_N^0 = [G']_{\tan \delta \rightarrow \text{mini}} \quad \text{(III.7)}$$

¹⁰ L'entrefer et le taux de déformation sont fixés respectivement à 131 μm et 5% (conservation de la linéarité). Le comportement en sollicitation dynamique du Polystyrène est étudié pour cinq températures (de 130°C à 170°C par incrément de 10°C) et sur une plage d'oscillations variant de 10^{-3} rad/sec à 250 rad/sec répartie sur trente points de mesure.

avec $\tan\delta = \frac{G''}{G'}$ (G' et G'' étant respectivement les modules de conservation et de perte).

La courbe maîtresse obtenue sur le Polystyrène est présentée figure III.36, et l'application de la relation (III.7) donne la valeur de G_N^0 .

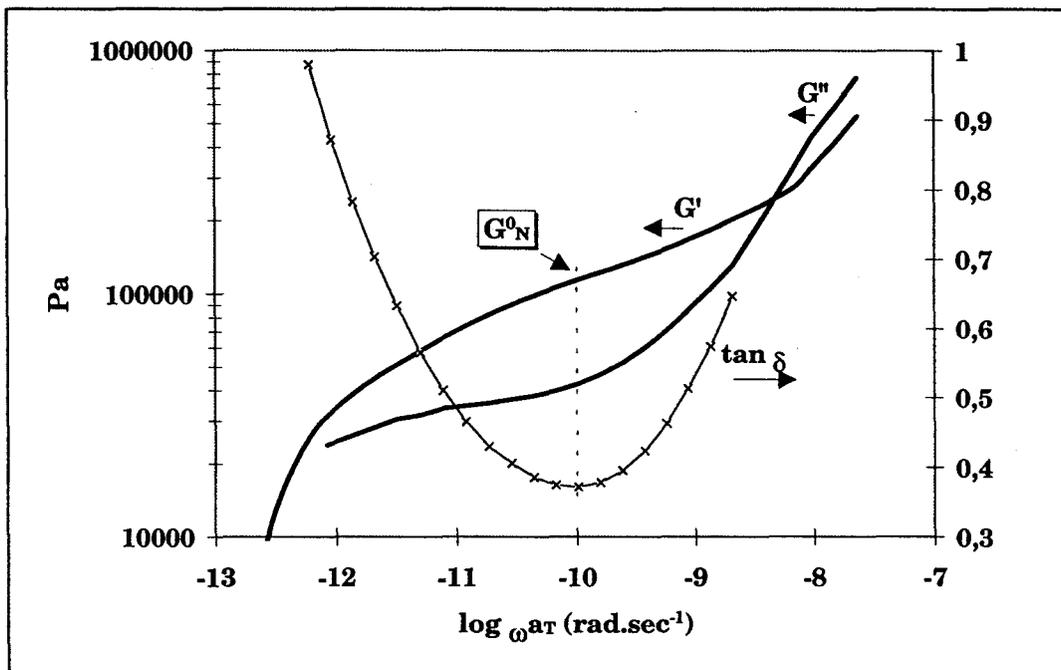


fig III.36: Courbe rhéologique maîtresse du Polystyrène. Température de référence: 150°C. Détermination du module plateau.

La masse moléculaire critique M_c est reliée selon la théorie de Bueche [BUE 62] à la masse moléculaire moyenne entre enchevêtrements M_e par la relation:

$$M_c(T) = 2.M_e(T) \quad \text{(III.8)}$$

M_e est, quant à elle, accessible par la relation [FERR 80]:

$$M_e(T) = \frac{\rho RT}{G_N^0} \quad \text{(III.9)}$$

Compte tenu de l'indice de polydispersité¹¹ élevé du polymère, le rayon de giration est fixé à la valeur couramment répandue dans la littérature:

$$\boxed{R_g = 10^{-8} \text{ m}} \quad \{\text{III.10}\}$$

En considérant la masse moléculaire en poids supérieure à la masse moléculaire critique (ce qui est souvent le cas des grades de polymères spécifiques à l'injection), il est possible de déterminer, en fonction de la viscosité newtonienne du polymère à la température T, la viscosité newtonienne à la masse moléculaire critique à la même température (cf équation {III.11}, [VAN 76]).

$$\boxed{\log \eta_0(T) = \log \eta_{0, M_c}(T) + 3.4 \log \left(\frac{M_w}{M_c(T)} \right)} \quad \{\text{III.11}\}$$

soit, en transformant l'expression:

$$\boxed{\eta_{0, M_c}(T) = \eta_0(T) \left(\frac{M_w}{M_c(T)} \right)^{-3.4}} \quad \{\text{III.12}\}$$

Une analyse par rhéométrie capillaire¹² permet de déterminer les valeurs de la viscosité newtonienne du matériau pour plusieurs températures et ainsi de modéliser la thermodépendance de la viscosité newtonienne (cf fig III.37) par une loi de type Andrade-Eyring de la forme:

$$\boxed{\eta_0(T) = A e^{E_\eta / RT}} \quad \{\text{III.13}\}$$

avec: A: constante (Pa.sec)
 E_η : énergie d'activation (J/mol)

Le coefficient de corrélation obtenu ici est de 0.99, ce qui démontre que la loi d'Andrade-Eyring est bien adaptée à l'évolution de la viscosité en fonction de la température.

¹¹ Les résultats de Chromatographie montrent un indice de polydispersité de 20.

¹² Le rhéomètre capillaire utilisé est un GÖTTFERT 2001 équipé d'une filière capillaire de diamètre 1 mm et de rapport longueur/diamètre égal à 30.

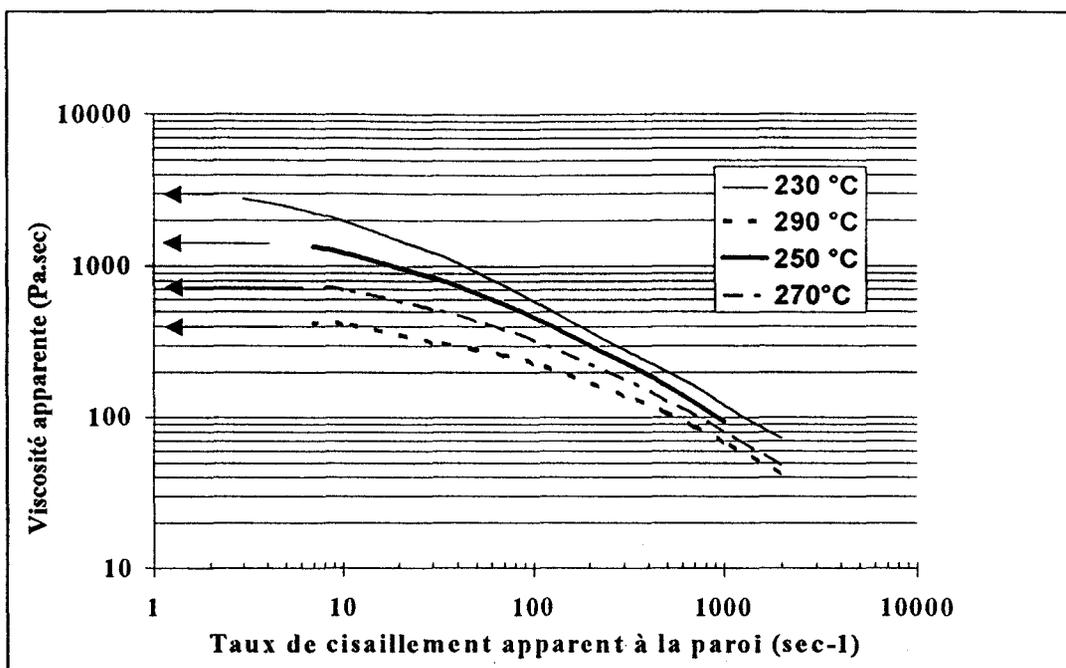


fig III.37: Courbes de viscosité du Polystyrène. Les flèches indiquent les valeurs extrapolées des viscosités newtoniennes.

Le polymère étant amorphe, il est possible de considérer que sa masse volumique varie peu pendant la phase de diffusion de la matière (pour des températures supérieures à la température de transition vitreuse). La valeur de ρ retenue est donc celle fournie par BP Chemicals, soit 0.9 g/cm^3 (cf tableau III.4).

Le tableau III.10 présente les valeurs de chacun des paramètres constitutifs du coefficient d'autodiffusion:

G_N^0 (Pa)	114 600
ρ (g/cm^3)	0.9
R (J/mol.K)	8.314
M_w (g/mol)	300 000
M_n (g/mol)	15 000
R_g^2 (m^2)	1 E^{-16}
A (Pa.sec) (éq. {III.11})	$4,53 \cdot 10^{-4}$
E_n (J/mol) (éq. {III.11})	64 000

tableau III.10: Valeurs utilisées pour le calcul du coefficient de diffusion

Le coefficient d'autodiffusion D est donc dépendant de termes constants (cf tableau III.10), mais également de facteurs directement liés à la température de la matière, à savoir: $M_c(T)$, la masse moléculaire critique et $\eta_{0,M_c}(T)$, la viscosité newtonienne à la masse moléculaire critique.

III.2.3.3. Application aux lignes de soudure

Les équations de la diffusion (*III.5* et *III.6*) ont été appliquées par certains auteurs dont Jud & al. [JUD 81] à l'étude des caractéristiques mécaniques de soudures de différents polymères.

Plus récemment, Pecorini & al. [PEC 96] utilisent les calculs de diffusion afin de prédire la résistance au choc des lignes de soudure d'un acétate de cellulose.

Cependant, dans leurs investigations, ces auteurs considèrent que la température du polymère reste constante pendant le processus de diffusion.

Or, comme il a déjà été souligné, pendant les phases de maintien et de refroidissement du cycle d'injection, le polymère voit sa température évoluer en fonction du temps, mais également en fonction de la position à laquelle il se trouve au sein de l'éprouvette.

Par conséquent, cette évolution de la température est prise en compte et il est possible de la modéliser en résolvant l'équation de la chaleur après avoir posé les hypothèses simplificatrices suivantes:

- l'éprouvette ISO 1 (*dimensions 10 mm x 4 mm*) est assimilée à une plaque infinie d'épaisseur 4 mm. Les gradients thermiques dans les directions longitudinale et transversale sont donc supposés négligeables devant ceux existants dans la direction de l'épaisseur.
- à l'instant $t=0$, correspondant à la commutation remplissage-maintien, le polymère qui est à la température d'injection est supposé entrer instantanément en contact avec les parois du moule régulé à 40°C.
- la conductivité thermique (k) est considérée comme constante et égale à celle fournie par BP Chemicals à 200°C, soit 0,106 Watts/m.°K.
- la capacité calorifique (C_p) est supposée constante et égale à la valeur donnée par le fournisseur, soit $C_p=1490$ J/Kg.°K.

Sur la base de ces hypothèses, il est possible de décrire le refroidissement du matériau de la manière suivante:

- au temps $t=0$, toute la section de l'éprouvette est à une température homogène $T_{mat.}$ égale à la température de transformation du polymère. La surface de l'éprouvette est mise au contact du moule dont la température de régulation est exprimée par $T_{moule.}$ La température d'interface qui s'établit instantanément aux parois est alors:

$$T_{int.} = \frac{b_{moule} \cdot T_{moule} + b_{mat.} \cdot T_{mat.}}{b_{moule} + b_{mat.}} \quad (III.14)$$

avec:

- b_{moule} et $b_{mat.}$ les effusivités thermiques du moule et du Polystyrène ($b = \sqrt{k \cdot C_p \cdot \rho}$, k , C_p et ρ étant respectivement la conductivité thermique, la capacité calorifique et la masse volumique).

L'effusivité du moule est fixée à $1,25 \cdot 10^4 \text{ J/}^\circ\text{C} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{sec}^{1/2}$ compte tenu de l'acier utilisé [TAN 94].

- T_{moule} et $T_{\text{mat.}}$ les températures initiales du moule et de la matière.
- il est possible de considérer que cette température d'interface reste constante pendant un temps t_i au bout duquel le front de pénétration de la chaleur atteint la demi profondeur de l'éprouvette ($e=2 \text{ mm}$) [AGA 86]. t_i est défini par:

$$t_i = \frac{e^2}{a_{\text{mat}}}, \text{ avec } a_{\text{mat}} = \frac{k}{\rho C_p} \text{ la diffusivité thermique de la matière.}$$

Pour une éprouvette de Polystyrène injectée à 230°C , le temps t_i obtenu est de 50,6 secondes, ce qui laisse supposer que T_{int} est constante pendant presque toute la durée de séjour du matériau dans le moule. Le tableau III.9 indique en effet que ce temps de séjour est proche de 65 secondes (*temps de maintien + temps de refroidissement*).

- l'évolution de la température dans l'éprouvette injectée peut alors être déterminée en résolvant l'équation de la chaleur:

$$\frac{dT}{dt} = a_{\text{mat.}} \cdot \Delta T \quad \text{\{III.15\}}$$

où, dans ce cas, le Laplacien est réduit à $\Delta T = \frac{\partial^2 T}{\partial z^2}$, l'axe z étant orienté dans la direction de l'épaisseur de la plaque.

La résolution de l'équation de la chaleur donne une solution sous la forme de la série suivante [CAR 59]:

$$T = T_{\text{int.}} + 2 \cdot (T_{\text{mat.}} - T_{\text{int.}}) \cdot \sum_{n=0}^{n=+\infty} \frac{(-1)^n}{\pi \cdot (n + \frac{1}{2})} \exp \left[- \left(n + \frac{1}{2} \right)^2 \cdot \pi^2 \cdot \frac{a_{\text{mat.}} \cdot t}{e^2} \right] \cdot \cos \left[\left(n + \frac{1}{2} \right) \frac{\pi \cdot z}{e} \right]$$

En utilisant une solution très approchée, réduite aux six premiers termes de la série, il est alors possible de modéliser les variations de la température en fonction du temps et de la distance z au plan médian (*cf fig III.38*).

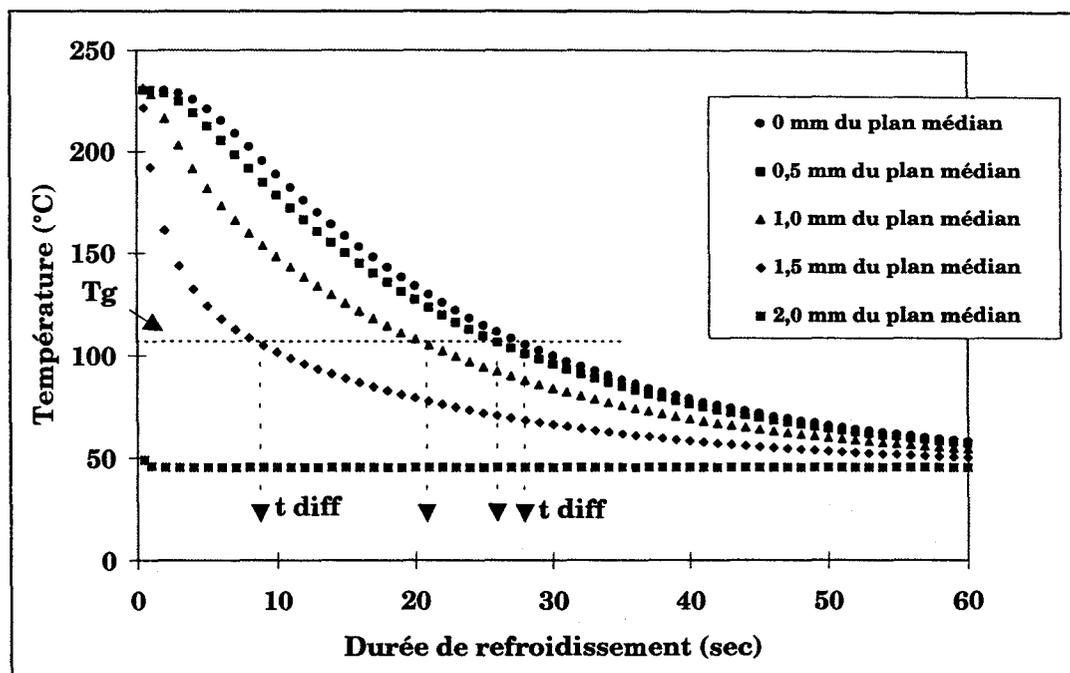


fig III.38: Modélisation des variations de température avec le temps et la distance au plan médian dans une éprouvette de 4 mm d'épaisseur en Polystyrène injecté à 230°C dans un moule à 40°C. t_{diff} correspond au temps de diffusion à la profondeur considérée.

Comme il a été vu au paragraphe III.2.4.2, le coefficient d'autodiffusion dépend de la température. Connaissant l'évolution de la température en fonction du temps et de la position considérée par rapport au plan médian, il est alors possible de déterminer l'évolution du coefficient d'autodiffusion D en fonction du temps pour une distance au plan médian fixée.

La figure III.39 représente les variations de D en fonction du temps¹³ pour différentes positions au sein de l'éprouvette.

¹³ L'instant initial correspond au moment de la rencontre des 2 fronts, confondu avec l'instant de la commutation pression d'injection-pression de maintien.

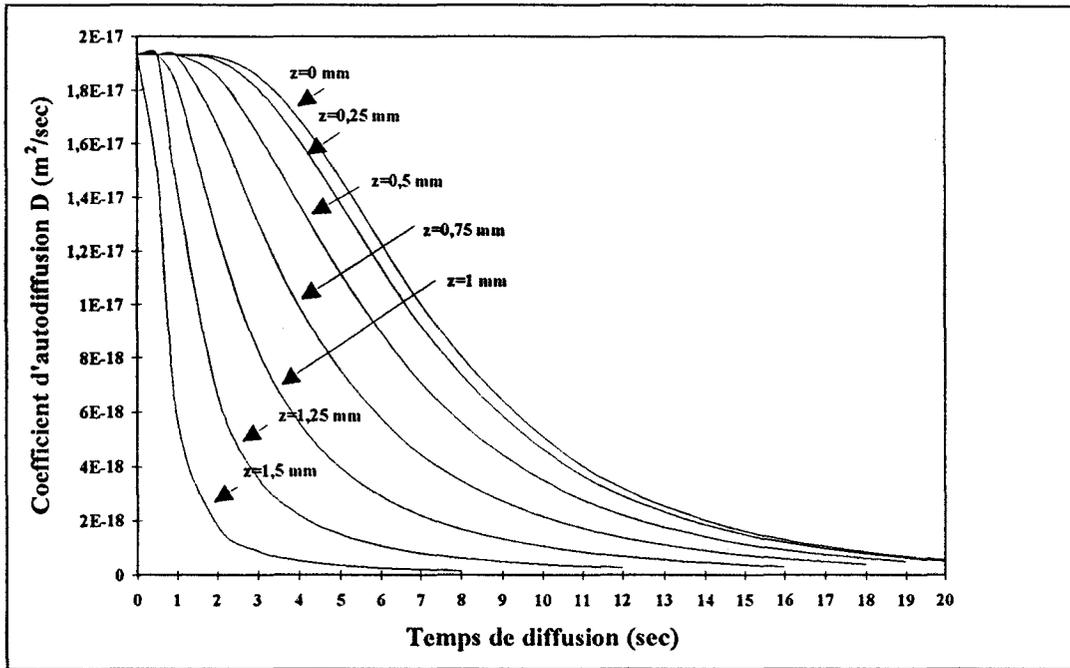


fig III.39: Evolution du coefficient d'autodiffusion D en fonction du temps et de la distance au plan médian z pour une température d'injection de 230°C .

En considérant que l'autodiffusion n'a lieu que pour une température du polymère supérieure à la température de transition vitreuse¹⁴, le développement en série précédent permet alors de déterminer le temps pendant lequel s'opère la diffusion à la distance au plan médian z (cf fig III.38). Le temps de diffusion est alors déterminé par la relation:

$$T_z(t_{\text{diff}}^z) = T_g \quad \{\text{III.16}\}$$

avec: T_z : l'évolution de la température à la distance au plan médian z
 t_{diff}^z : le temps de diffusion à la distance au plan médian z
 T_g : la température de transition vitreuse du Polystyrène.

Pour une distance au plan médian z , la distance quadratique de diffusion peut donc être calculée par l'expression:

$$\langle l^2 \rangle_z = 2 \cdot \int_0^{t_{\text{diff}}^z} D(t) dt \quad \{\text{III.17}\}$$

Les résultats obtenus en appliquant l'équation de diffusion {III.17} sont présentés ci-après pour différentes températures d'injection (fig III.40, III.41 et III.42). Sur chacune des trois figures est également représentée la valeur du rayon de giration du polymère.

¹⁴ Les résultats de l'Analyse Enthalpique Différentielle donne une température de transition vitreuse de 107°C .

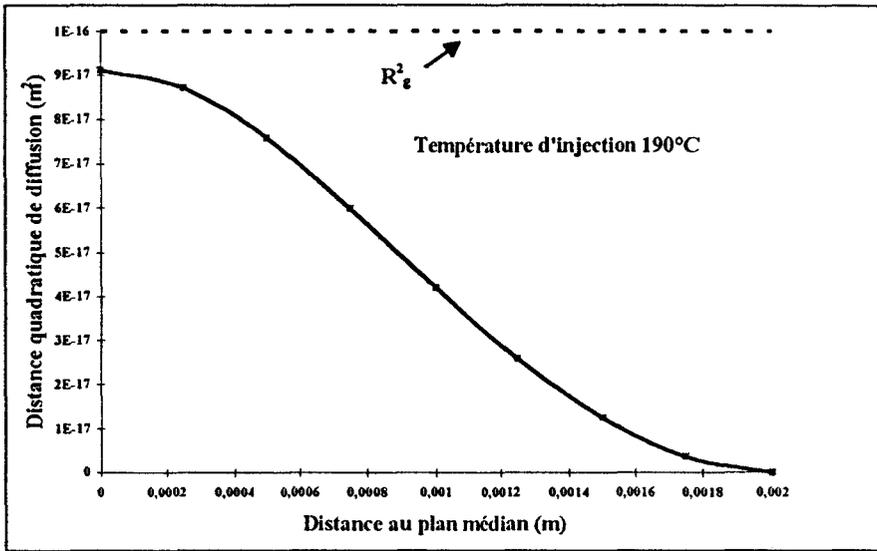


fig III.40: Distance quadratique de diffusion pour une éprouvette de Polystyrène injectée à $190^\circ C$

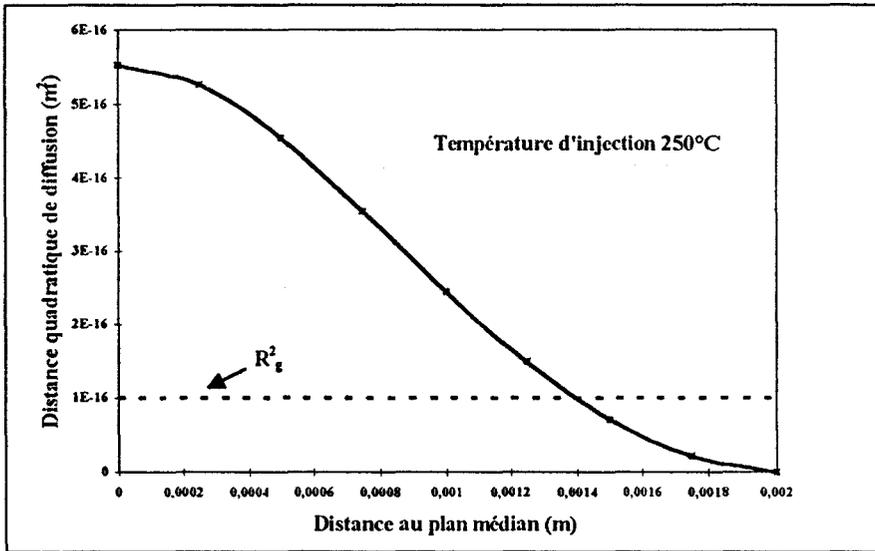


fig III.41: Distance quadratique de diffusion pour une éprouvette de Polystyrène injectée à $250^\circ C$

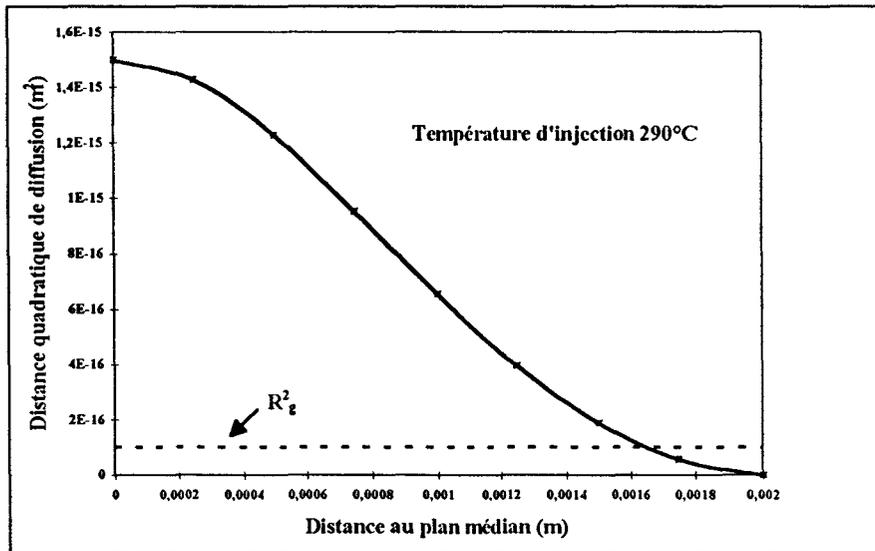


fig III.42: Distance quadratique de diffusion pour une éprouvette de Polystyrène injectée à $290^\circ C$

Les figures III.40 à III.42 montrent que la distance quadratique de diffusion estimée par les calculs augmente avec la température d'injection (*ce qui était prévisible*) et que cette distance varie considérablement en fonction de la distance au plan médian d'une éprouvette.

La comparaison des figures III.30 et III.41 indique que la frontière (*selon l'axe z*) entre les faciès lisse et rugueux de l'éprouvette injectée à 250°C correspond à l'intersection de la courbe d'évolution de la distance quadratique de diffusion avec la valeur du rayon de giration.

Compte tenu de la remarque précédente et en supposant qu'une cohésion parfaite soit révélée par un faciès de rupture de type miroir (*les macromolécules de chaque côté de l'interface se sont interpénétrées suffisamment afin d'établir un réseau enchevêtré*) il est donc possible d'en déduire que la cohésion est réalisée lorsque la distance quadratique de diffusion est supérieure ou égale au rayon de giration.

Cette conclusion rejoint les hypothèses que Pecorini [PEC 96] utilise lors de ses calculs de diffusion sur un acétate de cellulose.

Ces résultats confirment donc que la résistance d'une ligne de soudure pour laquelle la rainure est éliminée dépend étroitement du processus de diffusion moléculaire.

III.2.3.4. Discussion

Il vient d'être montré que la transition entre une ligne de soudure de type adhésive et une ligne de soudure cohésive nécessite une élévation de la température de transformation de la matière.

Cette élévation de la température d'injection permet non seulement d'accroître le temps propice à la diffusion (*temps pendant lequel la température de la matière passe de la température d'injection à la température de transition vitreuse*) mais également d'augmenter la valeur du coefficient d'autodiffusion D . Une température de transformation élevée (290°C pour le PS étudié) favorise ainsi la mobilité des chaînes macromoléculaires situées à l'interface des 2 fronts, ce qui permet aux macromolécules de se relaxer et de perdre leur orientation privilégiée au niveau de la soudure.

Cette interprétation est confirmée par l'analyse sous lumière polarisée des éprouvettes injectées selon les conditions des essais de confirmation (*cf fig III.43*) où il est intéressant de constater que la biréfringence au niveau de la ligne de soudure s'estompe à mesure que s'élève la température d'injection.

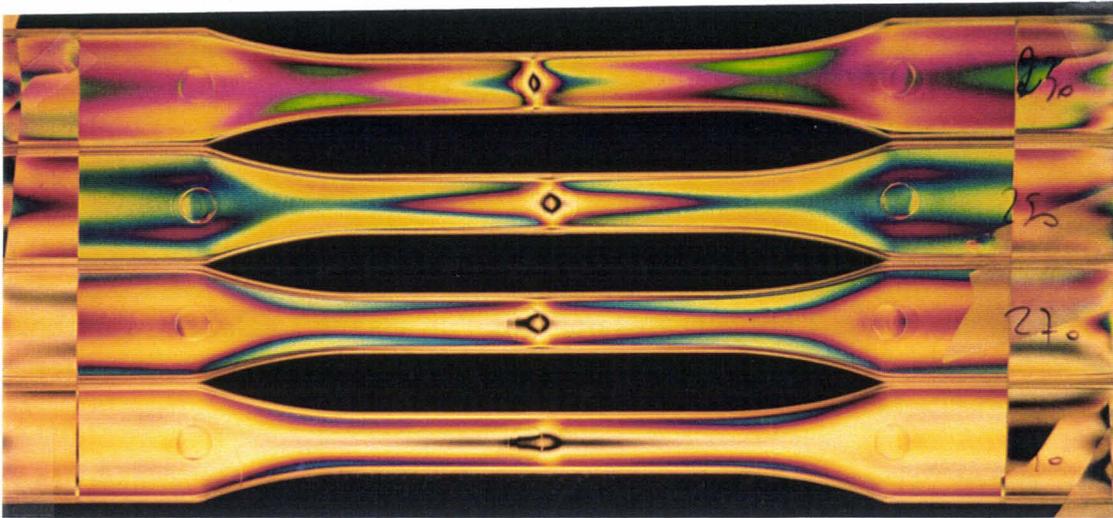


fig III.43: Observations sous lumière polarisée d'éprouvettes de Polystyrène injectées à 230, 250, 270 et 290°C avec lignes de soudure frontales.

Si la valeur du coefficient d'autodiffusion dépend de la température, elle varie également en fonction des paramètres viscoélastiques de la matière qui eux mêmes dépendent de la masse moléculaire. De Gennes [GEN 71] montre en effet que ce coefficient d'autodiffusion varie en fonction de l'inverse du carré de la masse moléculaire.

Il est donc logique de penser, du point de vue industriel, qu'une diminution de la masse moléculaire (*par changement de grade*) puisse entraîner une amélioration de la diffusion et ainsi une augmentation des caractéristiques mécaniques de la ligne de soudure.

Paradoxalement, Janicki & al. [JAN 91] et Mennig [MEN 91] constatent l'effet inverse en augmentant respectivement la masse moléculaire d'un Polystyrène et d'un PMMA.

Mennig [MEN 91] constate en effet que la résistance en traction de la ligne de soudure adjacente du PMMA est améliorée lorsque la masse moléculaire augmente, et se stabilise aux masses moléculaires élevées (*cf fig III.44*).

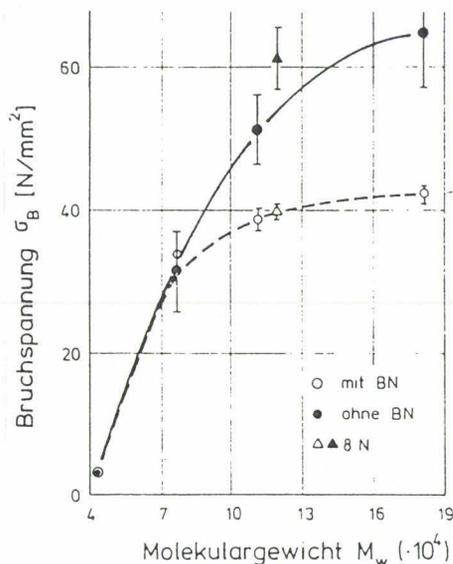


fig III.44: Evolution de la résistance en traction du PMMA en fonction de la masse moléculaire sur des éprouvettes contenant (pointillés) ou non (trait plein) une ligne de soudure [MEN 91].

Ces constatations ne sont cependant pas en total désaccord avec la théorie de De Gennes, dans la mesure où pendant le processus d'injection, une augmentation de la masse moléculaire entraîne irrémédiablement un autoéchauffement du polymère par cisaillement, qui lui, favorise la diffusion moléculaire.

Les faibles variations de résistance de la ligne de soudure du PMMA obtenus par Mennig pour des masses moléculaires croissantes résultent donc d'une concurrence entre 2 phénomènes opposés, l'un visant à ralentir la diffusion (*augmentation de la masse moléculaire*), l'autre contribuant à l'augmenter (*autoéchauffement de la matière*).

La même interprétation peut être apportée aux travaux de Janicki [JAN 91].

L'augmentation rapide de la résistance de la ligne de soudure du PMMA pour les faibles masses moléculaires ($< 7.10^4$ sur la figure III.44) est interprétée par Mennig par des masses moléculaires inférieures à la masse moléculaire critique. Les enchevêtrements sont alors considérés inexistantes et l'augmentation de la masse moléculaire dans la limite de M_c implique donc une augmentation des pontages moléculaires à l'interface des 2 fronts, et par conséquent une amélioration de la résistance à la rupture de la ligne de soudure du PMMA.

Du point de vue théorique et pratique, il est donc démontré que l'amélioration de la résistance de la ligne de soudure du Polystyrène, et des polymères amorphes en général indépendamment de l'effet d'entaille, passe irrémédiablement par une température de transformation élevée, permettant ainsi d'obtenir une cohésion totale des 2 fronts d'écoulement.

III.3.Ligne de soudure du Polycarbonate

Criens & al. [CRI 83] montrent que l'affaiblissement mécanique provoqué par la présence d'une ligne de soudure est très faible pour le Polycarbonate comparativement au Polystyrène. Le Polystyrène et le Polycarbonate sont donc des matériaux d'une même famille (*amorphes*) mais qui présentent tous deux des comportements extrêmes vis-à-vis de la ligne de soudure.

L'étude suivante, relative au Polycarbonate, permettra d'amener une explication quant aux différences de comportements observées.

III.3.1.Matériau et paramètres de transformation

Le Polycarbonate utilisé est un grade d'injection commercialisé par Bayer sous la référence Makrolon 2405.

Il est injecté (*après 4 heures de séchage en étuve à 120°C*) dans le même moule et sur la même presse que le Polystyrène de l'étude précédente, après avoir fixé les paramètres de transformation selon les spécifications du fournisseur (*température d'injection de 320°C et température du moule de 80°C*).

Contrairement au Polystyrène, une seule température de transformation est employée, suite aux investigations de Criens et Mosle [CRI 83] qui montrent que le comportement mécanique de la ligne de soudure du Polycarbonate est insensible aux variations de température de la matière.

III.3.2.Comportement mécanique

Après injection des éprouvettes, certaines d'entre elles (*sans ligne de soudure*) sont entaillées sur leurs 4 faces à la lame de rasoir ou par fraisage comme pour le Polystyrène.

Les éprouvettes sont ensuite soumises à un test de traction à la vitesse de 5 mm/min.

Les éprouvettes sans ligne de soudure voient apparaître une striction, lors du passage au seuil d'écoulement, qui se propage ensuite dans le sens longitudinal vers les mors de serrage du dynamomètre. Le test est arrêté avant rupture et démontre ainsi le caractère ductile du matériau.

Les éprouvettes contenant une ligne de soudure présentent également au passage du seuil d'écoulement une striction qui s'amorce en dehors de la zone de soudure et qui se propage aussi dans le sens longitudinal des éprouvettes. Cependant, lorsque la striction atteint la ligne de soudure (*révélée par la présence d'une rainure de surface*) la rupture se produit par ouverture et propagation lente

d'une fissure amorcée au droit de la rainure. Il s'ensuit un allongement à la rupture inférieur à celui d'une éprouvette sans ligne de soudure.

Les éprouvettes entaillées artificiellement présentent quant à elles une striction au droit de l'entaille immédiatement suivie par une rupture du matériau.

Il faut cependant remarquer (cf fig III.45) que les valeurs des modules de Young et contraintes au seuil d'écoulement sont très proches quel que soit le type d'éprouvettes considéré.

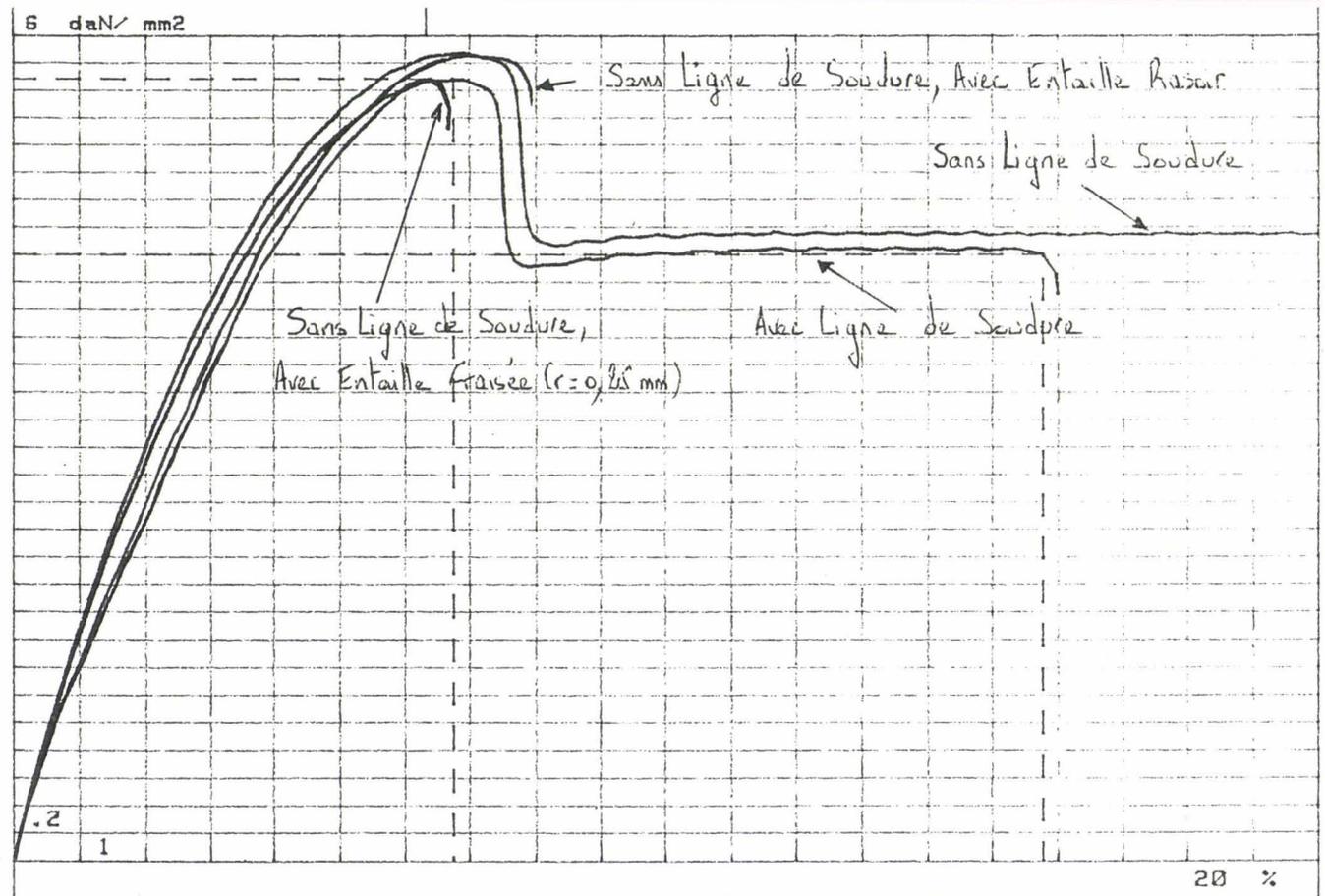


fig III.45: Lois de comportement en traction d'éprouvettes de Polycarbonate avec et sans ligne de soudure frontale et d'éprouvettes entaillées artificiellement.

L'influence peu marquée de la ligne de soudure sur le Polycarbonate est révélée par observation sous lumière polarisée d'une éprouvette contenant une ligne de soudure (cf fig III.46), où il est aisé de constater qu'il n'existe pas de biréfringence marquée au niveau de la soudure.

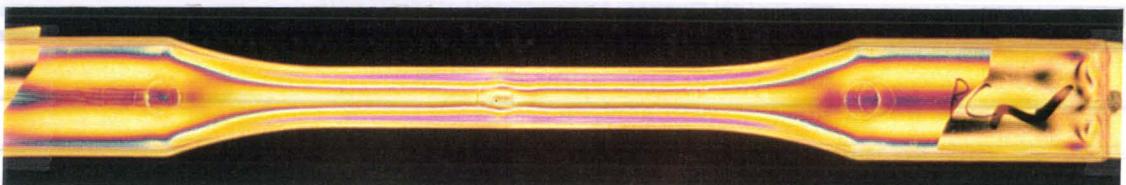


fig III.46: Observation sous lumière polarisée d'une éprouvette de Polycarbonate contenant une ligne de soudure frontale.

III.4. Discussion et conclusion

La comparaison des figures III.46 et III.43 montre que l'éprouvette de Polystyrène injectée à 290°C présente, sous lumière polarisée, une allure comparable à celle d'une éprouvette de Polycarbonate.

Criens et Mosle [CRI 83] montrent que la contrainte au seuil d'écoulement du Polycarbonate avec ligne de soudure est indépendante de la température d'injection, ce qui laisse supposer que, quelles que soient les conditions de transformation, la ligne de soudure du Polycarbonate est de type cohésive et que le processus de diffusion est plus aisé pour le Polycarbonate que pour le Polystyrène.

Dans une étude récente, Wu [WU 89] montre que le nombre d'enchevêtrements par liaison capable N_v d'un polymère amorphe est liée au rapport caractéristique de la chaîne, C_∞ , par la relation:

$$\boxed{N_v = 3 \cdot C_\infty^2} \quad \{\text{III.18}\}$$

C_∞ traduit la tortuosité des chaînes macromoléculaires. Plus les chaînes sont capables d'adopter une configuration tortueuse, plus la pelote statistique correspondante est compacte et plus C_∞ est faible.

Les valeurs extrêmes de C_∞ , calculées et vérifiées expérimentalement par Wu, correspondent aux 2 polymères étudiés ici. Elles sont de 10,8 et 2,4 respectivement pour le Polystyrène et le Polycarbonate. Ceci sous-entend, d'après la relation {III.18}, que le Polystyrène est moins enchevêtré que le Polycarbonate.

Il est donc logique de penser que le Polycarbonate est moins sensible à des variations de température d'injection que le Polystyrène du fait de son faible temps de relaxation (*inférieur à celui du Polystyrène [TOM 93]*). Celui-ci lui permet d'atteindre plus rapidement un état d'équilibre dynamique correspondant à sa forte densité d'enchevêtrements.

De plus, la forte densité d'enchevêtrements du Polycarbonate permet de penser qu'au fond de la rainure de la ligne de soudure (*où prend place une concentration des contraintes*) il se développe facilement une zone plastique qui s'oppose à une ruine prématurée du matériau.

La faible densité d'enchevêtrements du Polystyrène empêche quant à elle le développement de cette zone plastique, ce qui entraîne une rupture fragile du matériau couplée à un affaiblissement mécanique causé par la concentration des contraintes en fond d'entaille.

En conclusion, l'étude des propriétés mécaniques de la ligne de soudure montre que des différences de comportement existent entre différents matériaux d'une même famille (*amorphe*).

Deux comportements extrêmes sont obtenus pour le Polystyrène (*très sensible à la ligne de soudure*) et le Polycarbonate (*peu sensible à la ligne de soudure*) et correspondent avec les deux valeurs extrêmes de densités d'enchevêtrements calculées et vérifiées par Wu [WU 89] pour de nombreux polymères amorphes.

Dans la limite des expériences réalisées, il apparaît alors que les polymères à forte densité d'enchevêtrements (*ductiles*) sont insensibles à la présence de la ligne de soudure, car ils permettent d'une part, d'atteindre rapidement à la jonction des flux l'état d'équilibre

dynamique du matériau et d'autre part, de développer en tête de fissure une zone plastique qui s'oppose à la rupture.

Les polymères amorphes à faible densité d'enchevêtrements (*fragiles*) atteignent leur état d'équilibre dynamique à la ligne de soudure après un temps de diffusion élevé qui nécessite des températures d'injection élevées. Leur faible densité d'enchevêtrements ne permet pas cependant le développement d'une zone plastique en fond de rainure ce qui entraîne irrémédiablement un affaiblissement du matériau.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE III

- [AGA 86] J.F. AGASSANT, P. AVENAS, J.P. SERGENT, *La mise en forme des matières plastiques*, Ed Lavoisier, p100, 1986.
- [BER 61] JP BERRY, *Jnl. Polym. Sci.*, **50**, p107, 1961.
- [BOU 52] R.H. BOUNDY, R.F. ROGER, *Styrene : Its polymers, copolymers and derivatives*, Reinhold Press, New York, 1952.
- [BUE 54] F. BUECHE, *Jnl. Chem. Phys.*, **22**, p1570, 1954.
- [BUE 62] F. BUECHE, *Physical Properties of Polymers Interscience*, New York, 1962.
- [CAR 59] H.S. CARSLAW, J.C. JAEQUER, *Conduction of heat in solids*, Oxford University Press, 1959.
- [CRI 83] R.M. CRIENS, H.G. MOSLE, *Polym. Eng. Sci.*, **23**, 10, p591, 1983.
- [DOI 78] M. DOI, S.F. EDWARDS, *Jnl. Chem. Soc. Faraday Trans.2*, **74**, p1789, 1978
- [DOI 78] M. DOI, S.F. EDWARDS, *Jnl. Chem. Soc. Faraday Trans.2*, **74**, p1802, 1978
- [DOI 78] M. DOI, S.F. EDWARDS, *Jnl. Chem. Soc. Faraday Trans.2*, **74**, p1818, 1978
- [EDW 67] S.F. EDWARDS, *Proc. Phys. Soc.*, **92**, 9, London 1967.
- [FER 80] J.D. FERRY, *Viscoelastic Properties of Polymers, Ch.2*, John Wiley & sons, 1980
- [FERR 80] J.D. FERRY, *Viscoelastic Properties of Polymers*, John Wiley & sons, p254, 1980
- [GEN 71] P.G. de GENNES, *Jnl. Chem. Phys.*, **55**, 2, p572, 1971.
- [GRA 80] W.W. GRAESSLEY, *Jnl. Polym. Sci.*, **18**, 27, 1980.
- [HAG 73] E.M. HAGERMAN, *Plast. Eng.*, **67**, 1973.
- [JAN 91] S.L. JANICKI, R.B. PETERS, *ANTEC'91*, p391, 1991

- [JUD 81] K.JUD, H.H. KAUSCH, J.G. WILLIAMS, *Jnl. Mater. Sci.*, **16**, p204, **1981**.
- [KAM 64] R.P. KAMBOUR, *Jnl. Polym. Sci., Part A*, **2**, p4159, **1964**.
- [KAM 73] R.P. KAMBOUR, *Jnl. Polym. Sci., Macromolecular review*, **7**, 1, **1973**.
- [KIM 83] Y.H. KIM, R.P. WOOL, *Macromolecules*, **16**, p1115, **1983**.
- [KIM 86] S.G. KIM, N.P. SUH, *Polym. Eng. Sci.*, **26**, 17, **1986**
- [KIN 83] A.J. KINLOCH & R.J. YOUNG: *Fracture behavior of polymers*, *Applied Science Publishers Ltd*, **1983**
- [MAL 81] S.C. MALGUARNERA, A. MANISALI, *Polym. Eng. Sci.* , **21**, 10, p586, **1981**.
- [MEN 72] G. MENGES, C. WUBKEN, IKV Communication, **1972**.
- [MEN 91] G. MENNIG, *Die Angewandte Makromolekulare Chemie*, **185/186**, p179, **1991**
- [MUR 69] J. MURRAY, D. HULL, *Polymer*, **10**, p451, **1969**.
- [NAD 93] V.M. NADKARNI, S.R. AYODHYA, *Polym. Eng. Sci.*, **33**, 6, p358, **1993**.
- [PEC 96] J. PECORINI, K.S. SEO, *Plast. Eng, June 96*, p31, **1996**.
- [PIC 88] S. PICCAROLO, M. SAIU, *Plast. Rubb. Process. Applic.* **10**, 1, **1988**
- [PIC 91] S. PICCAROLO, M. SAIU, *Plast. Rubb. Process Applied*, **16**, 2, p87, **1991**.
- [RAH 91] R. RAHMANI, B. FISA, *Antec'91*, p396, **1991**.
- [ROU 53] P.E. ROUSE, *Jnl. Chem. Phys.*, **21**, p1272, **1953**.
- [TAN 94] J. P. TANCREZ, Thèse de Doctorat, Lille, **1994**
- [TOM 90] K. TOMARI, S. TONOGAI, HARADA, *Polym. Eng. Sci.*, **30**, 15, p931, **1990**.
- [TOM 93] K. TOMARI, T. HARADA, Z. MAEKAWA, H. HAMADA, M. IWAMOTO and A. UKAI, *Polym. Eng. Sci.*, **33**, 15, **1993**
- [VAN 76] D.W. VAN KREVELEN, *Properties of Polymers*, Elsevier, p338, **1976**.

[VIG 88] M. VIGIER, *Pratique des plans d'expériences*, Les Editions d'Organisation, **1988**

[YOK 91] H. YOKOI, Y. MURATA, *ANTEC'91*, p367, **1991**

[WU 87] S.WU, *Jnl. Polym. Sci., Part B*, **25**, p557, **1987**

[WU 89] S.WU, *Jnl. Polym. Sci., Part B*, **27**, p723, **1989**

CHAPITRE IV

LIGNES DE SOUDURE DES POLYMERES SEMI-CRISTALLINS

CHAPITRE IV

LIGNES DE SOUDURE DES POLYMERES SEMI-CRISTALLINS

IV.1. Matériau et conditions de transformation	IV.3
IV.2. Comportement mécanique	IV.4
IV.2.1. Lois de comportement	4
IV.2.1.1. Eprouvettes avec ligne de soudure.....	5
IV.2.1.2. Eprouvettes sans ligne de soudure	6
IV.2.1.3. Conclusion.....	6
IV.2.2. Influence des paramètres d'injection sur les caractéristiques mécaniques	6
IV.2.3. Influence de la vitesse de sollicitation.....	8
IV.2.3.1. Comportement en traction.....	8
IV.2.3.2. Comportement au choc Charpy	8
IV.2.3.3. Conclusion.....	9
IV.3. Analyse microstructurale	IV.10
IV.3.1. Orientations moléculaires	10
IV.3.2. Cristallinité	12
IV.3.3. Analyses microscopiques.....	14
IV.3.4. Conclusion	16
IV.4. Conclusion	IV.16
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE IV	IV.18

IV. LIGNES DE SOUDURE DES POLYMERES SEMI-CRISTALLINS

Ce chapitre relatif aux polymères semi-cristallins (*en l'occurrence le Polypropylène*) a pour but de vérifier l'influence des différents paramètres déjà observée lors de l'étude des polymères amorphes du chapitre précédent. L'effet de la température de transformation est donc étudié, ainsi que celui de la température de l'outillage afin de mettre en évidence d'éventuelles différences de comportement liées à la cristallinité du matériau.

IV.1. Matériau et conditions de transformation

Pour cette étude, le choix du polymère semi-cristallin s'est porté sur un Polypropylène commercialisé par APPRYL sous la référence 3030 MN1.

Ce matériau est transformé par l'intermédiaire de la presse à injecter Billion H280/90 équipée du moule grappe d'éprouvettes (*cf Chapitre II*). Cet outillage permet alors de réaliser des éprouvettes avec ou sans ligne de soudure frontale.

Dans le chapitre précédent, l'asservissement de la pression de maintien en Boucle Fermée Polymère met en évidence une réduction non négligeable de l'imprécision expérimentale rencontrée lors des tests mécaniques. Ce mode de pilotage (*BFP*), plus avantageux sur le plan de la reproductibilité, est donc utilisé tout au long de ce chapitre pour la transformation du Polypropylène.

Le tableau IV.1 présente les paramètres de transformation adoptés, qu'ils soient fixés ou variables.

Température du moule (°C)	30			60		
Température d'injection (°C)	220	240	260	220	240	260

Asservissement de la phase de maintien	Boucle Fermée Polymère
Dosage (mm)	55
Vitesse d'injection (mm/sec)	20
Temps de maintien (sec)	20
Temps de solidification (sec)	40
Vitesse de rotation de la vis (tr/min)	100
Contre-pression (bar)	2

tableau IV.1: Paramètres de transformation adoptés.

Quelles que soient les conditions d'injection, l'observation en lumière rasante de la surface des éprouvettes met en évidence, au niveau de la ligne de soudure, une zone de 2 mm de large environ qui diffuse la lumière. Une rainure très faiblement visible apparaît également au centre de cette zone. Aucune surépaisseur n'est observée contrairement à ce que rapportent certains auteurs [PIC 87, PIC 89].

Avant tout test mécanique, les éprouvettes sont conditionnées au moins un mois à 23°C et 50% H.R..

IV.2. Comportement mécanique

Compte tenu des taux d'allongement élevés du Polypropylène à température ambiante, le dynamomètre Instron 1185 est utilisé sans extensomètre. L'étude concernant l'influence des paramètres d'injection sur les caractéristiques mécaniques est réalisée à la vitesse de déplacement de la traverse de 50 mm/min.

Des essais complémentaires sont également réalisés aux vitesses de déplacement de 100, 500 et 1000 mm/min.

Des essais de choc Charpy, à haute vitesse de sollicitation, sont également effectués après découpe de la partie centrale d'éprouvettes ISO 1 (60 mm x 10 mm x 4 mm). La distance entre appuis est fixée à 40 mm, le marteau de 15 J est employé, et 8 éprouvettes de chaque matériau étudié sont soumises à l'essai.

IV.2.1. Lois de comportement

La figure IV.1 présente les lois de comportement obtenues lors des tests de traction (*vitesse de déplacement 50 mm/min*) pour des éprouvettes avec et sans ligne de soudure. Ces lois de comportement sont identiques quelles que soient les conditions d'injection.

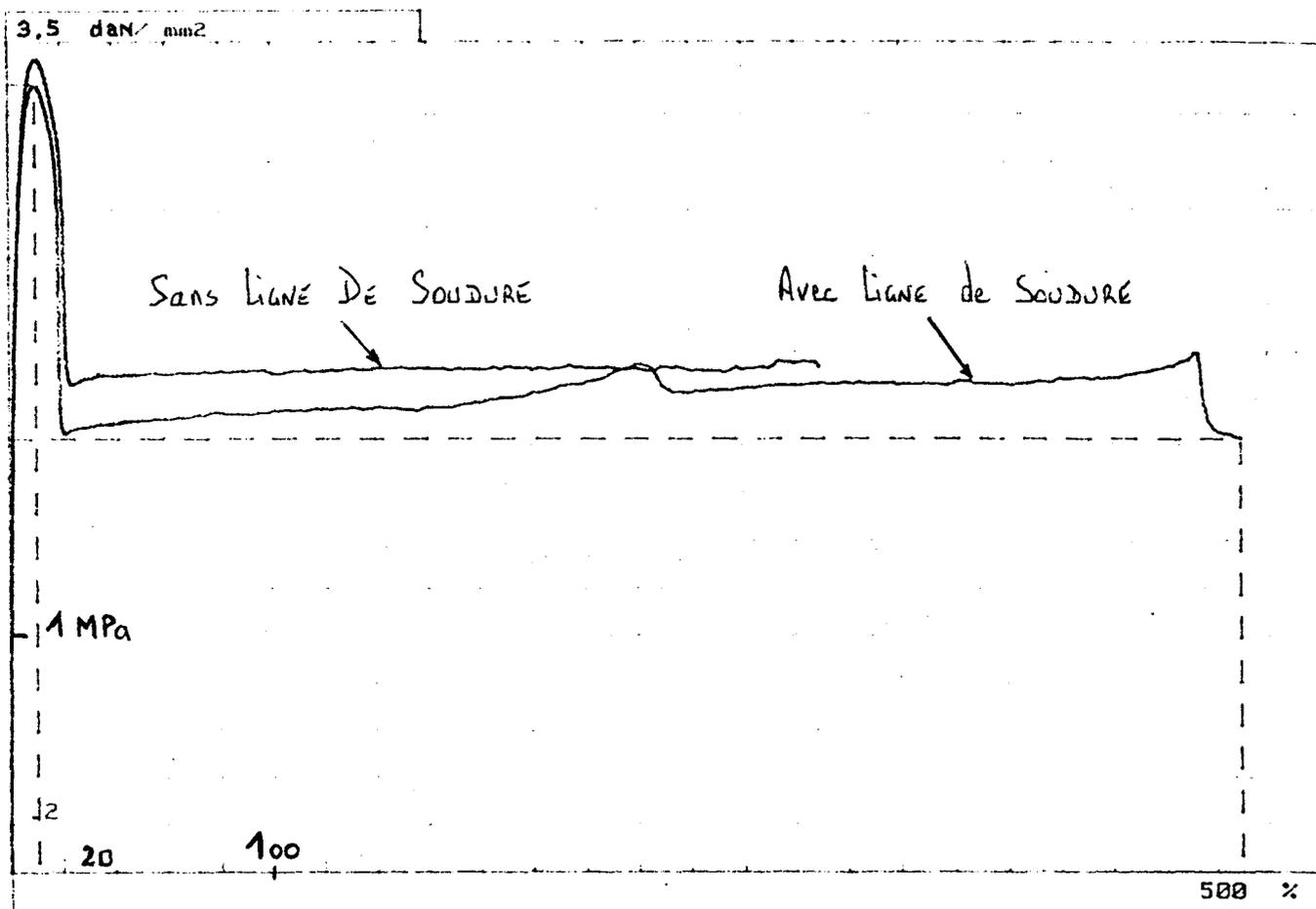


fig IV.1: Lois de comportement en traction d'éprouvettes de Polypropylène avec et sans ligne de soudure frontale.

IV.2.1.1.Éprouvettes avec ligne de soudure

Lors des tests mécaniques, les éprouvettes présentent une striction au droit de la ligne de soudure. Cette striction se propage ensuite de manière symétrique vers les mors du dynamomètre.

Quelles que soient les conditions d'injection, les tests sont arrêtés, pour cause de butée machine, sans qu'aucune éprouvette n'atteigne la rupture. L'allongement est alors supérieur à 450%.

L'observation des éprouvettes après les tests, montre que celles-ci possèdent en surface 2 zones distinctes qui encadrent la ligne de soudure. Cette dernière, matérialisée par une rainure, est en effet centrée sur une zone dont l'aspect de surface est lisse ($\approx 60\text{ mm}$), et qui se prolonge de part et d'autre de la ligne de soudure par une zone où apparaissent en surface des pelages de polymère (cf fig IV. 2).

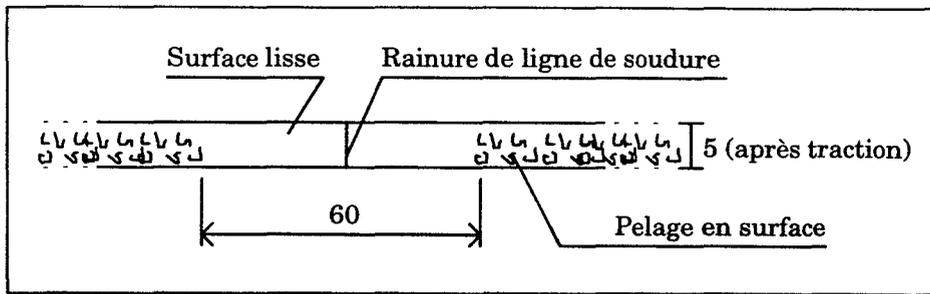


fig IV.2: Aspect de surface d'une éprouvette de Polypropylène avec ligne de soudure frontale après un test de traction.

IV.2.1.2.Éprouvettes sans ligne de soudure

Les éprouvettes sans ligne de soudure présentent, quant à elles, une striction qui s'amorce à un emplacement aléatoire du corps de l'éprouvette et qui se propage ensuite de manière symétrique vers les mors du dynamomètre.

Quelles que soient les conditions d'injection, la rupture est obtenue pour un allongement proche de 200% (cf fig IV.1) après apparition de couches pelées de polymère sur toute la surface de l'éprouvette.

IV.2.1.3.Conclusion

L'observation des éprouvettes pendant et après les tests de traction montre des différences de comportement entre les matériaux soudés ou non.

Il faut également remarquer que les taux d'allongement admissibles sont très élevés pour les éprouvettes possédant une ligne de soudure (>450%) alors que les éprouvettes injectées par un seul seuil ont un allongement à la rupture proche de 200%. Ces résultats contredisent d'ailleurs ceux obtenus par Nadkarni & al. [NAD 93].

Les valeurs des modules de Young sont quant à elles identiques qu'il y ait ou non ligne de soudure. En revanche, les contraintes au seuil d'écoulement sont légèrement inférieures pour les éprouvettes dotées d'une ligne de soudure. L'affaiblissement est néanmoins faible puisque le facteur de ligne de soudure de contrainte au seuil d'écoulement est proche de 0,90 quelles que soient les éprouvettes considérées.

IV.2.2.Influence des paramètres d'injection sur les caractéristiques mécaniques

Les figures IV.3 et IV.4 montrent respectivement l'influence des paramètres de transformation sur les contraintes au seuil d'écoulement et modules de Young d'éprouvettes contenant une ligne de soudure.

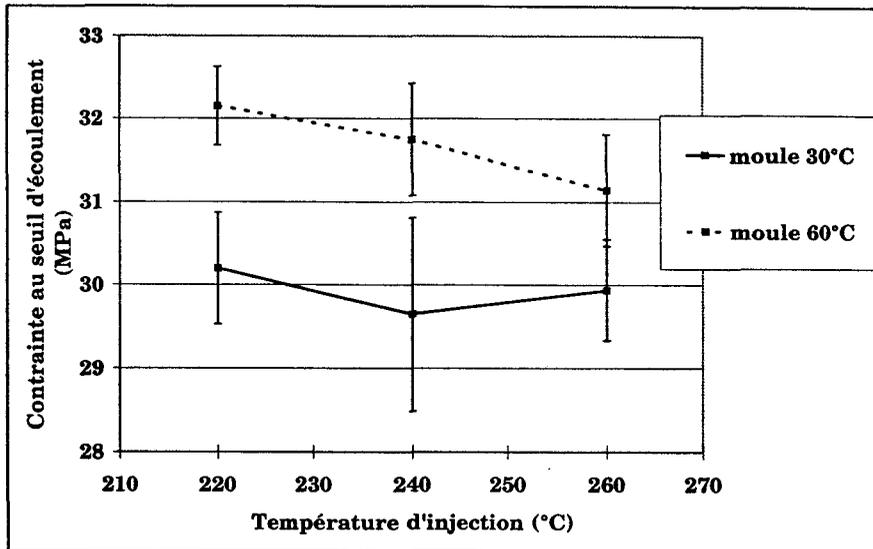


fig IV.3: Evolution de la contrainte au seuil d'écoulement des lignes de soudure frontales du Polypropylène en fonction des températures d'injection et du moule.

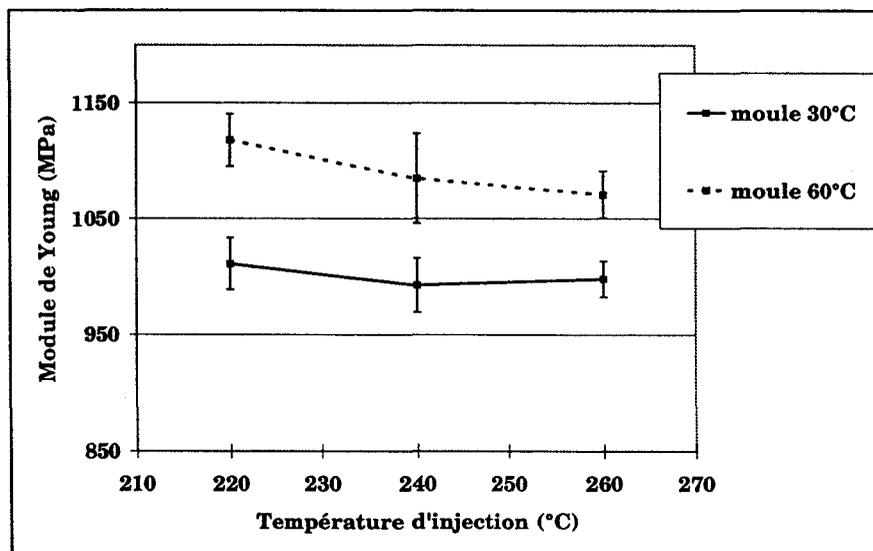


fig IV.4: Evolution du module de Young des lignes de soudure frontales du Polypropylène en fonction des températures d'injection et du moule.

Chacune de ces figures met clairement en évidence que la température d'injection a un effet peu significatif sur la contrainte au seuil d'écoulement et le module de Young. Ces résultats contredisent d'ailleurs ceux de Malguarnera [MAL 82] qui montre qu'une augmentation de la température de transformation améliore la contrainte au seuil d'écoulement de la ligne de soudure frontale du Polypropylène (cf fig I.34).

En revanche, les caractéristiques mécaniques sont beaucoup plus tributaires de la température du moule. Une température d'outillage élevée entraîne en effet une amélioration des contraintes au seuil d'écoulement et

module de Young. Ces résultats corroborent quant à eux ceux de Malguarnera [MAL 82] (cf fig I.35) et Wenig & al. [WEN 90].

IV.2.3. Influence de la vitesse de sollicitation

IV.2.3.1. Comportement en traction

La figure IV.1 montre que les différences essentielles de comportement proviennent des écarts d'allongement obtenus entre des éprouvettes contenant ou non des lignes de soudure. Le comportement du polymère étant très largement influencé par la vitesse de sollicitation, il est intéressant d'étudier l'influence de celle-ci sur les caractéristiques mécaniques du matériau (*avec et sans ligne de soudure*).

Les facteurs de ligne de soudure sur la contrainte au seuil d'écoulement et le module de Young sont identiques (*respectivement 0,90 et 1*) et sont donc indépendants de la vitesse de sollicitation. En revanche, l'allongement à la rupture diminue considérablement pour les 2 types d'éprouvettes comme le montre le tableau IV.2.

Vitesse de sollicitation (mm/min)	Allongement à la rupture avec ligne de soudure	Allongement à la rupture sans ligne de soudure
50	> 450%	200%
100	120%	32%
500	38%	20%
1000	13%	11%

tableau IV.2: Evolution des taux d'allongement à la rupture en fonction de la vitesse de sollicitation.

Les éprouvettes possédant une ligne de soudure présentent, pour des vitesses supérieures ou égales à 100 mm/min, une rupture à la ligne de soudure. Il faut également remarquer que l'écart entre les allongements à la rupture des éprouvettes soudées et celles non soudées se réduit à mesure que la vitesse de sollicitation augmente. Ils sont presque identiques pour une vitesse de sollicitation de 1000 mm/min.

IV.2.3.2. Comportement au choc Charpy

Contrairement aux tests de traction, les essais de choc-flexion à grande vitesse de sollicitation mettent en évidence un affaiblissement dû à la ligne de soudure.

Les éprouvettes sans ligne de soudure ne présentent en effet aucune rupture, alors que quelles que soient les conditions d'injection, la présence d'une ligne de soudure entraîne une rupture fragile du matériau au droit de la soudure, accompagnée de faibles valeurs de résilience.

La figure IV.5 présente les résultats obtenus sur des éprouvettes possédant une ligne de soudure, ainsi que ceux relatifs à des éprouvettes sans ligne de soudure mais entaillées sur leurs 4 faces à l'aide d'une lame de rasoir.

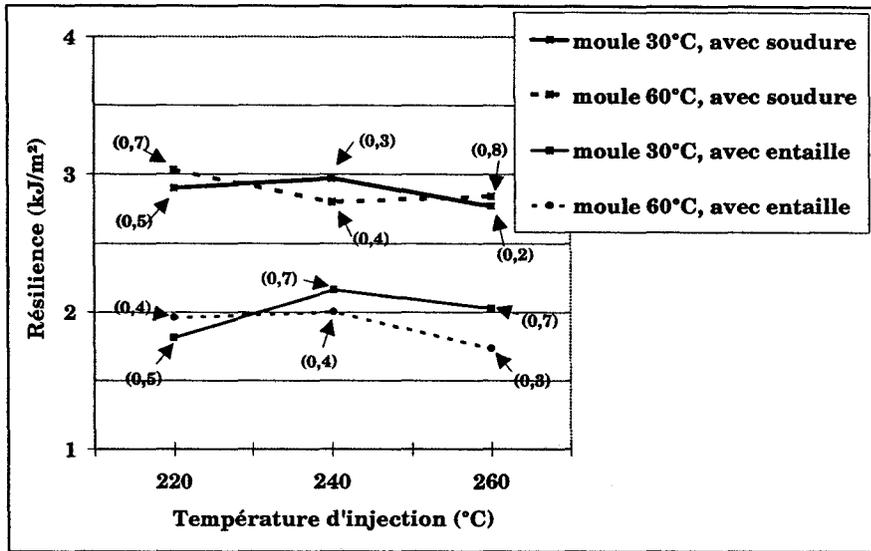


fig IV.5: Evolution des résistances au choc d'éprouvettes avec ligne de soudure et d'éprouvettes entaillées en fonction des paramètres d'injection. Ecart-types entre parenthèses.

La figure IV.5 montre que le comportement au choc de la ligne de soudure frontale du Polypropylène est indépendante des conditions de moulage, et qu'il se rapproche de celui d'éprouvettes entaillées artificiellement.

IV.2.3.3. Conclusion

Les essais mécaniques précédents démontrent que l'incidence sur les propriétés mécaniques des lignes de soudure frontales du Polypropylène dépend d'une part, du champ de contraintes appliqué au matériau, et d'autre part, de la vitesse de sollicitation.

En traction, l'augmentation de la vitesse de sollicitation sur une éprouvette contenant une ligne de soudure réduit considérablement l'allongement à la rupture jusqu'à une valeur proche de celle d'une éprouvette non soudée.

Les caractéristiques de traction des lignes de soudure du Polypropylène sont également améliorées par une température du moule élevée. Cependant, les affaiblissements de la contrainte au seuil d'écoulement et du module de Young sont faibles.

En revanche, les essais de choc-flexion ne mettent plus en évidence une quelconque influence des paramètres d'injection et révèlent également un affaiblissement considérable du matériau lorsqu'une ligne de soudure est présente.

L'analyse microstructurale des matériaux permet d'expliquer les différents phénomènes observés.

IV.3. Analyse microstructurale

IV.3.1. Orientations moléculaires

Comme il est souligné plus haut, les éprouvettes contenant une ligne de soudure et testées en traction à la vitesse de 50 mm/min présentent en surface 2 zones distinctes: 1 zone où la surface est lisse (*au voisinage de la ligne de soudure*) et 1 zone hors ligne de soudure qui présente un pelage de peau.

Ce pelage de peau, directement lié à une rupture de chaînes macromoléculaires ayant atteint leur taux d'allongement maximum, laisse penser, par comparaison, que les macromolécules de la zone de soudure n'ont pas encore atteint, à la fin du test, ce taux d'allongement limite.

Cette remarque sous-entend alors que les éprouvettes injectées avec ligne de soudure frontale présentent un gradient d'orientation en peau dans la direction de l'écoulement (*direction confondue avec l'axe de la sollicitation*).

Il est en effet bien connu, que les couches de peau d'une pièce injectée sont constituées de macromolécules principalement orientées dans le sens de l'écoulement. Ceci provient d'une part, de l'écoulement fontaine et d'autre part, de l'écoulement de cisaillement existant sous les couches de matière solidifiée en amont du front d'écoulement. Il est d'ailleurs démontré par certains auteurs [LEU 73, LOV 77] que ce cisaillement induit la formation de sphérolites de Polypropylène de type β (*structure hexagonale*). Trotignon & al. [TRO 82] et Wenig & al. [WEN 96] constatent, quant à eux, que la cristallinité de type β s'atténue à la ligne de soudure du Polypropylène, montrant ainsi une disparition de l'écoulement de cisaillement.

Afin de mettre en évidence cette disparition de l'écoulement de cisaillement, et par conséquent l'existence d'un gradient d'orientation en peau, une analyse par dichroïsme infrarouge est menée après avoir prélevé des coupes microtomées dans la couche de peau de 5 éprouvettes. Les prélèvements sont effectués, en dehors et au niveau de la ligne de soudure (*cf fig IV.6*), à une profondeur proche de 5% de l'épaisseur.

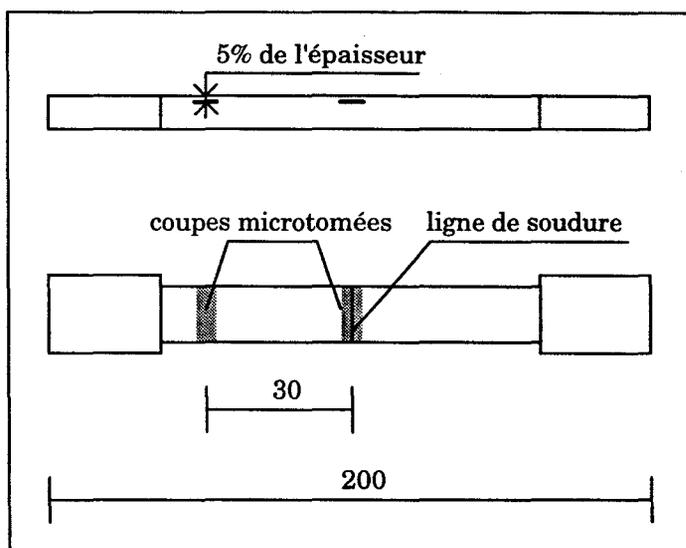


fig IV.6: Emplacement des prélèvements des coupes microtomées pour analyse infrarouge. La coupe centrale correspond à la zone de soudure.

Lafranche [LAF 96] montre en effet qu'une pièce injectée en Polypropylène présente une valeur maximale du second moment de la fonction d'orientation en peau pour une profondeur proche de 5% de l'épaisseur et minimale à coeur (cf fig IV.7, zone 1).

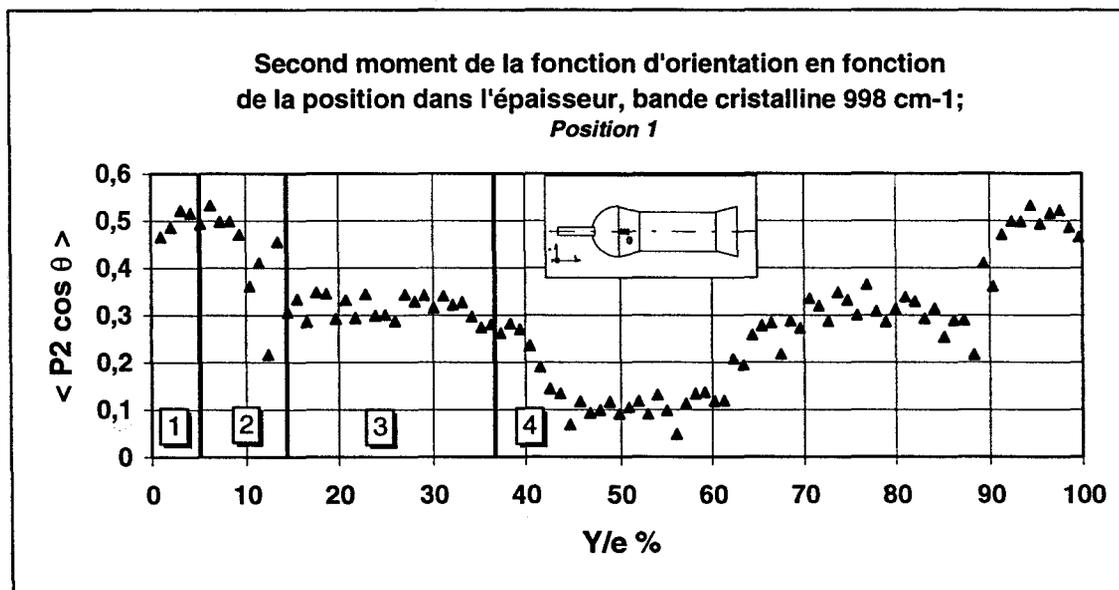


fig IV.7: Second moment de la fonction d'orientation en fonction de la position dans l'épaisseur de coupes microtomées de Polypropylène. [LAF 96].

Les valeurs du second moment de la fonction d'orientation ($\langle P_2 \cos \theta \rangle$) obtenues en dehors et au droit de la ligne de soudure sont présentées dans le tableau IV.3.

	Hors ligne de soudure	A la ligne de soudure
$\langle P2 \cos \theta \rangle$	0,387 (0,015)	0,013 (3,19.10 ⁻²)

tableau IV.3: Second moment de la fonction d'orientation en peau en dehors et au niveau de la ligne de soudure frontale du Polypropylène. Ecart-types entre parenthèses.

En comparant les résultats de ce tableau avec ceux de la figure IV.7, il est facile de constater d'une part, que l'orientation en peau en dehors de la soudure est marquée dans le sens de l'écoulement et d'autre part, qu'au niveau de la soudure les macromolécules ne présentent plus d'orientation privilégiée en peau.

Il faut donc en conclure que la présence d'une ligne de soudure frontale entraîne un gradient d'orientation moléculaire en peau, et que cette orientation est moins marquée dans le sens de l'écoulement à la ligne de soudure qu'ailleurs dans le pièce.

La direction de sollicitation étant confondue avec le sens de l'écoulement, il est alors logique de constater, pendant les tests de traction, que la striction s'amorce au droit de la soudure et que les valeurs des contraintes au seuil d'écoulement sont inférieures pour des éprouvettes possédant une ligne de soudure. Les phénomènes de pelage en peau et de surface lisse observés respectivement en dehors et au niveau de la ligne de soudure après les tests de traction trouvent également leur origine dans ce gradient d'orientation: Les macromolécules qui atteignent leur taux d'allongement limite sont celles dont l'orientation initiale est préférentiellement marquée dans le sens de la sollicitation, c'est à dire celles en dehors de la zone de soudure.

IV.3.2.Cristallinité

Les tests mécaniques ne mettent pas en évidence de différences de comportement liés à la température d'injection, ce qui contredit les observations de Malguarnera [MAL 82] qui constate une augmentation de la contrainte au seuil d'écoulement de la ligne de soudure frontale du Polypropylène pour des températures de transformation croissantes. Il faut cependant remarquer que les températures d'injection auxquelles l'auteur injecte le polymère (170°C à 230°C) sont inférieures à celles utilisées dans cette étude (220°C à 260°C). Il est donc légitime de penser que les températures de transformation employées ici permettent, comme dans le cas des polymères amorphes du chapitre III, une cohésion moléculaire et non une simple adhésion entre les 2 fronts de rencontre.

Par contre, les figures IV.3 et IV.4 montrent que la température de l'outillage influence les propriétés mécaniques du matériau. Il est bien connu que les caractéristiques mécaniques d'un matériau semi-cristallin dépendent du taux de cristallinité du matériau. C'est la raison pour laquelle une étude de cristallinité est effectuée pour chacune des séries d'éprouvettes injectées.

Pour chaque condition de transformation, des échantillons (10 mm x 10 mm x 4 mm) sont prélevés sur 3 éprouvettes d'une même série comme représenté

à la figure IV.8. 3 zones de prélèvement sont choisies, une contenant la ligne de soudure et deux en dehors de celle-ci.

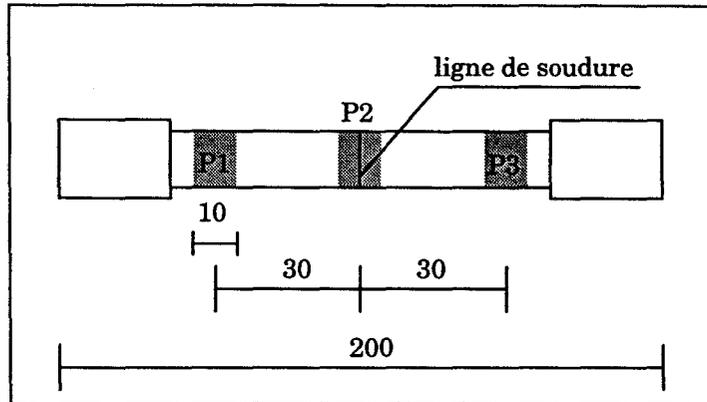


fig IV.8: Positions des prélèvements.

Le taux global de cristallinité en masse (X_{cr}) est déterminé pour chaque échantillon, après double pesée dans l'air et l'éthanol, d'après la relation:

$$X_{cr}(\%) = \frac{\rho_{cr}}{\rho_{ech.}} \left(\frac{\rho_{ech.} - \rho_{am}}{\rho_{cr} - \rho_{am}} \right) \times 100 \quad \text{(IV.1)}$$

avec: ρ_{cr} : la densité de la phase cristalline ($0,946 \text{ g/cm}^3$)
 ρ_{am} : la densité de la phase amorphe ($0,853 \text{ g/cm}^3$)
 $\rho_{ech.}$: la densité du matériau.

La figure IV.9 présente les résultats obtenus en fonction des différentes positions de prélèvements et des paramètres de transformation.

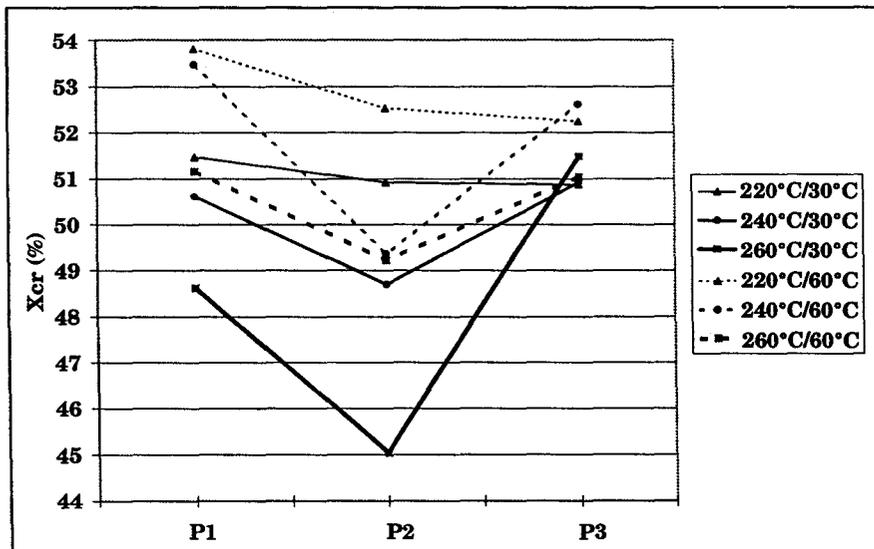


fig IV.9: Taux de cristallinité en masse en fonction des positions de prélèvements et des paramètres de transformation. Légende: température d'injection / température du moule.

Les graphes de la figure IV.9 montrent clairement, pour des conditions d'injection fixées, que le taux de cristallinité est plus faible à la ligne de soudure que dans le reste de l'éprouvette. Ceci s'explique également par l'absence de cisaillement dans cette zone pendant la transformation du polymère visqueux. En effet, dans les zones hors ligne de soudure, les macromolécules soumises à l'écoulement de cisaillement sont orientées dans le sens de l'écoulement et possèdent en quelque sorte un "ordre" propice à tout arrangement moléculaire.

Il faut également remarquer, pour une température d'outillage fixée, que toute augmentation de la température d'injection entraîne une diminution du taux de cristallinité du matériau. Ceci s'explique par une augmentation de la vitesse de refroidissement qui contribue à diminuer le taux de cristallinité.

De plus, pour une température d'injection fixée, une augmentation de la température du moule entraîne une augmentation du taux de cristallinité, ce qui permettrait d'expliquer les différences de caractéristiques mécaniques obtenues pour les 2 températures d'outillage. Cependant, il faut aussi noter, au niveau de la ligne de soudure, que les matériaux injectés selon les conditions 260°C/60°C et 240°C/60°C ont des taux de cristallinité très proches ou supérieurs à ceux d'éprouvettes injectées respectivement selon les conditions 240°C/30°C et 220°C/30°C. Ceci prouve finalement que le taux de cristallinité n'est pas seul responsable des différences de propriétés mécaniques relatives aux températures de moule différentes.

IV.3.3. Analyses microscopiques

Les résultats des tests de traction sont influencés par la température de l'outillage. Les observations microscopiques comparent donc des matériaux moulés avec des températures de moule différentes.

Des échantillons de 20 μm d'épaisseur sont prélevés à l'aide d'un microtome dans le sens longitudinal des éprouvettes comme le montre la figure IV.10.

Les observations microscopiques sous nicols croisés ne mettent pas en évidence de discontinuité de structure à coeur entre les zones de soudure et les zones en dehors de celle-ci. La ligne de soudure n'est donc pas décelable au coeur de la pièce, ce qui confirme l'hypothèse, déjà énoncée plus haut, qu'une cohésion s'est établie à l'interface des 2 fronts de rencontre.

De plus, la comparaison des matériaux injectés selon les 2 températures de moule ne montre pas de différence notable dans la structure sphérolitique à coeur.

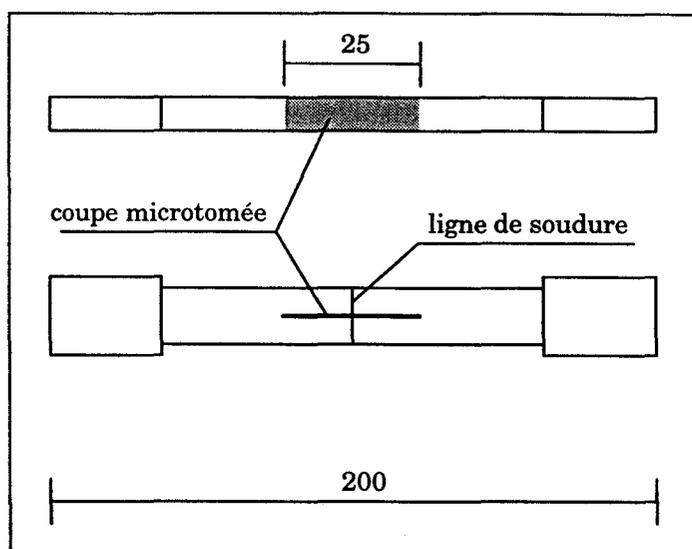


fig IV.10: Prélèvements pour observations microscopiques.

Par contre, ce sont les zones de peau des matériaux soudés qui révèlent l'existence de la ligne de soudure. C'est ce que montrent les figures IV.11 et IV.12 dans le cas de matériaux moulés avec des températures d'outillage respectivement de 30°C et 60°C.

En dehors de la ligne de soudure, il apparaît dans les 2 cas, une couche de peau qui ne présente pas de biréfringence visible. Elle ne doit pas pour autant être considérée comme amorphe. Trotignon & al. [TRO 87, TRO 90] montrent en effet qu'elle est partiellement cristalline et constituée d'entités trop petites pour être identifiées en microscopie optique.

La comparaison des figures IV.11 et IV.12 montre également que l'épaisseur de cette zone de peau non biréfringente diminue quand la température de l'outillage augmente. Ceci s'explique par le fait qu'une température de moule élevée favorise une croissance sphérolitique (*révélée par la présence de sphérolites sous la couche non biréfringente*) dans une zone plus proche des parois du moule que dans le cas d'une injection dans un moule froid.

Une discontinuité de structure existe cependant au sein de cette couche de peau au niveau de la soudure. Il faut en effet noter l'existence de sphérolites (*biréfringents*) dont la taille diminue à mesure qu'ils se rapprochent de la paroi de l'outillage. Cette discontinuité est d'autant plus visible que le matériau est injecté dans un moule à basse température, compte tenu de l'épaisseur supérieure de la couche de peau non biréfringente.

Les propriétés mécaniques différentes obtenues entre les 2 températures d'outillage, peuvent donc s'expliquer par une discontinuité de structure en peau plus marquée dans le cas d'une injection dans un moule à basse température.

IV.3.4.Conclusion

L'analyse microstructurale montre que les lignes de soudure frontales du Polypropylène présentent des discontinuités de structure permettant d'expliciter les phénomènes observés lors des tests mécaniques.

Ces discontinuités concernent d'une part, la structure globale de la soudure (*taux de cristallinité plus faible que dans le reste de la pièce*) et d'autre part, la structure locale de la soudure en peau. Il est en effet démontré que l'orientation moléculaire en peau (*dans le sens de l'écoulement*) disparaît à la ligne de soudure, affaiblissant de ce fait l'éprouvette lorsqu'elle est sollicitée dans une direction confondue avec celle de l'écoulement.

Les analyses microscopiques montrent également, indépendamment des orientations moléculaires que la rencontre des 2 fronts d'écoulement induit une discontinuité de structure sphérolitique en surface, ce qui permet d'expliquer le phénomène de diffusion de lumière qui se produit lors de l'observation en lumière rasante de la zone de soudure.

IV.4.Conclusion

L'étude de la soudure frontale du Polypropylène montre qu'une cohésion à l'interface des 2 fronts de rencontre peut être établie par l'usage de températures d'injection adaptées, comme dans le cas des matériaux amorphes.

Dans la limite des expériences effectuées, il est également montré que la ligne de soudure frontale du Polypropylène s'accompagne d'une rainure de surface (*peu visible*) mais surtout d'une discontinuité de structure sphérolitique en peau. L'influence de celle-ci est néanmoins masquée par l'effet de viscoélasticité du Polypropylène à faible vitesse de sollicitation.

En revanche, des vitesses de sollicitation supérieures (*en traction*) masquent cet effet de viscoélasticité et conduisent irrémédiablement à une rupture des éprouvettes au niveau de la ligne de soudure.

En plus de l'élimination de la viscoélasticité, les tests de choc-flexion montrent l'influence de la discontinuité de la structure de peau. En effet, les éprouvettes sans ligne de soudure ne cassent pas sous l'effet du choc, ce qui signifie que la discontinuité sphérolitique de peau des éprouvettes soudées joue un rôle d'amorce de fissuration. Une comparaison des résiliences d'éprouvettes soudées et entaillées artificiellement le prouve. Les valeurs des résistances au choc sont en effet proches les unes des autres, ce qui permet de conclure, que la ligne de soudure est assimilable, hors effet de viscoélasticité, à une rainure dans un matériau sensible à l'entaille comme le Polypropylène.

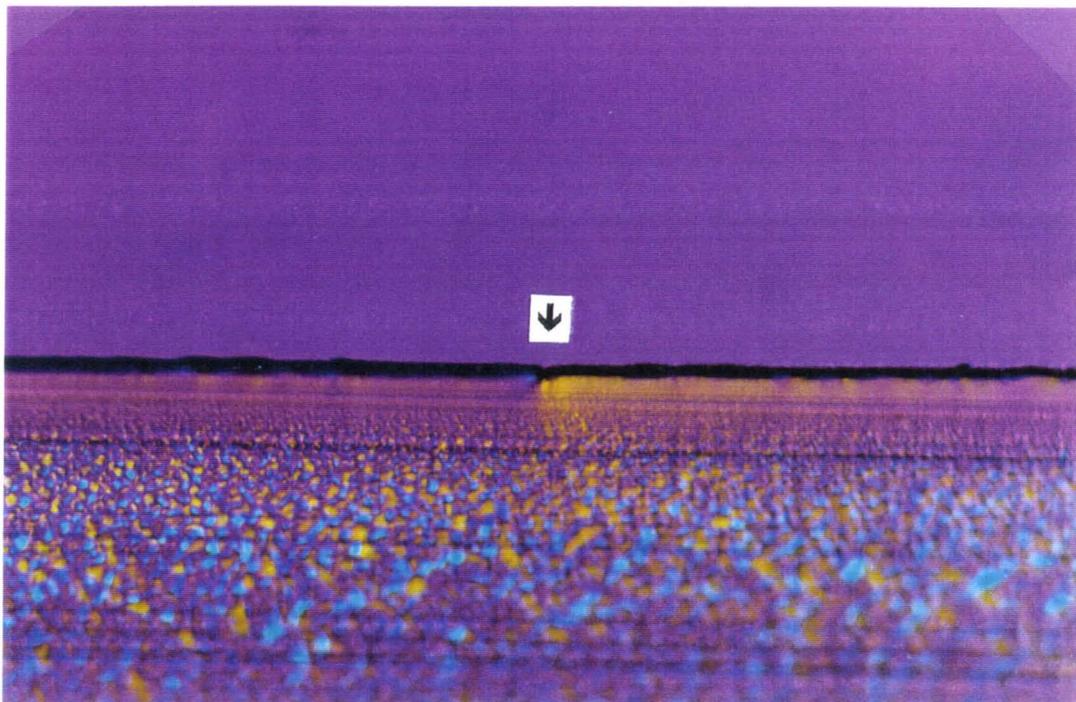


fig IV.11: Vue de détail de la zone de peau d'une ligne de soudure frontale de Polypropylène. Température d'injection: 220°C, température du moule: 30°C. (x 40).

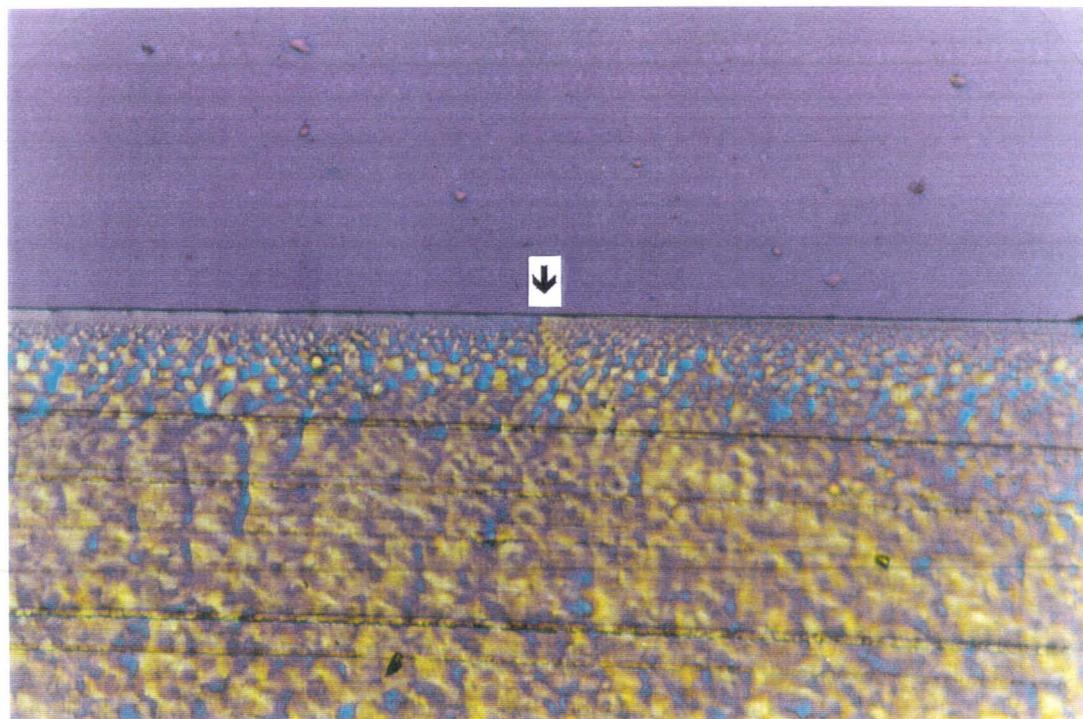


fig IV.12: Vue de détail de la zone de peau d'une ligne de soudure frontale de Polypropylène. Température d'injection: 220°C, température du moule: 60°C. (x 40).

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE IV

- [LAF 96] E. LAFRANCHE, *Thèse de doctorat*, Université de Lille I, **1996**
- [LEU 73] H.J. LEUGERING, G. KIRSCH, *Die Angewandte Makromolekulare Chemie.*, **33**, p17, **1973**
- [LOV 77] A.J. LOVINGER, J.O. CHUA, C.C. GRYTE, *Jnl. Polym. Sci., Polym. Phys., Ed.*, **15**, p641, **1977**
- [MAL 82] S. C. MALGUARNERA, *Polym. Plast. Technol. Eng.*, **18**, 1, p45, **1982**
- [NAD 93] V.M. NADKARNI, S.R. AYODHYA, *Polym. Eng. Sci.*, **33**, 6, p358, **1993**
- [PIC 87] S. PICCAROLO, A. RALLIS, TITOMANLIO, *Plast. Rubb. Process. Applic.*, **8**, 3, p181, **1987**
- [PIC 89] S. PICCAROLO, A. RALLIS, TITOMANLIO, *Polym. Eng. Sci.*, **29**, 4, p209, **1989**
- [TRO 82] J.P. TROTIGNON, J.L. LEBRUN, J. VERDU, *Plast. Rubb. Process. Applic.*, **2**, p247, **1982**
- [TRO 87] J.P. TROTIGNON, J. VERDU, *Jnl. Appl. Polym. Sci.*, **34**, p1, **1987**
- [TRO 90] J.P. TROTIGNON, J. VERDU, *Jnl. Appl. Polym. Sci.*, **39**, p1215, **1990**
- [WEN 90] W. WENIG, D. SINGH, G. BOTZEN, H.G. MOSLE, *Die Angewandte Makromolekulare Chemie*, **179**, 2938, p35, **1990**
- [WEN 96] W. WENIG, C. STOLZENBERGER, *Jnl. Mater. Sci.*, **31**, p2487, **1996**

CHAPITRE V

LIGNES DE SOUDURE DES POLYMERES CHARGES

CHAPITRE V

LIGNES DE SOUDURE DES POLYMERES CHARGES

V.1. Morphologie des lignes de soudure	V.3
V.1.1. Examen visuel des lignes de soudure	3
V.1.1.1. Ligne de soudure frontale	3
V.1.1.2. Ligne de soudure adjacente.....	4
V.1.2. Examen visuel de la surface des pièces	5
V.1.3. Remplissage par incomplets	5
V.1.3.1. Ligne de soudure frontale	6
V.1.3.2. Ligne de soudure adjacente.....	6
V.1.4. Orientation des fibres	9
V.1.4.1. Orientation des fibres hors ligne de soudure	12
V.1.4.2. Orientation des fibres à la soudure frontale	12
V.1.4.3. Orientation des fibres à la soudure adjacente	13
V.1.4.4. Orientation des fibres en bordure de plaque.....	13
V.1.5. Discussion	14
V.1.5.1. Ligne de soudure adjacente.....	14
V.1.5.2. Ligne de soudure frontale	15
V.1.6. Conclusion	15
V.2. Caractérisation mécanique des lignes de soudure des polymères chargés	V.16
V.2.1. Influence des paramètres d'injection	16
V.2.1.1. Comportement mécanique des lignes de soudure du PP30FVC.....	19
V.2.1.2. Analyses microscopiques	30
V.2.1.3. Analyse microstructurale	35
V.2.1.4. Conclusion	49
V.2.1.5. Calcul prévisionnel de la résistance au seuil de la ligne de soudure	52
V.2.1.6. Conclusion	55
V.2.2. Influence des paramètres géométriques sur les caractéristiques mécaniques	56
V.2.2.1. Influence de la position de découpe des éprouvettes et de la section des seuils d'injection	56
V.2.2.2. Influence des épaisseurs.....	63
V.2.2.3. Conclusion	64
V.2.3. Influence des longueurs de fibres.....	66
V.2.4. Conclusion générale	68
V.2.5. Remèdes.....	69
V.2.5.1. Intrusion par écoulement arrière	69
V.2.5.2. Intrusions multiples - système "push-pull"	69
V.2.5.3. Intrusion par figeage différentiel des seuils	70

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE V	V.78
---	------

V. LIGNES DE SOUDURE DES POLYMERES CHARGES

L'étude bibliographique montre que les polymères chargés sont d'autant plus sensibles à la présence de la ligne de soudure que le facteur de forme de leur charge est élevé.

Les polymères renforcés de fibres de verre en sont d'excellents exemples.

L'objet de ce chapitre est donc l'étude, sur les plans morphologique et mécanique des lignes de soudure d'un polypropylène renforcé de 30% en masse de fibres de verre courtes (PP30FVC).

V.1. Morphologie des lignes de soudure

V.1.1.Examen visuel des lignes de soudure

Les lignes de soudure des polymères chargés ont en général une apparence caractéristique qui les distinguent du reste de la pièce.

Rahmani [RAH 90], Fisa & al. [FIS 87] et Sanschagrín & al. [SAN 90] constatent également que la ligne de soudure est d'autant plus visible que le facteur de forme et le taux d'incorporation des particules de charge ou de renfort sont élevés.

Dans le cas du PP30FVC utilisé dans cette étude, la ligne de soudure apparaît en lumière rasante comme une zone plus sombre que le reste de la plaque mais dont les caractéristiques dépendent d'une part du type de ligne de soudure (*frontale ou adjacente*) et des paramètres d'injection d'autre part.

V.1.1.1.Ligne de soudure frontale

Comme le montre la figure V.1, les lignes de soudure frontales présentent une largeur constante visible sur toute la largeur des plaques.

La variation des paramètres d'injection montre également que cette largeur de ligne de soudure est fortement tributaire de la température du moule.

En effet, le passage d'une température de moule de 20°C (*fig V.1a*) à 80°C (*fig V.1b*), diminue la largeur de la ligne de soudure de 2 à 1 mm environ.

Une faible température du moule rend également visibles les fibres sur toute la surface de la pièce, permettant ainsi de visualiser l'écoulement du polymère en surface (*cf § V.1.2*).

De plus, l'épaisseur de la pièce est légèrement plus élevée au niveau de la soudure qui apparaît alors sous la forme d'une bosse. Cette surépaisseur,

constante tout le long de la soudure, est également tributaire du niveau de la température du moule.

L'épaisseur de la ligne de soudure est supérieure de 4/100 de mm environ du reste de la pièce pour une température du moule élevée (80°C), alors qu'une température de moule de 20°C entraîne une variation d'épaisseur proche de 10/100 de mm.

Hors ligne de soudure, la pièce présente un aspect beaucoup plus mat lorsque la température du moule est élevée.

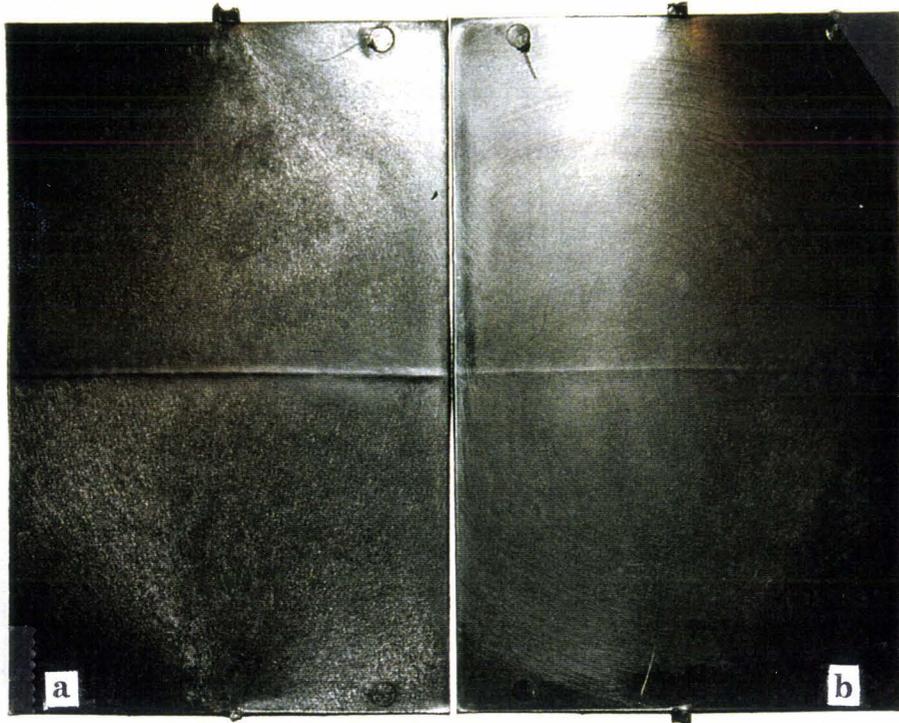


fig V.1: Aspects des lignes de soudure frontales du polypropylène chargé de 30% en masse de fibres de verre. Comparaison entre deux plaques injectées dans un moule à 20°C (a) et 80°C (b). Epaisseur de plaque = 2 mm, température de la matière = 280°C, vitesse d'injection = 10 mm/sec.

V.1.1.2. Ligne de soudure adjacente

La ligne de soudure adjacente, quant à elle, disparaît graduellement à mesure que l'éloignement des seuils d'injection augmente. Ceci est d'autant plus accentué que la température du moule est élevée.

L'écoulement du polymère en surface est comme précédemment mis en évidence par la présence des fibres pour une faible température du moule.

De plus, la largeur de la ligne de soudure adjacente (*quelques dixièmes de millimètres*) est beaucoup plus faible que son homologue de type frontale, et ne présente aucune variation d'épaisseur vis à vis du reste de la pièce.

Dans leurs investigations, Fisa et Rahmani [FIS 91] observent pourtant qu'après passage d'un insert, la recombinaison de flux d'un polypropylène chargé

de 40% en masse de fibres de verre donne lieu à une ligne de soudure adjacente visible sur toute la longueur de la plaque.

V.1.2.Examen visuel de la surface des pièces

Comme cité précédemment, une faible température du moule rend visible les fibres sur toute la surface de la pièce.

L'examen de cette surface permet ainsi de visualiser l'état d'orientation global des fibres pour des plaques injectées avec lignes de soudure frontales et adjacentes (cf fig V.2).

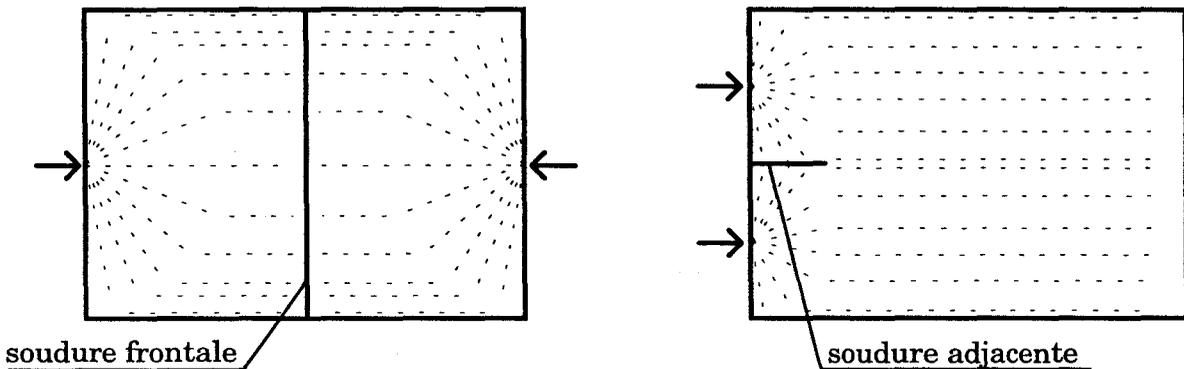


fig V.2: Etat d'orientation global des fibres en surface des plaques injectées en polypropylène renforcé de fibres de verre avec lignes de soudure frontale et adjacente.

Au niveau de la ligne de soudure frontale, aucune fibre n'apparaît à l'œil nu tandis que l'observation de la ligne de soudure adjacente montre une orientation des fibres parallèle à la direction de l'écoulement.

Les expériences de remplissage par incomplets permettent de comprendre ces orientations particulières des fibres en surface.

V.1.3.Remplissage par incomplets

L'injection de quantités de polymère inférieures à la capacité du moule permet de mettre en évidence les modes de remplissage des empreintes.

Les remplissages du moule par incomplets (*short shots*) représentés par les figures V.3 et V.4 permettent de comparer les progressions des fronts d'écoulement respectivement dans la formation des lignes de soudure frontales et adjacentes du polypropylène et du polypropylène renforcé de fibres de verre.

V.1.3.1.Ligne de soudure frontale

La figure V.3 montre le remplissage d'une empreinte de type ligne de soudure frontale par le polypropylène et le polypropylène renforcé.

Avant rencontre des deux flux d'écoulement, le remplissage du moule s'effectue de manière classique [WHI 74, KRU 80, VIN 87] et analogue pour les deux grades de matériau: Après passage des seuils d'injection, les deux fronts de polymère présentent un écoulement radial jusqu'à ce qu'ils entrent en contact avec les parois latérales de l'outillage.

Il s'en suit deux écoulements transitoires d'allure convexe dont les apex se rencontrent au centre de l'empreinte.

Le front de soudure ainsi créé se déplace alors vers les parois latérales du moule, perpendiculairement à la direction de l'écoulement.

Il faut également remarquer que le remplissage du moule s'achève par le bord "bas" de la plaque. Cette constatation reste valable pour les deux grades de polypropylène, et trouve probablement son origine dans un mauvais centrage des seuils d'injection par rapport aux parois où ils sont situés.

V.1.3.2.Ligne de soudure adjacente

Le remplissage d'une empreinte de type ligne de soudure adjacente est quant à lui présenté sur la figure V.4.

Celle-ci montre que l'écoulement des deux fronts de polymère s'effectue de manière radiale en sortie de seuils et que la rencontre adjacente des deux flux crée une zone de soudure dont l'effet s'apparente à celui d'une paroi latérale du moule. Les deux écoulements adjacents prennent en effet une allure convexe.

La figure V.4 montre également une différence de comportement dans la formation de la ligne de soudure adjacente pour les deux types de polymères utilisés:

- Dans le cas du polypropylène (*fig V.4a*), la jonction formée par la rencontre des deux fronts d'écoulement formant la soudure tend à disparaître rapidement et laisse place à un front plat d'avancée de matière.
Rahmani [RAH 90] ainsi que Meddad & al. [MED 95] observent aussi ce phénomène de dégénérescence de la jonction respectivement pour un polypropylène chargé de bille de verre et un polyamide 6-6.
- Dans le cas du PP30FVC, le coin formé par la rencontre adjacente des deux fronts d'écoulement persiste sur toute la longueur de l'écoulement mais s'émousse à mesure que le front de matière progresse (*fig V.4b*). Cette élimination progressive et très lente de la jonction peut être corrélée avec la disparition visuelle de la ligne de soudure évoquée au paragraphe V.1.1.2.

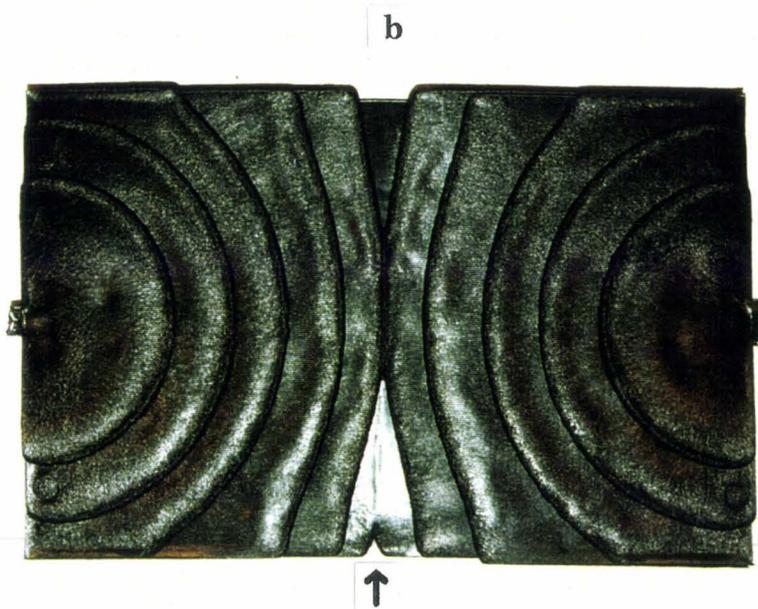
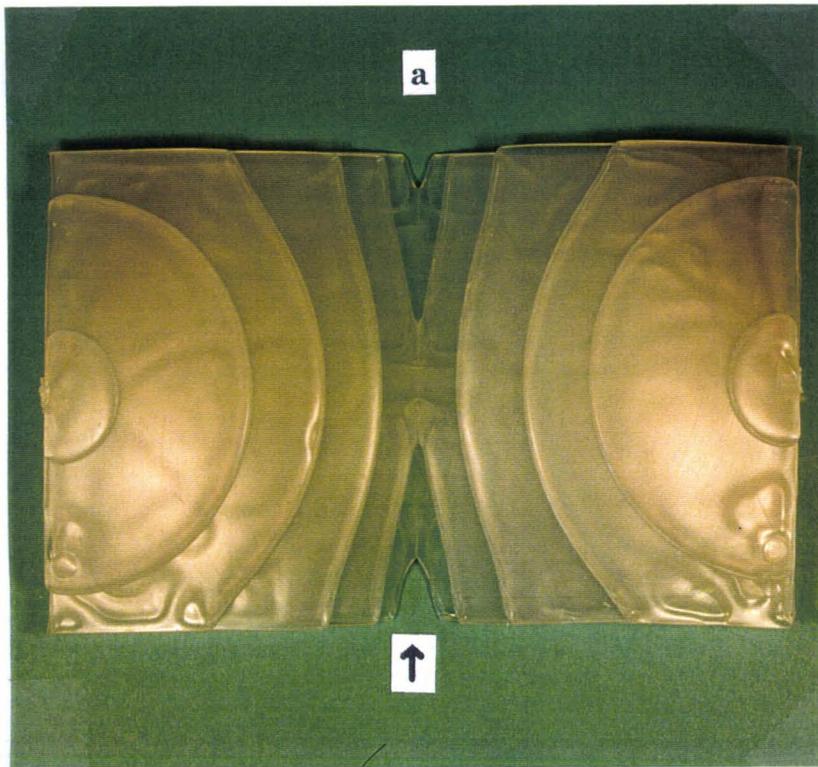


fig V.3: Evolution des fronts d'écoulement entraînant la formation d'une ligne de soudure frontale du polypropylène (a) et du polypropylène renforcé de 30% en masse de fibres de verre (b). Les flèches désignent l'endroit de fin de remplissage.

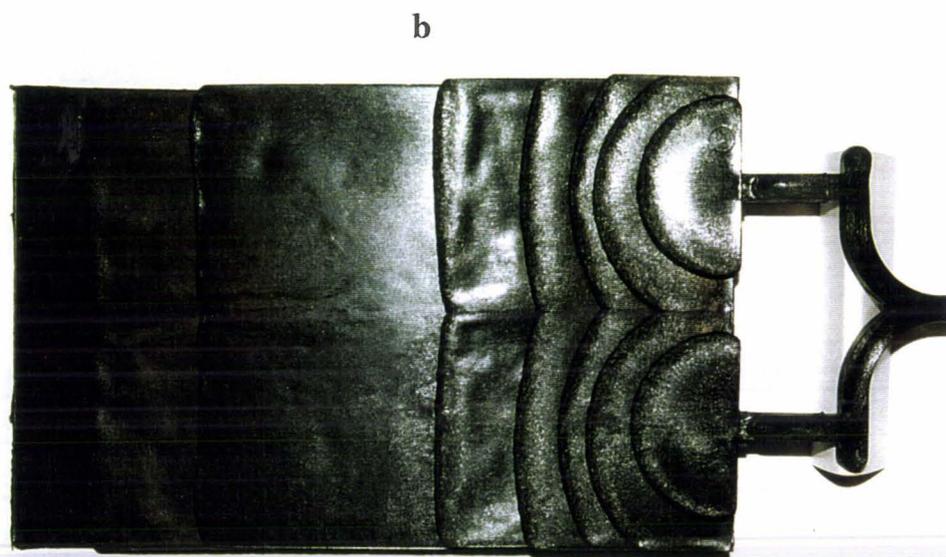
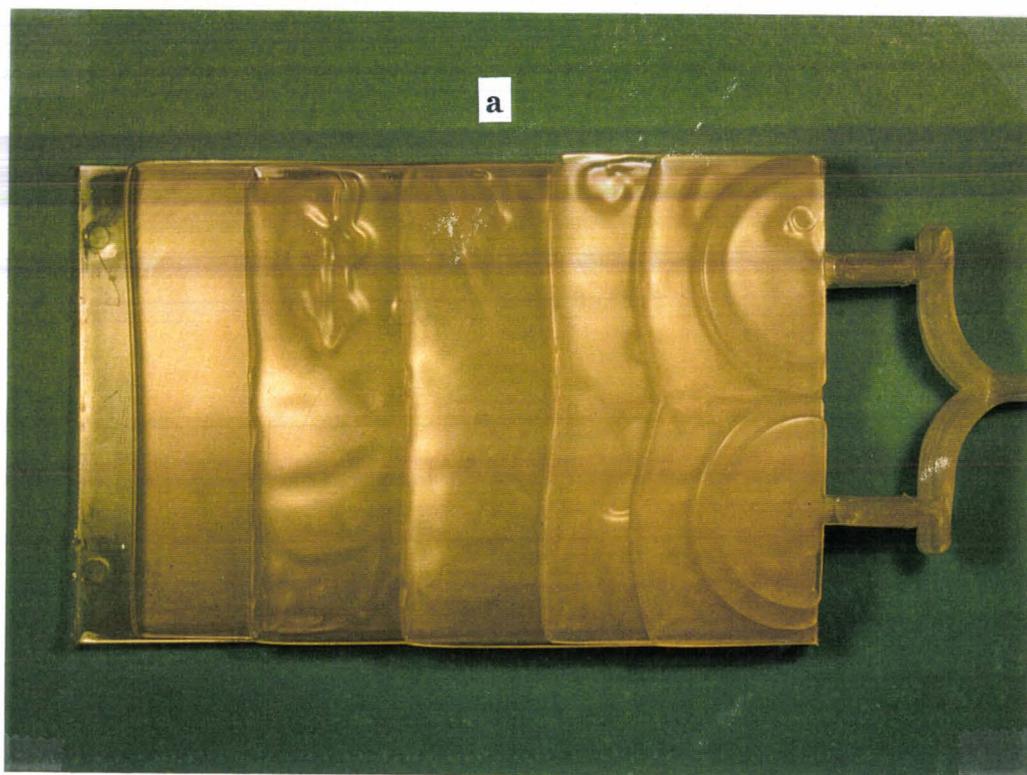


fig V.4: Evolution des fronts d'écoulement entraînant la formation d'une ligne de soudure adjacente du polypropylène (a) et du polypropylène renforcé de 30% en masse de fibres de verre (b).

Certains auteurs constatent également que le coin formé par la jonction des deux fronts persiste tout au long de l'écoulement lorsque les polymères utilisés sont soit mélangés à d'autres polymères [FEL 94], soit chargés de paillettes de talc [RAH 90], renforcés de fibres de verre [RAH 90, FIS 91, HAS 94, MED 95] ou de paillettes de verre [SAN 90].

La comparaison des photographies d'incomplets (*fig V.3 et V.4*) avec la figure V.2 indique clairement que les fibres en surface s'orientent selon les lignes de courant du polymère en écoulement.

V.1.4. Orientation des fibres

Pour chaque type de plaque (*alimentation frontale ou adjacente*), la répartition de l'orientation des fibres est mise en évidence par observation microscopique en réflexion de surfaces d'échantillons préparés par polissage métallographique.

Cette méthode présente cependant l'inconvénient de surestimer la proportion de fibres ayant une orientation proche de l'orthogonalité au plan de coupe alors qu'au contraire, elle sous-estime la proportion de fibres faiblement inclinées par rapport à ce plan [TAN 94].

La probabilité d'observer une fibre parallèle au plan de polissage est en effet très faible. Par contre, les fibres qui ne sont pas parallèles au plan de polissage apparaissent sous forme d'ellipses plus ou moins allongées dont il est possible de déterminer l'orientation tridimensionnelle (*orientation, dimensions respectives du grand axe et du petit axe*).

La figure V.5 donne le positionnement des coupes polies relatif à chacun des types de plaque.

Les observations de ces coupes mettent en évidence trois types de structures selon que le plan de coupe se situe en dehors ou au niveau de la ligne de soudure ou sur les bords des plaques.

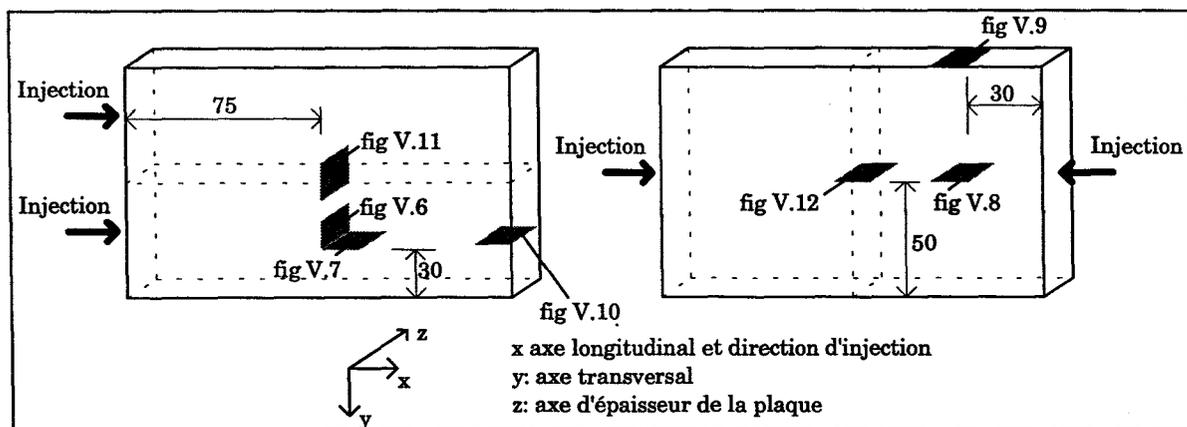


fig V.5: Positions des coupes polies sur les plaques contenant des lignes de soudure adjacente et frontale.

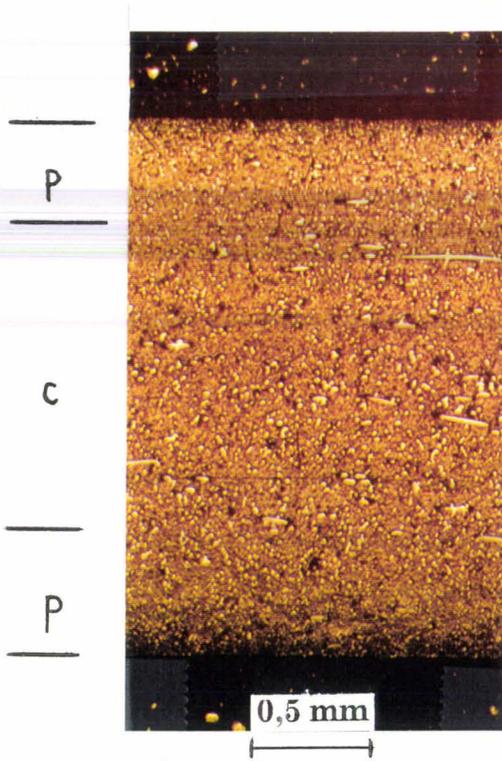


fig V.6: Coupe polie hors ligne de soudure. Plan (yz).

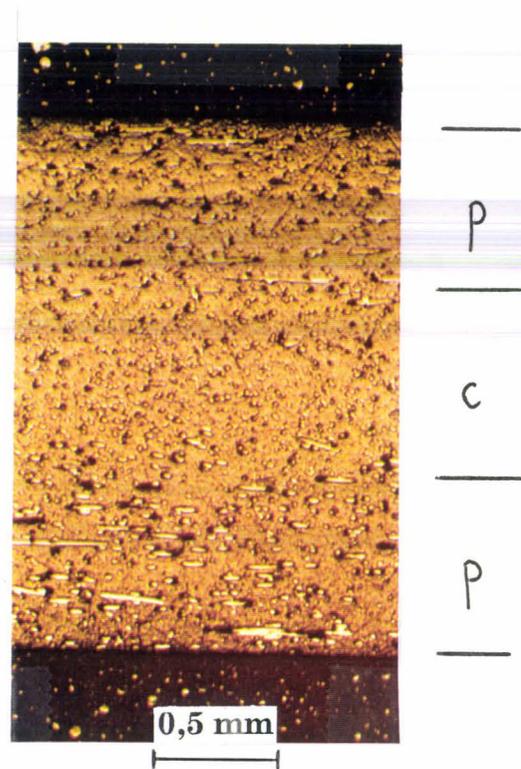
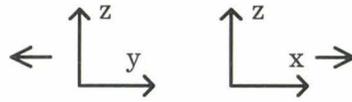


fig V.7: Coupe polie hors ligne de soudure. Plan (xz).

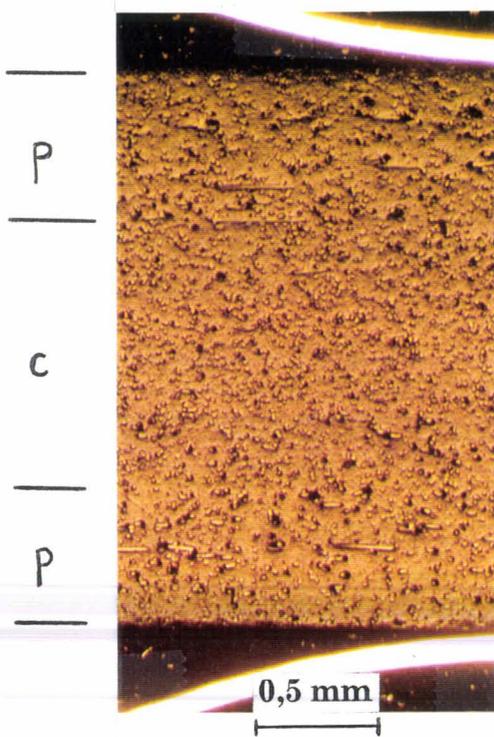


fig V.8: Coupe polie hors ligne de soudure. Plan (xz).

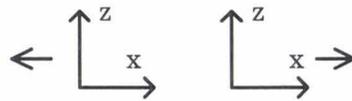


fig V.9: Coupe polie en bordure de plaque. Plan (xz).

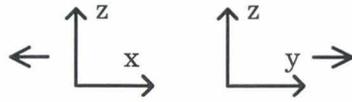


fig V.10: Coupe polie hors ligne de soudure. Effet de bord. Plan (xz).

fig V.11: Coupe polie d'une ligne de soudure adjacente. Plan (yz).

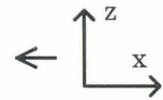
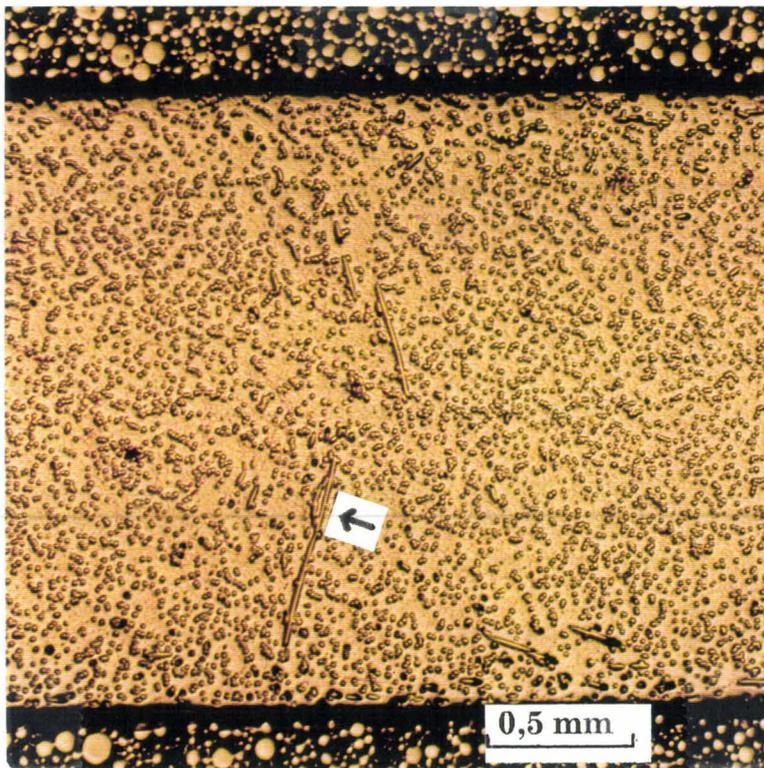


fig V.12: Coupe polie d'une ligne de soudure frontale. Plan (xz).

V.1.4.1. Orientation des fibres hors ligne de soudure

Dans les zones à l'écart des bords et hors ligne de soudure, les clichés microscopiques (*fig V.6 à V.8*) montrent que la structure du matériau est identique à celle déjà décrite dans de nombreux travaux [BRI 78, FOL 82, AKA 91].

La structure du matériau est en effet composée d'une zone de coeur, où les fibres ont une orientation plutôt transverse à la direction de l'écoulement, encadrée par deux zones de peau, où les fibres ont une orientation plutôt longitudinale.

La transition coeur-peau apparaît nettement et Gérard & al. [GER 97] montre, pour les mêmes moule et matériau utilisés dans cette étude, que l'épaisseur relative de chacune de ces zones dépend des paramètres de mise en oeuvre.

Les figures V.6 et V.7 confirment aussi clairement, pour une zone considérée, que la densité apparente des fibres parallèles au plan de coupe est beaucoup plus faible que celle obtenue dans un plan de coupe perpendiculaire.

V.1.4.2. Orientation des fibres à la soudure frontale

La remarque précédente reste aussi valable dans le cas de la ligne de soudure frontale (*figure V. 12*) où la rencontre des fronts est matérialisée par quelques fibres parallèles au plan de coupe.

De plus, l'orientation du grand axe des ellipses obtenues par polissage des fibres indique, au niveau de la ligne de soudure, que les renforts sont préférentiellement orientés dans le plan perpendiculaire au plan de coupe.

Il est à noter également de part et d'autre de cette ligne (*environ 8 mm*), que l'épaisseur de la zone de peau est très inférieure à celle décrite précédemment pour des coupes éloignées de la zone de soudure (*fig V.6 à V.8*).

La ligne de soudure frontale du PP30FVC est donc caractérisée par une zone d'étendue 16 mm dans laquelle les fibres sont contenues dans un plan perpendiculaire à la direction de l'écoulement.

Au niveau de la zone de rencontre proprement dite des deux flux, les fibres sont aussi contenues dans un plan perpendiculaire à la direction de l'écoulement mais certaines d'entre elles sont orientées selon le sens de l'épaisseur.

La figure V.13 présente les distributions d'orientation des fibres en dehors et au niveau de la zone de soudure frontale du polypropylène renforcé de fibres de verre.

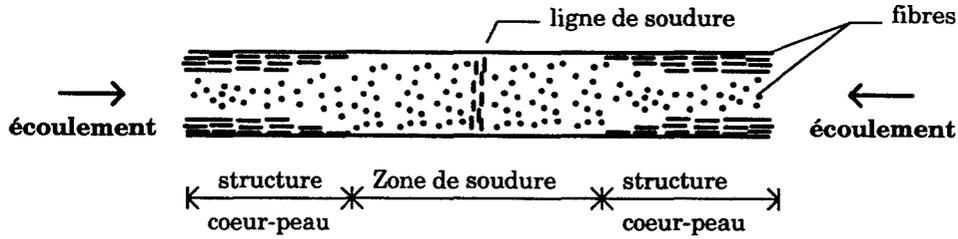


fig V.13: Distribution de l'orientation des fibres en dehors et au niveau de la ligne de soudure frontale du polypropylène renforcé de fibres de verre dans le plan (xz).

V.1.4.3. Orientation des fibres à la soudure adjacente

La figure V.11 montre que l'interception du plan de coupe avec les fibres d'une ligne de soudure adjacente se présente sous la forme de disques ce qui signifie que les fibres ont une orientation privilégiée dans le plan de la soudure et dans le sens de l'écoulement.

La structure au niveau de cette zone de soudure (environ 3 mm de part et d'autre de la ligne de soudure matérialisée par la flèche sur la figure V.11) paraît homogène et elle ne laisse transparaître aucune structure de type coeur-peau comme celle présentée figure V.8.

La distribution de l'orientation des fibres en dehors et au niveau de la zone de soudure adjacente du polypropylène renforcé de fibres de verre peut ainsi être représentée par la figure V.14.

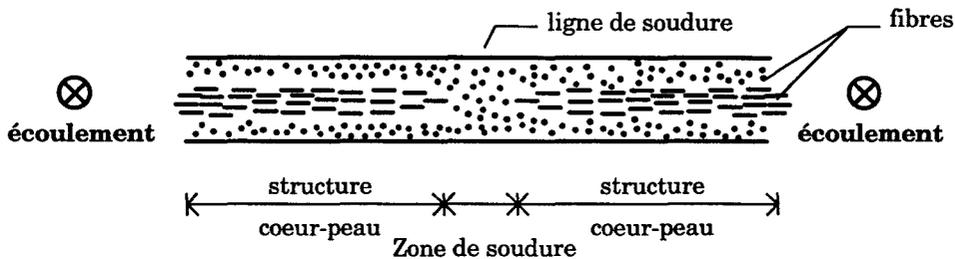


fig V.14: Distribution de l'orientation des fibres en dehors et au niveau de la ligne de soudure adjacente du polypropylène renforcé de fibres de verre dans le plan (yz).

V.1.4.4. Orientation des fibres en bordure de plaque

Les figures V.9 et V.10 mettent en évidence l'incidence des effets de bords sur l'orientation des fibres pour les deux types de plaques réalisées.

Les fibres se situent, au niveau des parois latérales du moule, dans des plans parallèles à ces parois et les fibres ont une orientation plutôt marquée dans

le sens de l'écoulement (cf fig. V.15). Ces observations sont en accord avec les travaux de Wölfel [WOL 87].

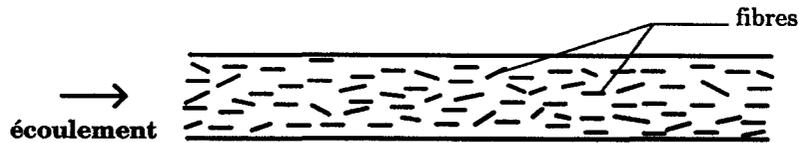


fig V.15: Distribution de l'orientation des fibres à proximité des parois latérales du moule dans le plan (xz).

V.1.5.Discussion

L'aspect des lignes de soudure du polypropylène renforcé des fibres de verre diffère non seulement du type de soudure envisagé (*frontale ou adjacente*) mais également de la température de l'outillage.

Il est connu que l'aspect d'une pièce injectée en polypropylène renforcé de fibres de verre courtes est nettement amélioré par une température de moule élevée.

Ceci est en effet attribué à un faible retrait différentiel entre les fibres et la matrice en surface pendant la phase de refroidissement [GIB 95]: Une faible température du moule laisse donc apparaître les fibres, ce qui présente toutefois l'avantage de visualiser leur orientation en surface le long des lignes de courant.

V.1.5.1.Ligne de soudure adjacente

Dans le cas d'une ligne de soudure adjacente, la rencontre tangentielle de deux fronts à écoulement radial entraîne une convergence des lignes de courant (cf fig V.2 et V.4 pour la soudure adjacente) accentuée visuellement par une réflexion de la lumière par les fibres.

Lorsque les 2 fronts adjacents progressent, leur angle de jonction augmente, entraînant ainsi un alignement progressif des lignes de courant de chacun des fronts dans la direction de l'écoulement.

Les fibres, orientées en surface selon les lignes de courant, prennent alors une orientation parallèle à l'écoulement (cf fig. V.2 dans le cas d'une ligne de soudure adjacente).

Le défaut d'aspect occasionné par la présence de la ligne de soudure disparaît alors progressivement à mesure que les fibres de surface de la ligne de soudure s'orientent dans la même direction que celles situées en dehors de la zone de soudure. Ce phénomène est d'autant plus accentué que la température du moule est élevée, ce qui limite le contraste entre les fibres et la matrice.

Il faut également remarquer que les jonctions entre les 2 fronts adjacents dans les cas du PP et du PP30FVC présentent des courbures proches de celles obtenues au niveau des parois latérales du moule (cf fig V.4). Les observations microscopiques montrent aussi, au niveau de ces parois, que les fibres ont une orientation similaire à celle de la zone de soudure.

Il est donc logique de penser que chacun des fronts adjacents joue le rôle d'une paroi fixe par rapport à l'autre front [MED 95].

Il faut toutefois noter que la jonction entre les 2 fronts d'écoulement du PP30FVC s'émousse moins rapidement que dans le cas du PP. Cette différence de comportement trouve certainement son origine dans des interactions entre fibres lors de la rencontre des 2 flux de polymère en écoulement.

V.1.5.2.Ligne de soudure frontale

La ligne de soudure frontale du polypropylène renforcé est révélée par la présence d'une surépaisseur sur laquelle aucune fibre n'est visible mais dont les caractéristiques de surface (*largeur et aspect*) sont constantes sur toute l'étendue de la rencontre des fronts.

Comme pour la ligne de soudure adjacente, l'aspect de la ligne de soudure frontale du polypropylène renforcé de fibres de verre est amélioré pour une température élevée du moule, ce qui élimine le contraste entre la zone de soudure et la surface de la pièce en dehors de la soudure.

Les observations microscopiques révèlent également que les fibres de verre sont orientées préférentiellement dans le plan de la soudure et perpendiculairement aux parois du moule (*cf fig V.12*).

Fisher & al. [FIS 86] et Matsuoka & al. [MAT 90] montrent que le coefficient d'expansion thermique d'un polymère renforcé de fibres courtes dépend de l'orientation des fibres par rapport à une direction de référence.

Lorsque les fibres sont orientées parallèlement à la direction de référence, la valeur du coefficient d'expansion thermique est inférieure à celle obtenue lorsque les fibres y sont perpendiculaires.

La surépaisseur liée à la ligne de soudure frontale du polypropylène renforcé de fibres de verre résulte donc du retrait différentiel lors du refroidissement entre la zone de soudure (*fibres perpendiculaires aux parois du moule*) et le reste de la plaque (*fibres parallèles aux parois du moule*), induisant ainsi des contraintes permanentes à la périphérie de la ligne de soudure.

V.1.6.Conclusion

La caractérisation morphologique met clairement en évidence que la présence d'une ligne de soudure au sein d'une pièce injectée en polymère renforcé entraîne une discontinuité de sa structure.

En effet, la structure classique tri-couche de la pièce (*peau/coeur/peau*) se voit modifiée au niveau de la ligne de soudure.

Le problème de la ligne de soudure des polymères renforcés découle donc de cette discontinuité structurale du matériau dont les tests mécaniques permettent clairement de mesurer l'incidence.

V.2. Caractérisation mécanique des lignes de soudure des polymères chargés

V.2.1. Influence des paramètres d'injection

L'influence des paramètres d'injection sur les caractéristiques mécaniques des lignes de soudure des polymères chargés a été très peu discutée, et bien souvent, chaque paramètre a été étudié séparément [BAT 85, HAM 88, NAD 93].

La littérature ne mentionne pas non plus de recherches concernant d'éventuelles interactions entre les paramètres d'injection.

L'étude qui suit s'attache donc à mettre en évidence par la méthodologie Taguchi l'effet des paramètres d'injection, ainsi que leurs interactions, sur les caractéristiques mécaniques des lignes de soudure du PP30FVC.

La ligne de soudure étudiée ici est frontale car l'affaiblissement qu'elle engendre est beaucoup plus prononcée que celui d'une ligne de soudure adjacente [SAV 83, HAS 94]. L'épaisseur de la plaque et les dimensions des seuils sont fixées respectivement à 2 mm et 4 mm x 2 mm.

L'affaiblissement mécanique induit par la présence de la ligne de soudure est aussi discuté. Pour ce faire, des plaques sans ligne de soudure sont injectées par un seul seuil de dimensions 4 mm x 2 mm.

Dans cette étude expérimentale, il est choisi d'étudier l'influence des paramètres de transformation sur les propriétés mécaniques de traction de la ligne de soudure frontale du PP30FVC, à savoir, la contrainte au seuil d'écoulement et le module de Young.

Pour cela, deux familles de paramètres d'injection sont retenues:

- les paramètres supposés agir sur la dégradation des fibres pendant la phase de dosage, c'est à dire la contre-pression et la vitesse de rotation de la vis
- les paramètres qui interviennent pendant la phase d'injection proprement dite: la température du moule, la température de la matière, la vitesse d'injection et la pression de maintien.

Des essais préliminaires permettent de déterminer les temps de maintien et de solidification maximum pour les températures de la matière et du moule les plus élevées envisagées dans le plan d'expériences.

Le temps de maintien est fixé délibérément par majoration de 2 secondes du temps de figeage des seuils, qui lui même correspond au point d'inflexion de la courbe d'évolution pression-temps des capteurs de pression placés face aux seuils.

Dans les conditions maximales de températures de la matière et du moule, la valeur du temps de maintien est proche de 25 secondes. C'est la valeur qui sera fixée pour toute l'étude.

Pour les mêmes conditions de transformation "extrêmes", la solidification est jugée suffisante à partir du moment où le dégrappage des pièces n'induit plus

de déformation permanente de la plaque à l'éjection. Un temps de solidification de 30 secondes sera ainsi maintenu constant pendant toute la campagne d'essais.

Le tableau V.1 résume les paramètres actionneurs et fixés retenus, ainsi que leurs niveaux associés.

Paramètres actionneurs	niveau bas	niveau haut
vitesse d'injection (mm/sec)	10	40
température de la matière (en buse)(°C)	240	280
température du moule (°C)	40	80
pression de maintien (bar)	50	100
contre-pression (bar)	10	25
vitesse de rotation de la vis (tr/min)	50	200

Paramètres fixés	
temps de maintien (sec)	25
temps de solidification (sec)	30

tableau V.1: paramètres d'injection et niveaux associés.

A chacun des paramètres actionneurs sont attribués deux niveaux. Leur influence sur les résistance au seuil et module de Young de la ligne de soudure frontale du PP30FVC est étudiée par l'intermédiaire d'une table L_{16} (2^{15}).

La figure V.16 présente le graphe associé au plan d'expériences et distingue les deux familles de paramètres présentés en début de paragraphe ainsi que les interactions étudiées (*liaison entre deux paramètres distincts*).

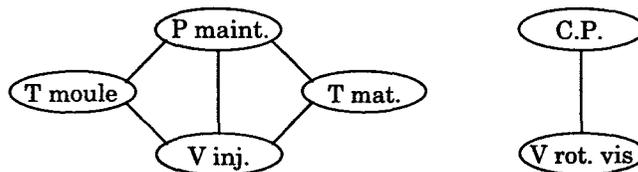


fig V.16: Graphe linéaire associé au plan d'expériences

- P maint.:* pression de maintien
- T mat.:* température de la matière
- T moule:* température du moule
- V inj.:* vitesse d'injection
- C.P.:* contre-pression
- V rot. vis:* vitesse de rotation de la vis

Les paramètres actionneurs et le graphe linéaire associé au plan d'expériences étant déterminés, les 16 séries d'expériences à effectuer sont récapitulées dans la matrice d'expériences du tableau V.2.

Essais	Paramètres actionneurs					
	V inj. (mm/sec)	T moule (°C)	T mat. (°C)	P maint. (bar)	C.P. (bar)	V rot. vis (tr/min)
1	10	40	240	50	10	50
2	10	40	240	100	10	200
3	10	40	280	50	25	50
4	10	40	280	100	25	200
5	40	40	240	50	10	200
6	40	40	240	100	10	50
7	40	40	280	50	25	200
8	40	40	280	100	25	50
9	10	80	240	50	25	200
10	10	80	240	100	25	50
11	10	80	280	50	10	200
12	10	80	280	100	10	50
13	40	80	240	50	25	50
14	40	80	240	100	25	200
15	40	80	280	50	10	50
16	40	80	280	100	10	200

tableau V.2: matrice d'expériences.

La réalisation des plaques sous des conditions de transformation aussi différentes entraîne irrémédiablement des histoires thermomécaniques différentes pour le polymère.

Il est donc décidé d'effectuer la commutation pression d'injection-pression de maintien sur un niveau de pression identique pour chaque ligne du plan d'expériences. Cette commutation est donc réalisée sur un niveau de pression du polymère dans l'empreinte. Il est fixé à 40 bars pour les capteurs de ligne de soudure et de fond d'empreinte respectivement pour l'injection des plaques avec et sans ligne de soudure.

De plus, la modification des paramètres d'injection entre chaque nouvelle ligne du plan d'expériences s'accompagne d'un déséquilibre thermique de l'ensemble presse-moule. Chaque nouvelle prise d'essais nécessite donc l'obtention d'un régime thermique établi. Ce régime est atteint au bout d'une quinzaine de cycles d'injection¹.

Concernant le conditionnement des éprouvettes, Trotignon et Verdu [TRO 84] observent qu'après injection, les caractéristiques mécaniques (*contrainte au seuil et module*) du Polypropylène non renforcé évoluent et se stabilisent après un vieillissement de 3 semaines à température ambiante.

Cette évolution résulte d'un développement de contraintes internes dû à des réarrangements dans la phase amorphe. Il est donc légitime de penser que ce

¹Dans le cas d'un changement de température du moule ou de la matière les 15 cycles d'injection sont précédés d'une mise en chauffe de 30 minutes afin d'atteindre les nouvelles températures de consignes.

phénomène a lieu au sein du PP30FVC, et c'est la raison pour laquelle toutes les plaques sont conditionnées, avant toute caractérisation mécanique, pendant une durée d'au moins un mois à +23°C et 50% H.R..

Des barreaux de dimensions 150 mm x 10 mm x 2 mm sont ensuite prélevés à la scie à ruban au centre de chaque plaque (fig V.17). Les bords des éprouvettes sont ensuite poncés au papier de verre afin d'éliminer toute amorce de rupture.

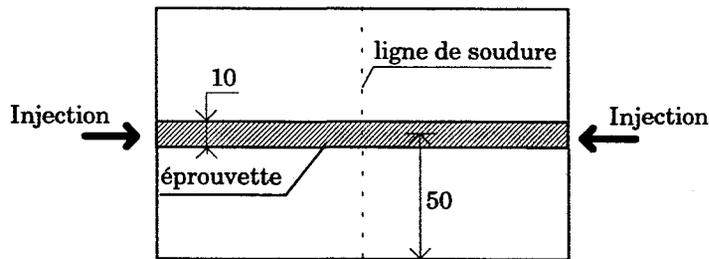


fig V.17: prélèvement des éprouvettes

V.2.1.1. Comportement mécanique des lignes de soudure du PP30FVC

Lois de comportement en traction

Les éprouvettes sont tractionnées à une vitesse de 2 mm/min sur un dynamomètre INSTRON 1185 équipé d'un extensomètre d'une capacité de $25 \pm 2,5$ mm.

6 essais au moins (7 à 8 en moyenne) sont réalisés pour chaque matériau, et les valeurs des contraintes au seuil et module de Young sont relevées.

La figure V.18 présente les courbes de la contrainte mesurée en fonction de la déformation imposée pour des éprouvettes de PP30FVC avec et sans ligne de soudure.

Les mêmes allures générales de courbes sont obtenues quelles que soient les conditions d'injection.

Les éprouvettes sans ligne de soudure ont un comportement de type plutôt fragile mais présentent toutefois un seuil d'écoulement (*valeur maximale de la contrainte*) juste avant la rupture (*allongement à la rupture proche de 2%*).

Un seuil d'écoulement est également observé dans le cas du PP30FVC avec ligne de soudure. Le passage par ce seuil est suivi par un écoulement du matériau et la rupture se produit pour un allongement (*environ 3%*) supérieur à celui d'une éprouvette sans ligne de soudure.

La rupture se produit toujours au niveau de la ligne de soudure.

Il faut également constater que les valeurs des contraintes au seuil et à la rupture sont nettement inférieures pour les éprouvettes contenant une ligne de soudure. La même remarque est aussi valable pour le module de Young.

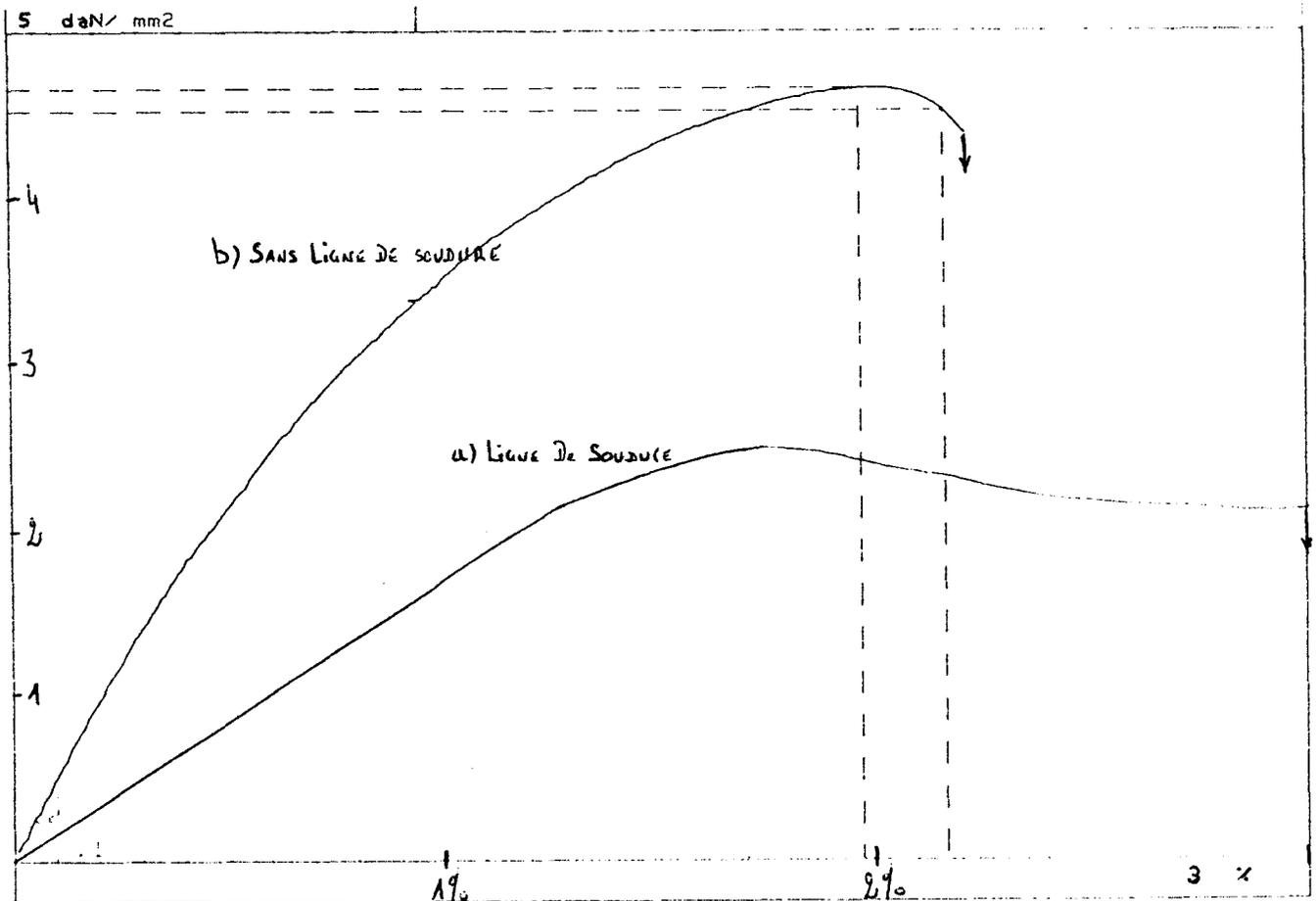


fig V.18: lois de comportement d'éprouvettes de PP30FVC avec (a) et sans ligne de soudure(b) frontale.

La présence de la ligne de soudure modifie donc le comportement du matériau en diminuant les valeurs de la contrainte au seuil et du module de Young, mais elle lui apporte une plus grande ductilité (*écoulement du polymère après passage au seuil d'écoulement*).

Lors des tests de traction, le passage de la contrainte au seuil d'écoulement s'accompagne d'un blanchiment en surface de la ligne de soudure dû à l'apparition de micro-craquelures.

C'est donc cette valeur de contrainte au seuil d'écoulement qui est retenue dans la suite de l'étude comme caractéristique de l'endommagement du matériau. Il en est de même pour les éprouvettes sans ligne de soudure.

Effet des paramètres d'injection sur la contrainte au seuil de la ligne de soudure du PP30FVC

Les effets des paramètres d'injection sur la contrainte au seuil de la ligne de soudure du PP30FVC sont reportés sur la figure V.19.

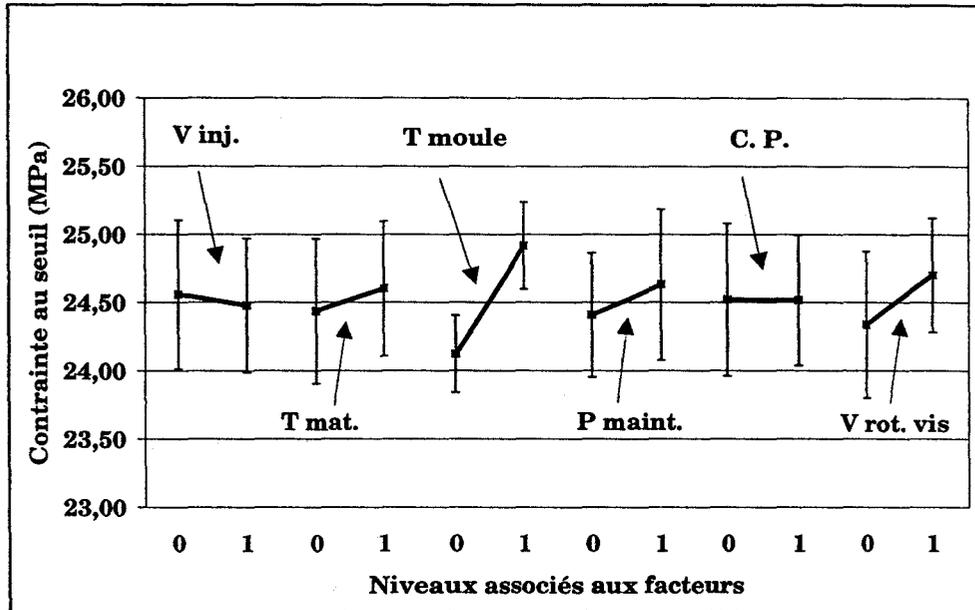


fig V.19: Effet des paramètres d'injection sur la contrainte au seuil de la ligne de soudure du PP30FVC. 0: niveau bas; 1: niveau haut.

L'analyse des graphes d'effets montre que quels que soient les paramètres d'injection, l'étendue des mesures des contraintes au seuil du PP30FVC avec ligne de soudure est faible (de l'ordre de 1 MPa).

De plus, la comparaison des valeurs moyennes et des écart-types entre 2 niveaux d'un même paramètre indique que le seul paramètre ayant une influence sur cette contrainte au seuil est la température du moule.

Les autres paramètres n'ont pas d'effet marqué sur la résistance au seuil d'écoulement de la ligne de soudure.

Les graphes d'interactions des figures V.20 à V.22 présentent les valeurs moyennes des contraintes au seuil d'écoulement ainsi que les valeurs des écart-types (entre parenthèses) obtenus.

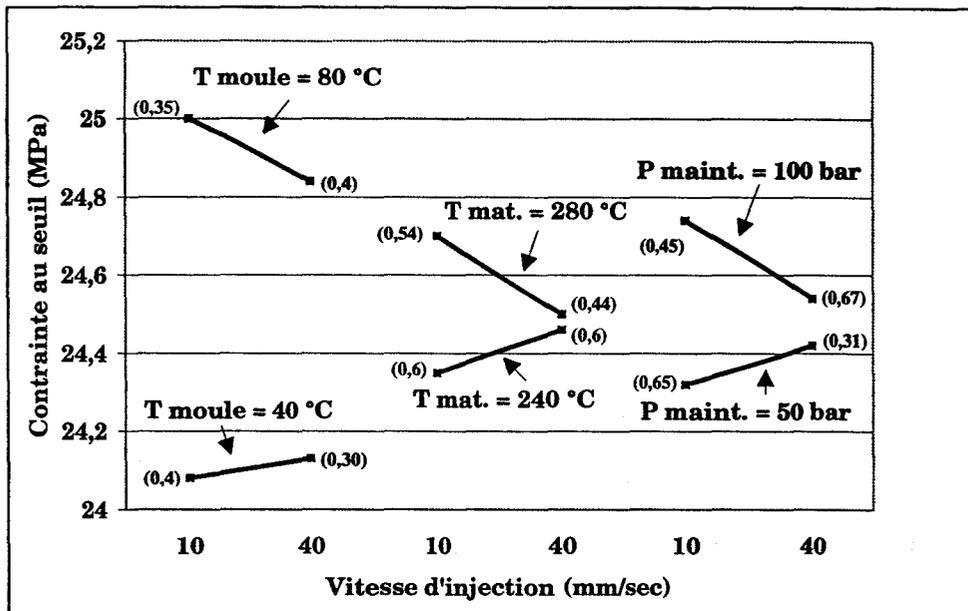


fig V.20: Effets des interactions avec la vitesse d'injection sur la contrainte au seuil de la ligne de soudure du PP30FVC. Ecart-types entre parenthèses.

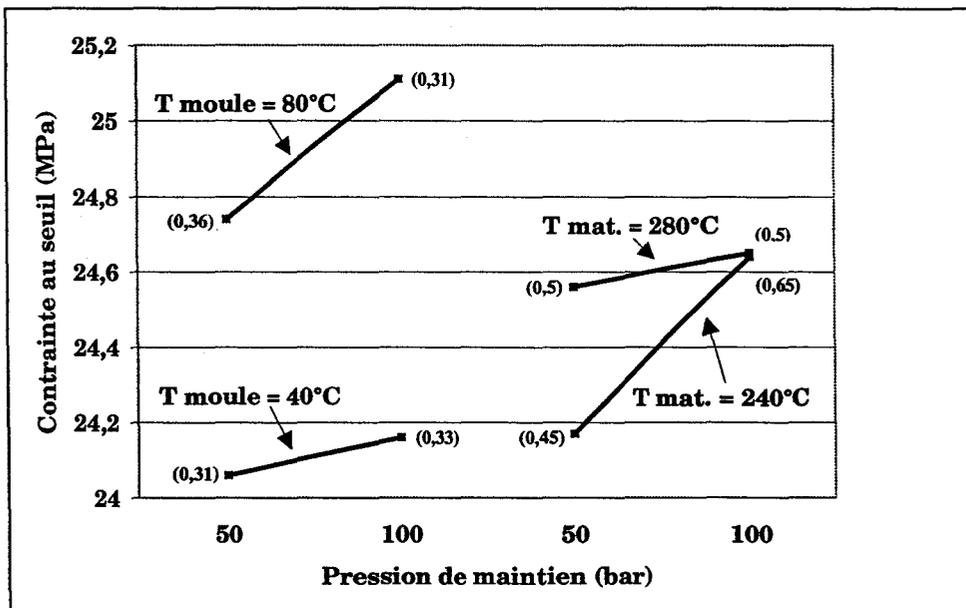


fig V.21: Effets des interactions avec la pression de maintien sur la contrainte au seuil de la ligne de soudure du PP30FVC. Ecart-types entre parenthèses.

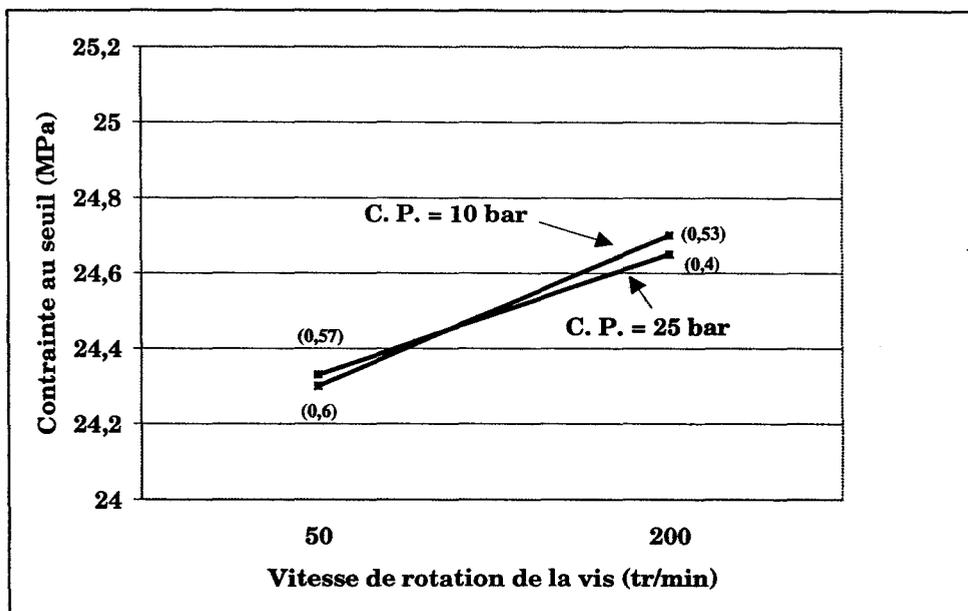


fig V.22: Effet de l'interaction Vitesse de rotation de la vis-Contre-pression sur la contrainte au seuil de la ligne de soudure du PP30FVC. Ecart-types entre parenthèses.

Le non parallélisme des lignes de réponses, qui joignent les valeurs moyennes des contraintes au seuil d'écoulement, semble indiquer l'existence d'une interaction entre chacun des paramètres étudiés et reportés sur les figures V.20 et V.22.

Cependant, pour une interaction considérée et un niveau de vitesse d'injection donné (*respectivement pour la pression de maintien et la vitesse de rotation de la vis*), la somme des 2 écart-types est généralement supérieure à la différence des valeurs maximale et minimale de la contrainte.

La dispersion des résultats expérimentaux ne permet donc pas de conclure quant à une éventuelle interaction entre les différents facteurs.

Les constatations précédentes sont valables pour toutes les interactions excepté celles faisant intervenir la température du moule.

En effet, les valeurs moyennes des contraintes au seuil d'écoulement pour une température de moule fixée sont en dehors de l'intervalle de dispersion des résultats obtenus avec l'autre température de moule.

Ceci permet d'une part, de confirmer l'influence de la température du moule sur la contrainte au seuil d'écoulement et d'autre part, d'envisager une éventuelle interaction (*à vérifier par une analyse statistique*) entre la température du moule et la vitesse d'injection (*respectivement la pression de maintien*).

L'analyse de la variance permet de tester statistiquement l'influence éventuelle de chaque facteur et interaction sur la contrainte au seuil d'écoulement de la ligne de soudure du PP30FVC.

Les seuils d'erreur retenus pour cette analyse sont de 1% (*effet du paramètre d'injection très significatif*) et 5% (*effet significatif*). Le tableau suivant présente les résultats obtenus (*tableau V.3*):

		F calculé	F table [VIG 88]		niveau de signification
			$\alpha = 5\%$	$\alpha = 1\%$	
Paramètres principaux	T moule	104,47	10,13	34,12	***
	V inj.	1,09	10,13	34,12	
	T mat.	4,58	10,13	34,12	
	P maint.	8,03	10,13	34,12	
	C. P.	0,00	10,13	34,12	
	V rot. vis	21,94	10,13	34,12	
Interactions	T moule - V inj.	1,03	10,13	34,12	
	T moule - P maint.	4,31	10,13	34,12	
	V inj. - P maint.	1,96	10,13	34,12	
	V inj. - T mat.	2,64	10,13	34,12	
	T mat. - P maint.	4,05	10,13	34,12	
	C.P. - V rot. vis	0,09	10,13	34,12	

tableau V.3: Analyse de la variance relatif à la contrainte au seuil de la ligne de soudure du PP30FVC. ***: très significatif; *: significatif.

Les résultats montrent que la température du moule est un paramètre d'injection très significatif ($F_{\text{calculé}} > F_{\alpha=1\% \text{ table}}$) et que l'influence de la vitesse de rotation de la vis est significative ($F_{\text{calculé}} > F_{\alpha=5\% \text{ table}}$).

En revanche, contrairement à ce qui était supposé précédemment, il n'existe pas d'interaction significative sur la résistance au seuil d'écoulement de la ligne de soudure du PP30FVC.

Effet des paramètres d'injection sur le module de Young de la ligne de soudure du PP30FVC

Les figures V.23 à V.26 présentent les effets principaux des paramètres d'injection ainsi que les différentes interactions entre paramètres sur le module de Young de la ligne de soudure du PP30FVC.

La figure V.23 montre que l'étendue des valeurs des modules de Young s'étend sur un intervalle d'environ 500 MPa et que les variations les plus franches sont obtenues, par ordre décroissant d'importance, pour la vitesse d'injection, la température de la matière et la température du moule.

Cependant, l'amplitude des dispersions expérimentales ne permet pas de conclure réellement sur l'effet d'un paramètre, ce qui nécessite par la suite une analyse statistique.

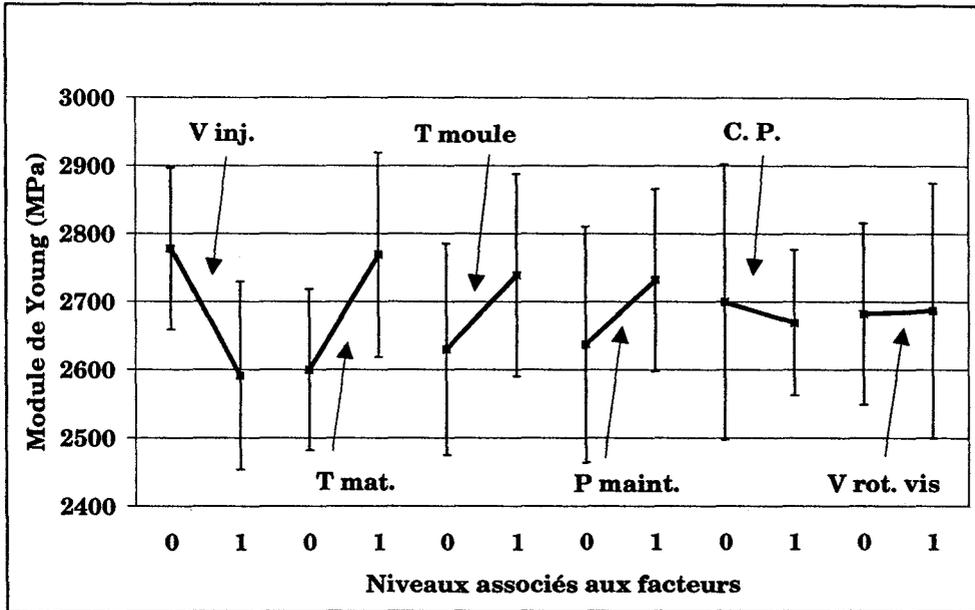


fig V.23: Effet des paramètres d'injection sur le module de Young de la ligne de soudure du PP30FVC. 0: niveau bas; 1: niveau haut.

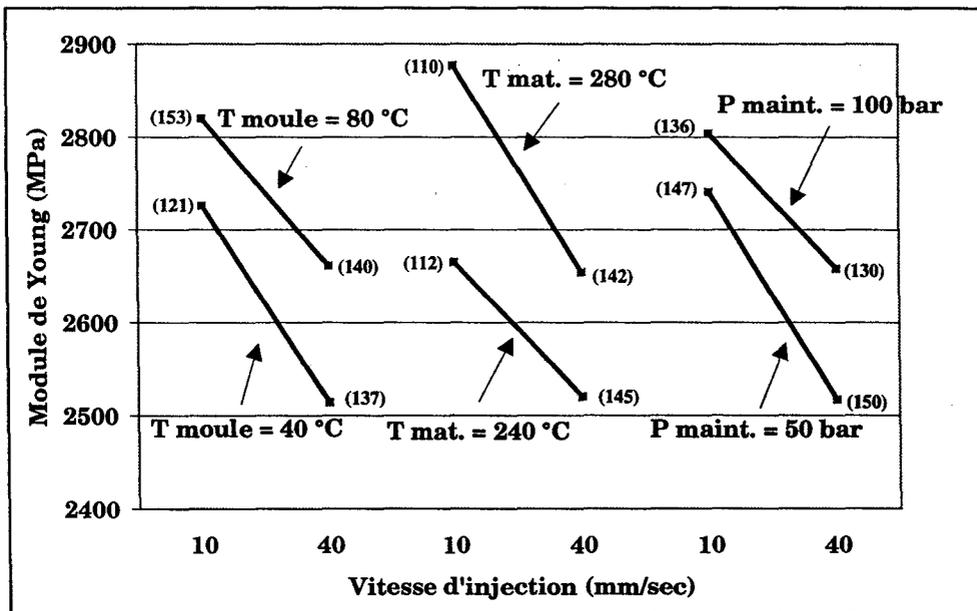


fig V.24: Effets des interactions avec la vitesse d'injection sur le module de Young de la ligne de soudure du PP30FVC. Ecart-types entre parenthèses.

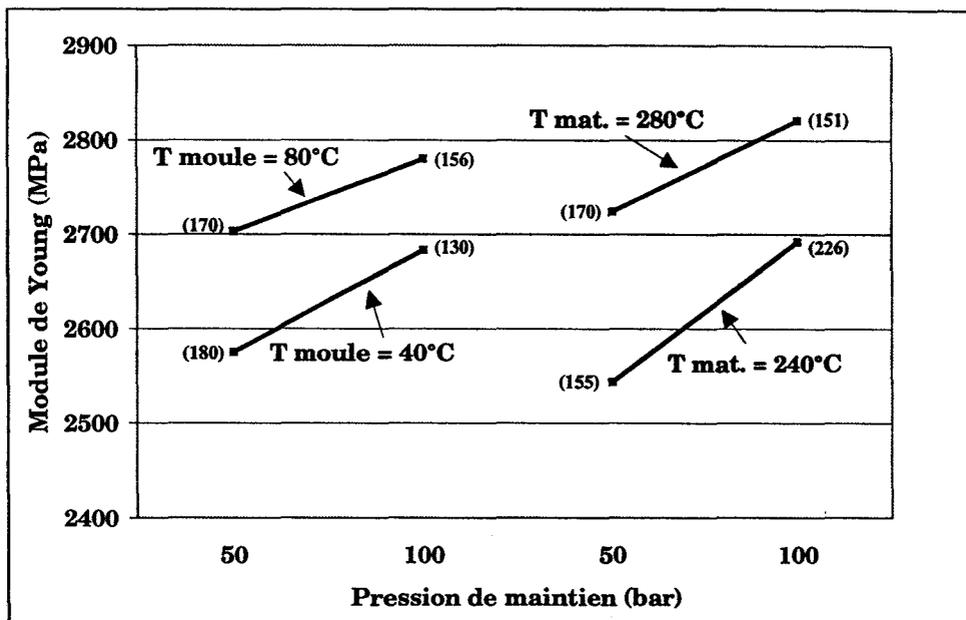


fig V.25: Effets des interactions avec la pression de maintien sur le module de Young de la ligne de soudure du PP30FVC. Ecart-types entre parenthèses.

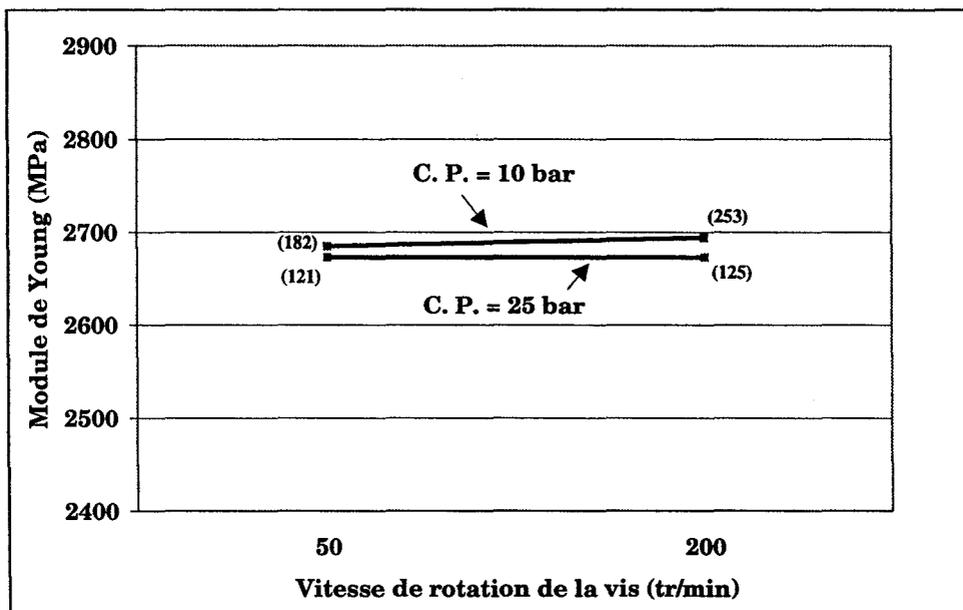


fig V.26: Effet de l'interaction V rot. vis-C.P. sur le module de Young de la ligne de soudure du PP30FVC. Ecart-types entre parenthèses.

L'analyse des graphes d'interactions (fig V.24 à V.26) n'indique quant à elle aucune interaction significative entre les facteurs (*bon parallélisme entre les lignes de réponses joignant les valeurs moyennes*), même si les intervalles des écart-types (*entre parenthèses*) contiennent les 2 valeurs moyennes obtenues pour un niveau fixé d'un paramètre.

Les résultats de l'analyse de la variance (tableau V.4) confirment l'hypothèse mentionnée ci-dessus selon laquelle il n'y a pas d'interaction significative entre les différents paramètres d'injection.

De plus, la vitesse d'injection est le paramètre le plus significatif sur la valeur du module de Young de la ligne de soudure du PP30FVC.

Les températures de la matière et du moule interviennent également mais dans une moindre mesure.

		F calculé	F table [VIG 88]		niveau de signification
			$\alpha = 5\%$	$\alpha = 1\%$	
Paramètres principaux	T moule	13,23	10,13	34,12	*
	V inj.	38,45	10,13	34,12	***
	T mat.	31,66	10,13	34,12	*
	P maint.	9,95	10,13	34,12	
	C. P.	1,05	10,13	34,12	
	V rot. vis	0,03	10,13	34,12	
Interactions	T moule - V inj.	1,48	10,13	34,12	
	T moule - P maint.	0,06	10,13	34,12	
	V inj. - P maint.	2,88	10,13	34,12	
	V inj. - T mat.	1,01	10,13	34,12	
	T mat. - P maint.	0,04	10,13	34,12	
	C.P. - V rot. vis	0,01	10,13	34,12	

tableau V.4: Analyse de la variance relatif au module de Young de la ligne de soudure du PP30FVC. ***: très significatif; *: significatif.

Conditions optimales du plan d'expériences

Les résultats précédents montrent qu'aucune interaction n'est significative et que le changement de niveau d'un facteur entraîne le même effet sur la contrainte au seuil d'écoulement et sur le module de Young (cf fig V.19 et V.23).

A titre d'exemple, une baisse des 2 caractéristiques est observée lorsque le niveau de la vitesse d'injection passe de 0 (niveau bas) à 1 (niveau haut). Cela signifie que les valeurs des contrainte au seuil d'écoulement et module de Young maximales (respectivement minimales) sont obtenues pour des niveaux identiques des paramètres.

L'estimation de ces valeurs optimales s'obtient par l'intermédiaire des modèles numériques associés au plan d'expériences présentés en annexe 4.

Le tableau V.5 indique les conditions de transformation optimales et les valeurs associées des contrainte au seuil d'écoulement (σ_{seuil}) et module de Young (E) estimées et obtenues expérimentalement.

Les variations entre valeurs moyennes des 2 conditions optimales sont également indiquées.

		Estimation		Expérience	
		σ_{seuil} (MPa)	E (MPa)	σ_{seuil} (MPa)	E (MPa)
Conditions minimales	V inj = 40 mm/sec	23,8	2350	22,4 ± 0,6 %	2370 ± 4 %
	T mat. = 240°C				
	T moule = 40°C				
	P maint. = 50 bar				
	C. P. = 25 bar				
Vrot.vis = 50 tr/min					
Conditions maximales	V inj = 10 mm/sec	25,4	2944	24,5 ± 0,7 %	2755 ± 6 %
	T mat. = 280°C				
	T moule = 80°C				
	P maint. = 100 bar				
	C. P. = 10 bar				
Vrot.vis = 200 tr/min					
Variation mini/maxi		+ 7%	+ 25%	+ 9%	+ 16%

tableau V.5: Comparaison des valeurs estimées et obtenues expérimentalement de σ_{seuil} et E de la ligne de soudure du PP30FVC

Les résultats expérimentaux ont une dispersion respectivement inférieure à 1% et 7% pour les contraintes au seuil d'écoulement et module de Young. Les variations entre optimums de 9% sur la contrainte et 16% sur le module de Young sont donc valides.

Les propriétés mécaniques de la ligne de soudure du PP30FVC sont donc liées aux conditions de transformation du polymère. Il est donc possible d'optimiser ces caractéristiques par action sur les paramètres d'injection et espérer réduire les affaiblissements causés par la présence de la ligne de soudure.

Affaiblissements dus à la ligne de soudure

Dans le tableau V.6 ci-dessous, sont reportées les valeurs des affaiblissements provoqués par la présence de la ligne de soudure pour les 2 conditions optimales du plan d'expériences.

Les facteurs de ligne de soudure pour la contrainte au seuil d'écoulement (F_{σ}) et pour le module (F_E) sont déterminés en rapportant les caractéristiques mécaniques obtenues lors des tests de confirmation à celles d'éprouvettes injectées dans les mêmes conditions mais dénuées de ligne de soudure. Les pertes ($1-F$) sont indiquées entre parenthèses.

	conditions minimales	conditions maximales
$F_{\sigma} = \frac{\sigma_{ls}}{\sigma_{sls}}$	0,58 (42%)	0,53 (47%)
$F_E = \frac{E_{ls}}{E_{sls}}$	0,59 (41%)	0,56 (44%)

tableau V.6: Affaiblissements générés par la présence de la ligne de soudure. σ et E , respectivement contrainte au seuil d'écoulement et module de Young. ls et sls , respectivement avec et sans ligne de soudure. Pertes entre parenthèses.

Le tableau précédent indique clairement que la présence de la ligne de soudure affecte non seulement la contrainte au seuil d'écoulement mais également le module de Young.

De plus, les pertes occasionnées par la ligne de soudure avoisinent les 40 à 50% - ce qui est en accord avec d'autres auteurs [QUI 88, SAN 90, HAS 94] - et sont plus importantes pour les conditions maximales du plan d'expériences.

En utilisant le même moule et le même PP30FVC, Gérard & al. [GER 97] montre que la contrainte au seuil d'écoulement (*respectivement le module de Young*) d'éprouvettes sans ligne de soudure dépend essentiellement de la vitesse d'injection et de la température de la matière (*respectivement de la vitesse d'injection et de la température du moule*).

Pour des conditions de transformation identiques à celles des optimums du plan d'expériences précédent, il observe une augmentation de la contrainte au seuil d'écoulement de 10% et du module de 25%.

L'augmentation des pertes (*en contrainte et en module*) entre les conditions minimales et maximales est donc due en grande partie à une amélioration plus marquée des caractéristiques mécaniques des éprouvettes sans ligne de soudure.

Conclusion

L'étude paramétrique précédente met en évidence que la contrainte au seuil d'écoulement et que le module de Young d'éprouvettes avec ligne de soudure frontale en PP30FVC dépendent tous deux des conditions d'injection du polymère et qu'il est possible d'optimiser ces paramètres afin d'obtenir des caractéristiques mécaniques maximales.

Cette optimisation est d'autant plus facilitée qu'il est démontré par analyse statistique qu'aucune interaction entre paramètres n'est significative, et que la modification d'un paramètre entraîne une évolution identique des 2 propriétés étudiées.

Cependant, l'influence des paramètres d'injection n'est pas la même sur le module de Young et la contrainte au seuil d'écoulement.

Cette dernière dépend essentiellement de la température du moule et dans une moindre mesure de la vitesse de rotation de la vis d'injection (*une*

température du moule et une vitesse de rotation élevées améliorent la contrainte au seuil).

Le module de Young dépend quant à lui fortement de la vitesse d'injection et de façon moins significative des températures de la matière et du moule.

L'amélioration des propriétés mécaniques de la ligne de soudure du PP30FVC par action sur les paramètres d'injection est donc possible, mais l'existence permanente des pertes de près de 50% rend cette amélioration toute relative.

Il convient donc de noter que les réglages classiques des conditions de moulage ne sont pas en mesure de compenser les affaiblissements provoqués par la présence de la ligne de soudure.

V.2.1.2. Analyses microscopiques

Faciès de rupture d'une éprouvette avec ligne de soudure frontale

Comme il a déjà été évoqué au paragraphe V.1.4, les fibres de verre présentent une orientation parallèle au plan de la ligne de soudure.

Ces constatations se vérifient également par observation au microscope électronique à balayage des faciès de rupture dont l'allure générale est identique pour les 2 conditions optimales de transformation du plan d'expériences.

Le faciès de rupture d'une éprouvette injectée avec ligne de soudure dans les conditions maximales est présenté figure V.27 et met clairement en évidence l'orientation privilégiée des fibres dans le plan de la soudure.

Cette orientation résulte directement de l'écoulement fontaine décrit dans l'étude bibliographique.

Il faut également souligner la présence de zones sombres en forme de creux, qu'il est à priori possible d'attribuer à des porosités.

Le faciès de rupture se caractérise également par une rupture ductile de la matrice en forme de languettes.

Cette déformation plastique de la matrice se retrouve pour les 2 conditions optimales de transformation et une illustration en est donnée par la figure V.28 dans le cas d'une éprouvette avec ligne de soudure injectée en conditions minimales.

Cette micrographie dévoile également que la surface des fibres est lisse, ce qui traduit une faible adhésion fibre/matrice.

Faciès de rupture d'une éprouvette sans ligne de soudure

A titre de comparaison, le faciès de rupture d'une éprouvette sans ligne de soudure, injectée dans les mêmes conditions que celles maximales du plan d'expériences, est représentée figure V.29 (page V.34).

La structure classique peau/coeur/peau est nettement marquée. La zone de coeur (*c*) se caractérise par une orientation transverse des fibres, tandis que les zones de peau (*p*) présentent une grande majorité de fibres saillantes et orientées dans le sens de l'écoulement.

Une observation plus détaillée du faciès (cf fig V.30) montre que la matrice ne présente pas de déformation plastique (contrairement au faciès de rupture d'une éprouvette avec ligne de soudure) et que la surface de rupture est plutôt orthogonale aux fibres longitudinales dont certaines empreintes dans la matrice sont matérialisées par des cavités.

De plus, compte tenu de la grande longueur des fibres émergeant de la matrice, elles ne semblent pas avoir subi de rupture, ce qui indique d'une part que les fibres sont certainement de taille sous-critique et que d'autre part, la rupture est caractérisée par un important phénomène de "pull-out".

Il est également intéressant de noter que la plupart des fibres visibles au niveau de la surface de rupture sont parfaitement lisses.

Ceci corrobore les travaux de Ramsteiner & al. [RAM 79] qui montrent, dans le cas du PPFVC, que la contrainte de cisaillement ultime de l'interface (τ_u) est généralement plus faible que celle de la matrice au seuil d'écoulement, en particulier pour des composites dont l'ensimage ne contient pas d'agent de couplage.

Discussion

La comparaison des faciès de rupture (avec et sans ligne de soudure) montre donc que la ligne de soudure du PP30FVC est caractérisée par une orientation des fibres perpendiculaire à la direction de l'écoulement et à la sollicitation appliquée à l'éprouvette.

Le transfert de charges fibre/matrice (mis en évidence par le "pull-out" des fibres de la zone de peau d'une éprouvette sans ligne de soudure) est donc réduit au niveau de la ligne de soudure et la décohésion entre fibres et matrice entraîne une réduction considérable de la contrainte admissible par le composite et de l'énergie élastique emmagasinée par le système éprouvette-dynamomètre.

La limitation de l'énergie élastique emmagasinée défavorise alors la tendance à l'instabilité pendant la rupture, et la décohésion fibre/matrice entraîne une déformation plastique de la matrice.

Dans le cas d'une éprouvette sans ligne de soudure, le transfert de charges fibre/matrice permet au matériau d'emmagasiner une énergie élastique plus

importante que précédemment (+ 33% en comparant les aires sous les courbes contrainte-déformation de la figure V.18), ce qui entraîne, au moment de la rupture, une libération brutale d'énergie, et par conséquent empêche toute déformation plastique de la matrice.

Le mauvais transfert de charges au niveau de la ligne de soudure affaiblit donc le matériau.

Cet affaiblissement est de plus accentué par une concentration des contraintes dans la matrice au niveau des fibres orientées orthogonalement à la direction de la sollicitation.

Tancrez [TAN 94] démontre en effet que l'empreinte d'une fibre (cf fig V.31), engendrée par la décohésion entre la fibre et la matrice, devient assimilable à une entaille de forme cylindrique et provoque une concentration de contraintes dans son voisinage immédiat.

Dans le plan (yz) où les contraintes sont maximales, le calcul des contraintes dans la matrice, au voisinage des fibres, donne les résultats suivants:

$$\sigma_{xx} = \sigma_0 \cdot \left[1 + \frac{1}{2} \left(\frac{r_f}{y} \right)^2 + \frac{3}{2} \left(\frac{r_f}{y} \right)^4 \right]$$

$$\sigma_{yy} = \frac{3}{2} \sigma_0 \cdot \left[\left(\frac{r_f}{y} \right)^2 - \left(\frac{r_f}{y} \right)^4 \right]$$

$$\sigma_{zz} = \sigma_0 \cdot \alpha \cdot v_m \cdot \left[1 + 2 \left(\frac{r_f}{y} \right)^2 \right]$$

avec:

σ_{xx} , σ_{yy} , σ_{zz} les contraintes principales respectivement dans les directions x, y et z

σ_0 , la contrainte de traction exercée sur la matrice

r_f , le rayon de la fibre

v_m , le coefficient de Poisson de la matrice

α , un scalaire compris entre 0 (en état de contrainte plane par rapport au plan (xy)) et 1 (en état de déformation plane par rapport au plan (xy)).

La plus élevée de ces trois contraintes est σ_{xx} , et elle prend comme valeur $3\sigma_0$ à l'interface fibre/matrice aux points de coordonnées ($x=0$, $y=\pm r_f$, z).

Les fibres sollicitées orthogonalement à leur direction sont donc le siège d'une triaxialité et d'une concentration des contraintes, et favorisent ainsi la formation de micro-craquelures.

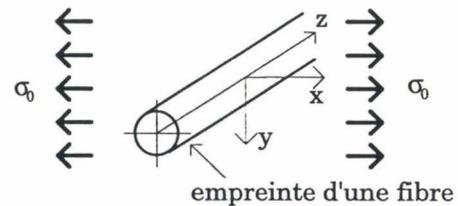


fig V.31: Fibre de verre sollicitée orthogonalement à sa direction

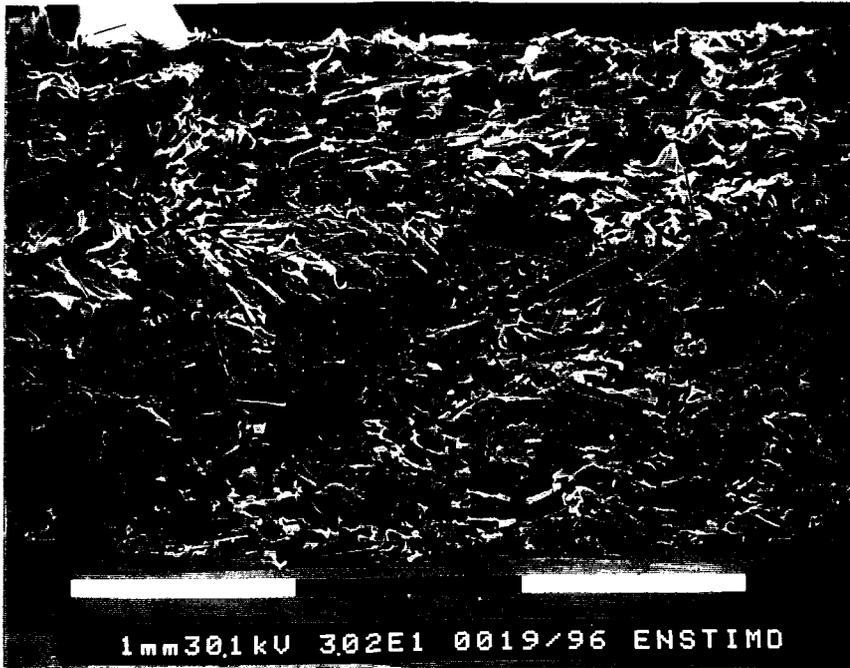


fig V.27: Faciès de rupture de la ligne de soudure d'une éprouvette en PP30FVC injectées selon les conditions maximales. 1 tiret blanc représente 1 mm.



fig V28: Décohésion fibre/matrice au niveau de la ligne de soudure d'une éprouvette injectée dans les conditions minimales. 1 tiret blanc représente 0,1 mm.

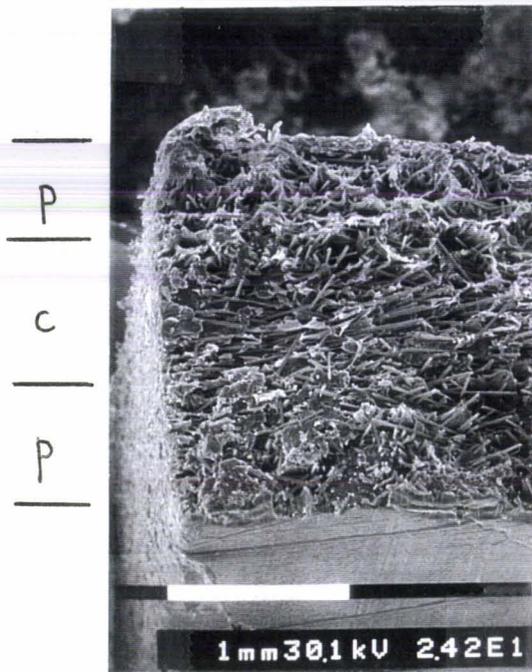


fig V.29: Faciès de rupture d'une éprouvette sans ligne de soudure injectée selon les conditions maximales. 1 tiret blanc représente 1 mm.

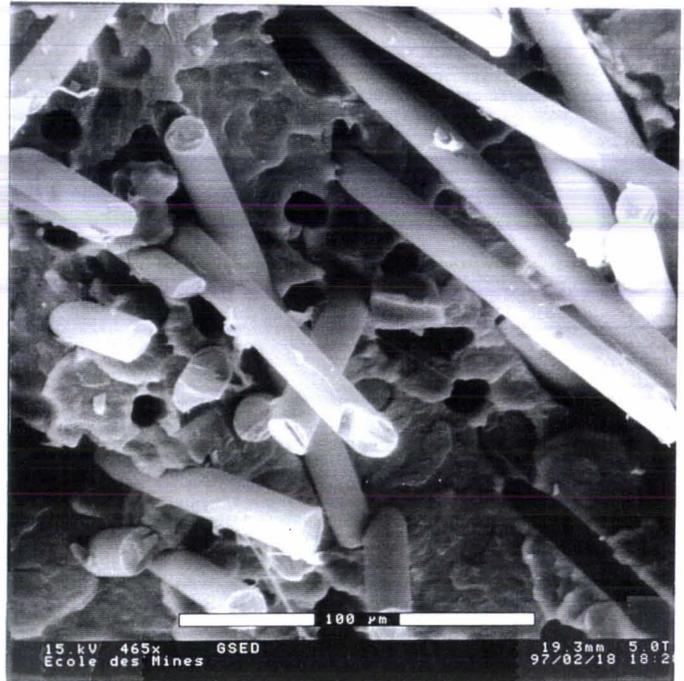


fig V.30: "pull-out" sans déformation plastique de la matrice (zone de peau d'une éprouvette sans ligne de soudure)

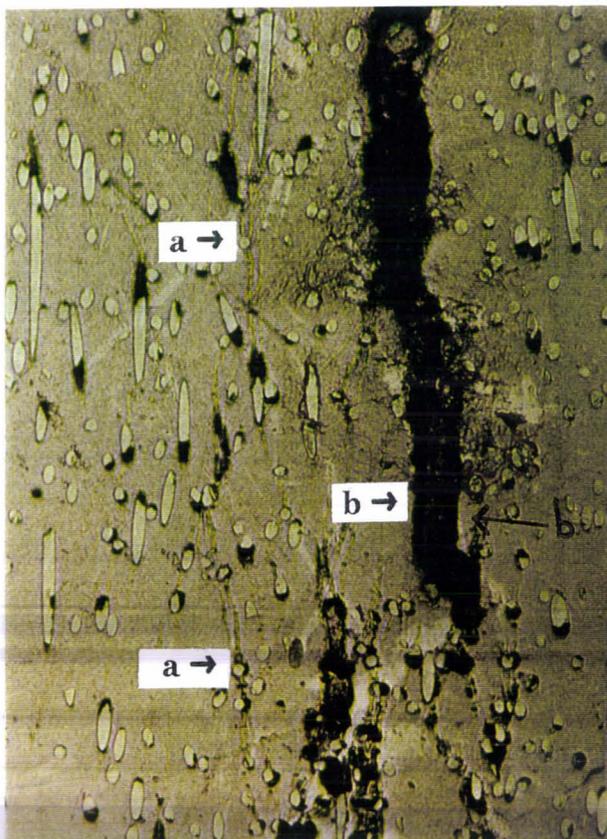
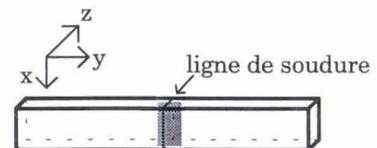


fig V.32: Mécanismes de fissuration à la ligne de soudure. a: micro-craquelures; b: fissures. (x 32)



La figure V.32 montre une coupe polie de la zone de soudure d'une éprouvette dont le test de traction a été suspendu après passage du seuil d'écoulement et avant rupture du matériau.

A la périphérie des fibres de verre perpendiculaires au plan (xy), la matrice présente des micro-craquelures (a) dont la direction est perpendiculaire à celle de la sollicitation.

La coalescence de ces micro-craquelures engendre par la suite des fissures (b) qui entraînent la ruine du matériau.

Au cours de l'essai de traction, c'est la coalescence de ces micro-craquelures, responsables d'un blanchiment du matériau à la ligne de soudure, qui est observée peu avant le passage du seuil d'écoulement.

D'un point de vue qualitatif, les analyses microscopiques montrent donc, pour les 2 conditions optimales du plan d'expériences, que les mécanismes d'amorçage et de propagation des fissures à la ligne de soudure sont identiques (*concentration des contraintes à la périphérie des fibres et déformation plastique de la matrice*).

En revanche, elles ne permettent pas d'expliquer quantitativement les différences de caractéristiques mécaniques obtenues. Il convient donc d'effectuer une analyse microstructurale du matériau.

V.2.1.3. Analyse microstructurale

Il est bien connu que les caractéristiques mécaniques d'un composite injecté dépendent étroitement des paramètres microstructuraux du matériau que sont l'orientation, le taux et la longueur des fibres, la cristallinité de la matrice et les porosités.

Les observations microscopiques montrent cependant que l'orientation des fibres à la ligne de soudure est indépendante des conditions de transformation et que les fibres se situent toutes dans un plan perpendiculaire à la direction de l'écoulement.

C'est la raison pour laquelle seuls les quatre autres paramètres microstructuraux énumérés ci-dessus sont étudiés.

Deux caractérisations structurales sont réalisées: La première sur la matière première (*les granulés*) et la seconde sur le matériau injecté.

Les méthodes expérimentales de détermination des taux massiques de fibres et taux de porosités, ainsi que les estimations respectives des erreurs commises pendant les mesures sont présentées en annexe 4.

Analyse microstructurale avant injection

Taux de fibres

La détermination du taux de fibres est effectuée par double pesée, sur balance METTLER AE 160 ($160\text{ g} \pm 0,1\text{ mg}$) avant et après pyrolyse de la matrice PP dans un four à 550°C pendant 4 heures.

Une moyenne sur 10 échantillons de 20 g environ est effectuée. Les valeurs des taux de fibres mesurées varient de 29,8 à 30,1% pour une moyenne de 29,96%, ce qui montre d'une part, que la dispersion des taux des fibres est relativement faible et que d'autre part, les résultats obtenus confirment ceux du fabricant.

Longueur des fibres

Les fibres obtenues après pyrolyse des granulés sont déposées sur un cache verre de diapositive, dispersée dans l'éthanol, et après évaporation de ce dernier, projetées sur un écran. Elles sont ensuite mesurées à la main une par une.

Mittal & al. [MIT 87] montrent qu'un minimum de 800 fibres est nécessaire afin d'obtenir une représentation correcte de la longueur moyenne des fibres contenues dans l'échantillon.

Thieltges & al. [THI 91] préconisent quant à eux le recensement de 800 à 1000 fibres.

C'est ce dernier chiffre qui est choisi pour élaborer l'histogramme de répartition des longueurs de fibres du PP30FVC avant injection présenté figure V.33. Sont également reportées les longueurs moyennes en nombre (L_n) et en longueur (L_l) définies respectivement par:

$$L_n = \frac{\sum_i l_i n_i}{\sum_i n_i} \quad \text{(V.2)}$$

et

$$L_l = \frac{\sum_i l_i^2 n_i}{\sum_i l_i n_i} \quad \text{(V.3)}$$

où n_i est le nombre de fibres de longueur l_i .

L'évaluation des dispersités est également un bon moyen de caractériser l'étalement des histogrammes de répartition en longueur. Les 2 dispersités retenues sont définies comme suit et elles seront utilisées plus loin dans le tableau V.8:

$$d_1 = \frac{L_l - L_n}{L_n} \quad \text{(V.4)}$$

et

$$d_2 = \frac{\sqrt{\frac{1}{\sum_i n_i - 1} \sum_i (l_i - L_n)^2}}{L_n} \quad (V.5)$$

Le facteur de forme moyen des fibres défini par $r = \frac{L_n}{d}$ est également calculé (d : diamètre des fibres de verre estimé à $14 \mu\text{m}$ par microscopie optique).

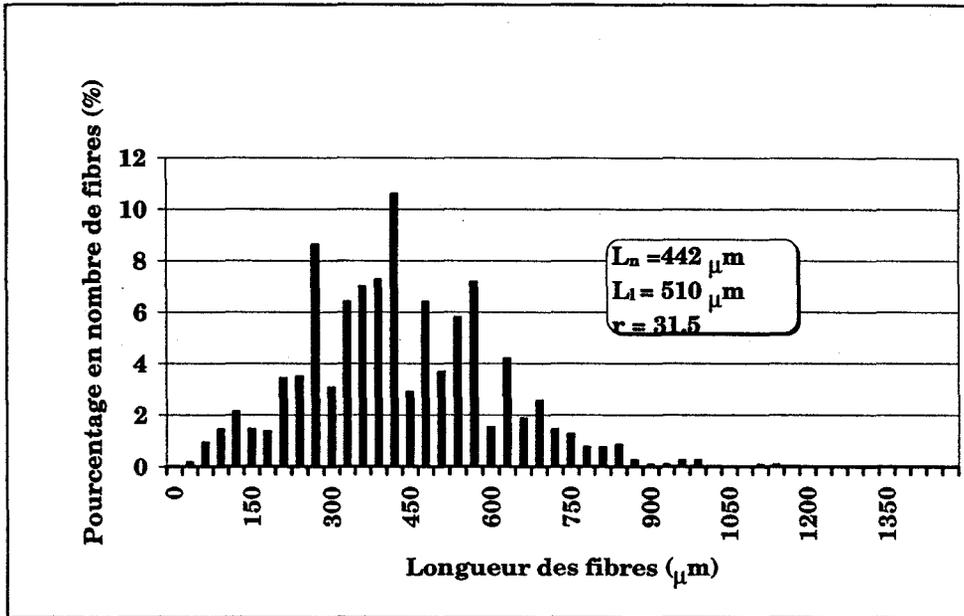


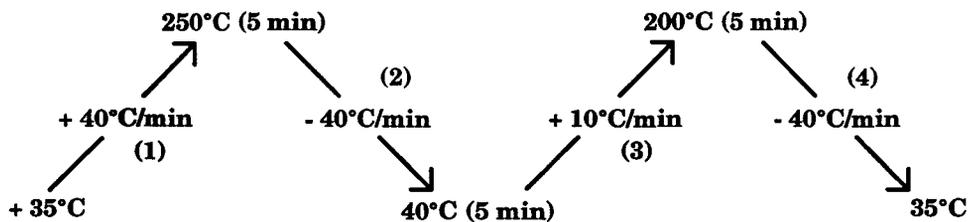
fig V.33: Histogramme de répartition des longueurs de fibres dans les granulés de PP30FVC (avant injection)

Les longueurs de fibres des matériaux injectés seront déterminées en utilisant la même procédure.

Cristallisation

La température de cristallisation du PP30FVC est déterminée par Analyse Enthalpique Différentielle (AED) grâce à un appareil DSC 7 PERKIN ELMER.

Afin de vérifier la reproductibilité des résultats, cinq échantillons de 15 mg environ suivent, sous balayage d'azote, le cycle thermique ci-dessous:



Les rampes de montée en température (1) et (3) sont choisies de manière à simuler l'autoéchauffement plus ou moins important du polymère soumis au cisaillement pendant la phase de dosage (*action de la contre-pression et de la vitesse de rotation de la vis*).

Les maintiens à 200°C et 250°C de la matière pendant 5 minutes simulent d'une part, les températures moyennes du polymère dans le système vis-fourreau pour les 2 conditions optimales du plan d'expériences (*températures de buse de 240 et 280°C*) et d'autre part, le temps de stagnation moyen dans le pot.

La vitesse de descente de -40°C/min des branches (2) et (4) est celle maximale admissible par l'appareillage non équipé d'un dispositif particulier de refroidissement. Elle est cependant beaucoup moins élevée que celle subie par le matériau pendant la phase de refroidissement du cycle d'injection (*notamment en peau*).

Les résultats de l'AED sont identiques pour les 5 échantillons, et le cycle thermique de référence est présenté figure V.34.

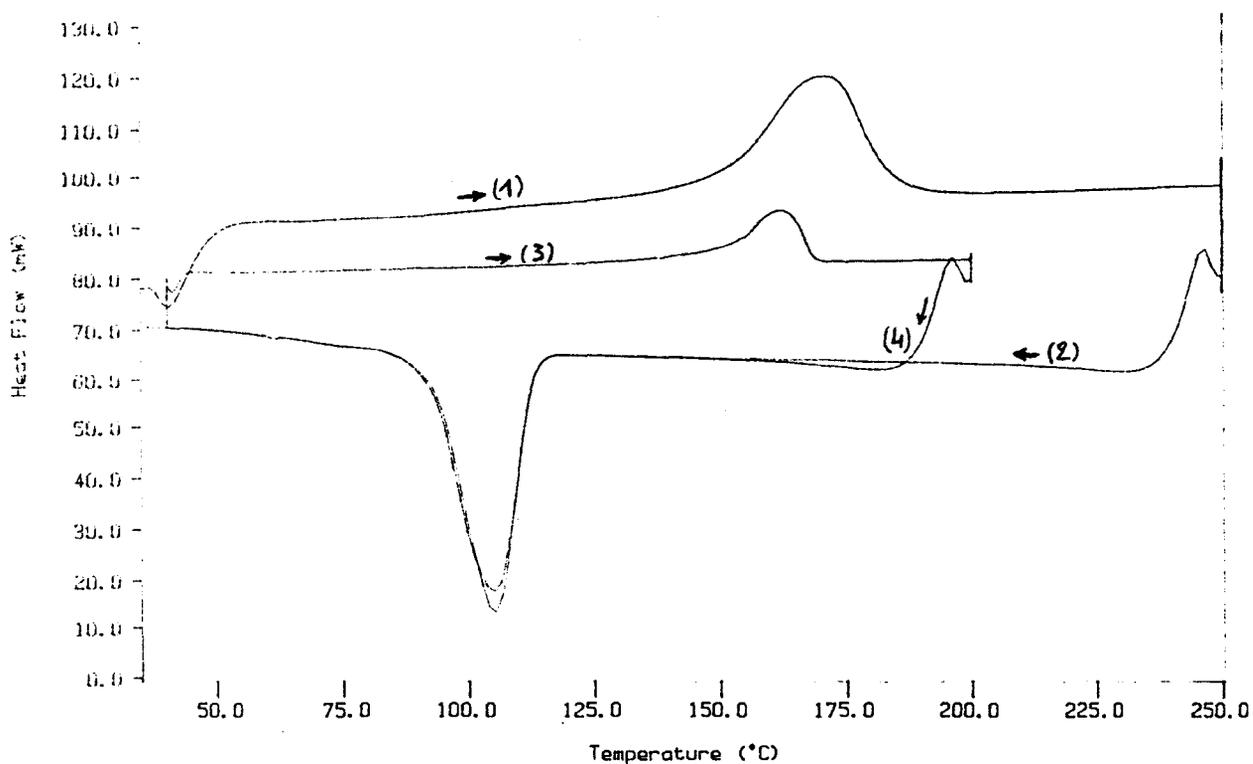


fig V.34: Cycle thermique de référence

La figure V.34 montre que les thermogrammes de cristallisation relatifs aux étapes (2) et (4) sont à peu près superposables, ce qui signifie que les conditions (+200°C pendant 5 minutes) sont suffisantes pour éliminer toute trace de structures cristallines près-existantes et que quelles que soient les températures de transformation de la matière, les températures de cristallisation sont identiques.

Le tableau V.7 ci-dessous indique les températures correspondant au début de la cristallisation et celle correspondant au maximum du pic de cristallisation.

	début de cristallisation	maximum du pic de cristallisation
Températures	117°C	105°C

tableau V.7: Températures de cristallisation du PP30FVC

Analyse microstructurale après injection

Les analyses microstructurales sont effectuées sur des plaques injectées selon les 2 conditions optimales du plan d'expériences.

- Une comparaison entre les taux de fibres et de porosités est effectuée au niveau et en dehors de la ligne de soudure comme le montre la figure V.35.

Neuf zones d'analyses sont découpées (20 mm x 10 mm x 2 mm) sur chaque plaque à la scie à ruban. les bavures dues à la découpe sont éliminées par polissage au papier de verre. L'opération est répétée sur 4 plaques injectées dans des conditions identiques.

Les zones de prélèvement 3, 6 et 9 se situent au droit de la ligne de soudure et les résultats obtenus sont supposés symétriques par rapport à celle-ci.

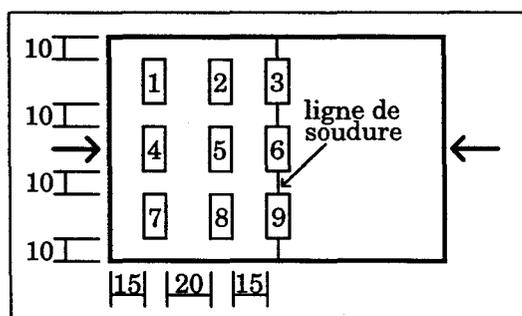


fig V.35: Zones de prélèvements

- Les histogrammes de répartition en longueur de fibres sont déterminés au niveau de la zone 6.
- Des expériences préliminaires par AED n'ont pas permis de mettre en évidence des différences de taux de cristallinité entre les différentes zones d'une même plaque.

Taux de fibres

Les figures V.36 et V.37 présentent les répartitions des taux massiques de fibres déterminés sur des plaques injectées selon les 2 conditions optimales du plan d'expériences.

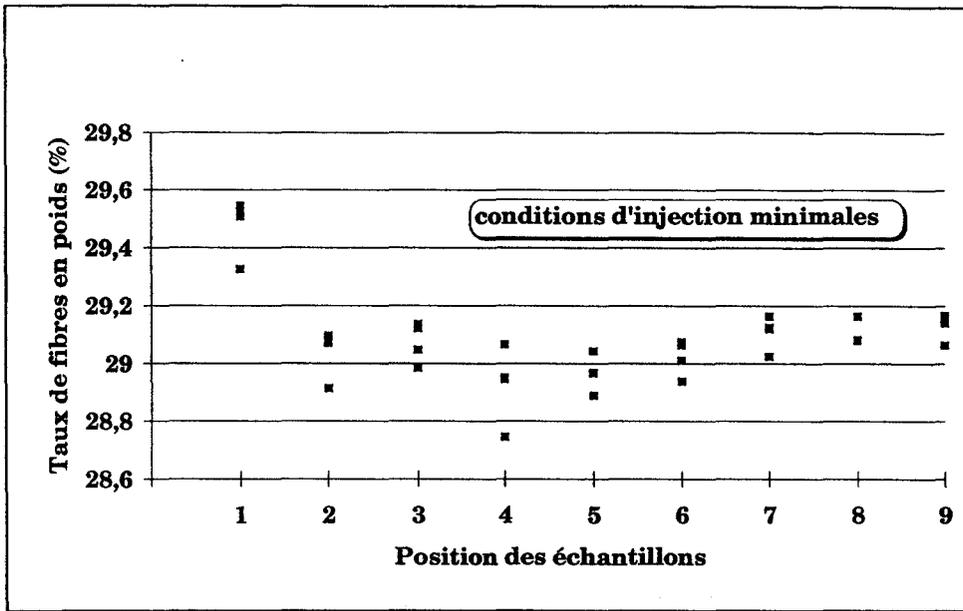


fig V.36: Répartition des taux de fibres en masse pour les conditions d'injection minimales

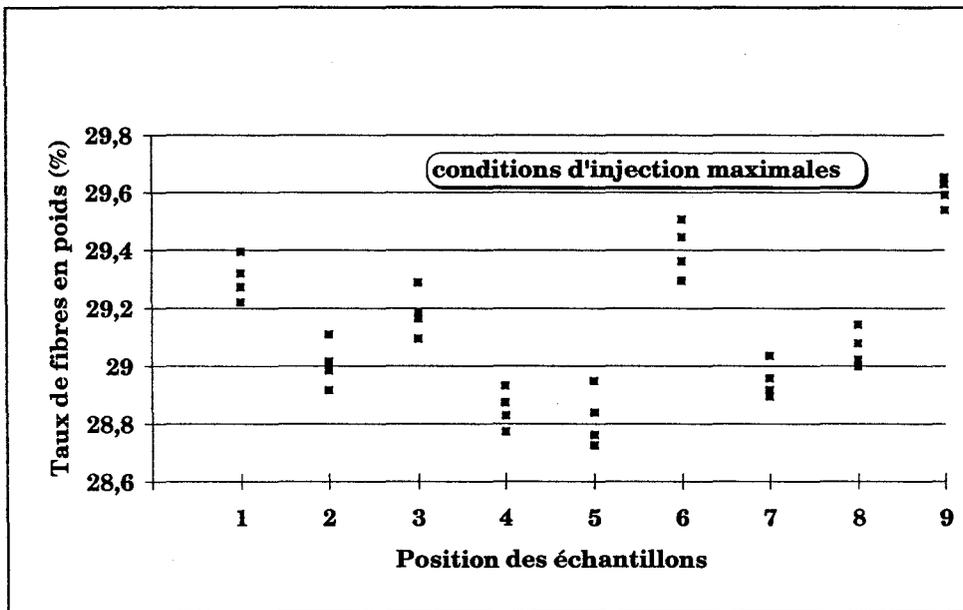


fig V.37: Répartition des taux de fibres en masse pour les conditions d'injection maximales

Pour une position donnée, la dispersion des taux mesurés est très faible, de l'ordre de 0,3% maximum.

Il convient toutefois de noter que les taux massiques de fibres relevés dans toutes les plaques sont toujours inférieurs à ceux des granulés (29,96%).

La différence entre les taux de fibres dans les granulés et les plaques injectées est de l'ordre de 3% et 2% respectivement pour les conditions minimales et maximales.

Cet écart ne peut cependant pas s'expliquer par les calculs d'erreur relatifs aux mesures effectuées. En effet, l'estimation des erreurs de mesures calculées en

annexe 4 donne des valeurs de 0,008% dans le cas des granulés et de 0,3% pour les échantillons découpés dans les plaques.

Entre les 2 conditions d'injection, il n'existe pas de différences significatives entre les taux massiques de fibres des échantillons prélevés en dehors de la ligne de soudure.

Une différence notable apparaît cependant lorsque sont comparés les taux de fibres des zones de soudure (*repérées 3, 6 et 9*). En effet, pour les conditions d'injection minimales, les fractions pondérales de fibres au niveau de la ligne de soudure sont identiques au reste de la plaque alors que dans les conditions maximales, elles présentent une nette augmentation.

Ces résultats confirment ou s'opposent à ceux qu'obtiennent certains auteurs.

Fisa & al. [FIS 87] et Sanschagrín & al. [SAN 90] s'intéressent à la ligne de soudure du PP chargé de billes de verre et mettent en évidence qu'il n'existe pas de gradients de concentration de charges entre les zones soudées et non soudées de la pièce. La technique qu'ils emploient n'est cependant pas développée, contrairement à Meddad & al. [MED 95] et Pisipati & al. [PIS 84] qui eux utilisent le comptage de fibres sur des coupes polies d'éprouvettes de PA 6-6.

Meddad & al. [MED 95] constatent également l'absence de gradients de concentration de fibres alors que Pisipati & al. [PIS 84] montrent que la ligne de soudure est beaucoup moins riche en fibres de verre.

Cependant, comme il a été discuté au paragraphe V.1.4, le polissage ne permet pas d'obtenir une représentation fiable de la proportion de fibres, compte tenu de la faible probabilité d'intercepter des fibres parallèles au plan de coupe.

La détermination du taux massique de fibres par calcination est donc a posteriori le meilleur moyen de mettre en évidence des gradients de concentration de charges au sein d'un composite.

La différence qui existe entre les conditions minimales et maximales d'injection peut donc s'expliquer par l'effet de bord que provoque la présence de la ligne de soudure.

L'équilibre des pressions entre les 2 fronts de rencontre entraîne un gradient de pression entre la zone de soudure et les seuils d'injection, ce qui favorise un déplacement de matière des seuils vers la ligne de soudure pendant la phase de nourrissage (*phase de maintien*).

Dans les conditions d'injection maximales, les températures élevées du moule et de la matière permettent d'appliquer la pression de maintien pendant une durée plus longue que dans les conditions minimales.

Cependant, comme il sera discuté plus loin, les temps de figeage des seuils diffèrent de 2 secondes entre les 2 conditions optimales (*11 sec et 13 sec respectivement pour les conditions minimales et maximales*).

Il est donc logique de penser que les 2 secondes supplémentaires ont une influence négligeable quant à la formation des gradients de concentration en fibres de verre, et que c'est le niveau de pression de maintien qui est le paramètre de transformation qui gouverne le taux massique de fibres à la ligne de soudure.

Une pression de maintien élevée entraîne une concentration de fibres supérieure au niveau de la ligne de soudure.

Taux de cristallinité

Les taux de cristallinité des plaques injectées selon les 2 conditions optimales sont déterminés par AED après découpe à la micro-scie diamantée BUEHLER d'échantillons de dimensions 2 mm x 1 mm x 2 mm au centre des zones 1 à 9 (fig V.35).

Les thermogrammes de fusion sont réalisés à +20°C/min (cf fig V.38) et les taux de cristallinité de la matrice sont systématiquement calculés en fonction de la masse de PP effectivement présente dans l'échantillon.

Après passage en AED, une pyrolyse du matériau est donc effectuée dans une thermo-balance TGA 7 PERKIN ELMER. Cette pyrolyse est menée sous balayage d'azote, de +40°C à +600°C à la vitesse de +5°C/min.

La perte de masse enregistrée correspond à celle de la matrice PP contenue au sein de l'échantillon (cf fig V.38).

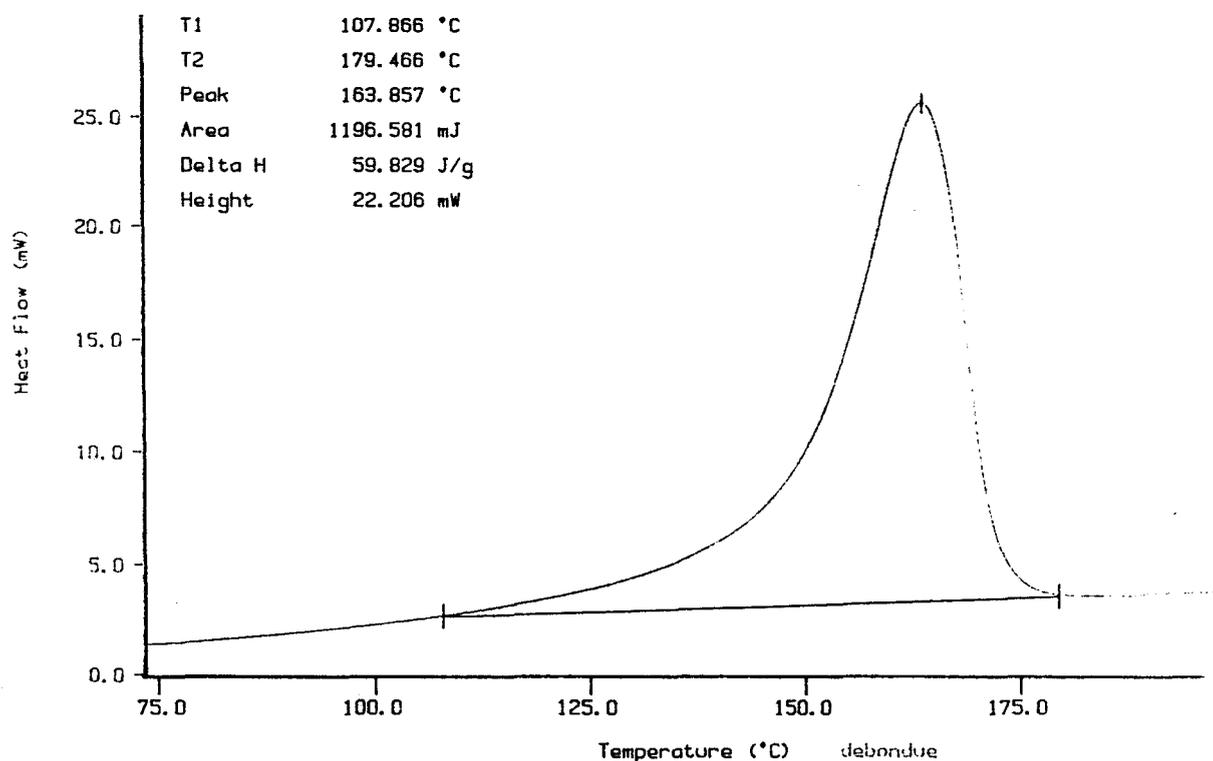


fig V.38: Thermogramme de fusion d'un échantillon prélevé dans la zone 6 d'une plaque injectée en conditions maximales

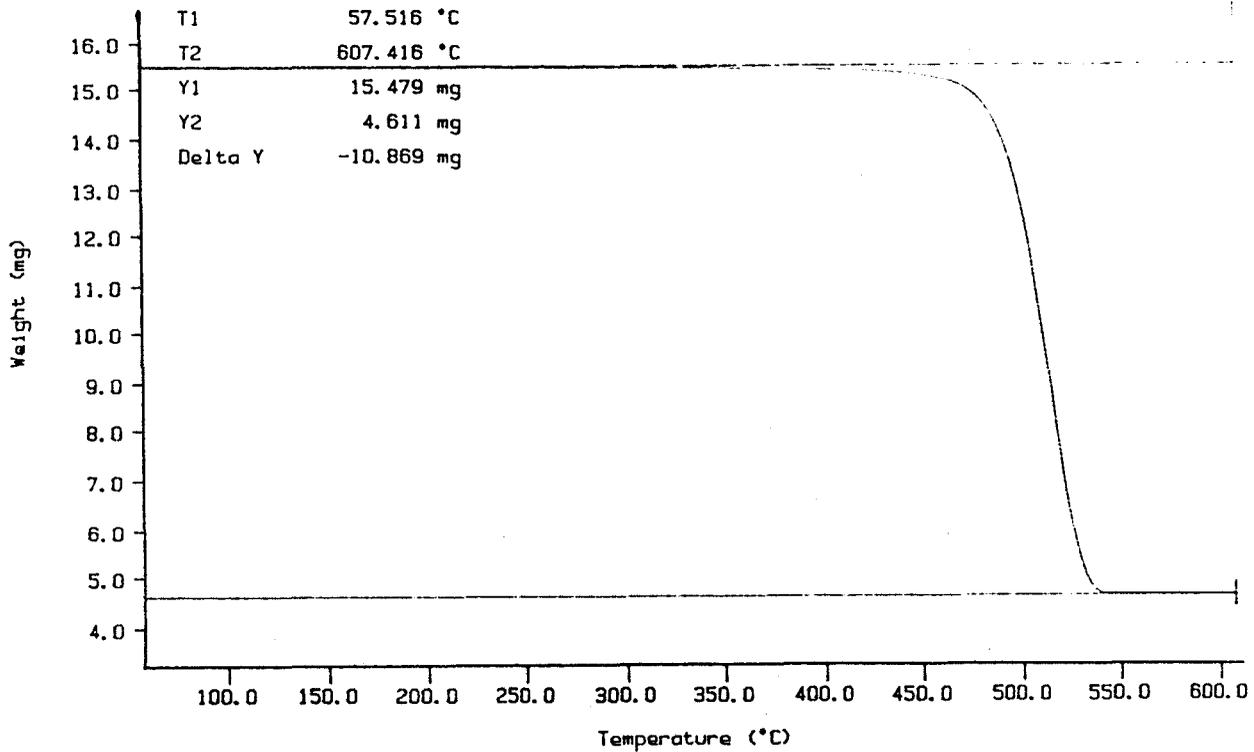


fig V.39: Perte de masse sous azote de l'échantillon dont le thermogramme est présenté figV.38.

Les taux de cristallinité réels, X_{cr} , sont ensuite déterminés, par la formule suivante, en tenant compte de la masse réelle de PP contenu dans l'échantillon et de la valeur de l'enthalpie de fusion du PP totalement cristallin proposée par Monasse [MON 82], soit 147 J/g:

$$X_{cr} = \frac{m_{ech.} \cdot \Delta H_{AED}}{\Delta H_{100\%} \cdot m_{PP}} \quad \{V.6\}$$

avec: $m_{ech.}$: la masse de l'échantillon prélevé sur les plaques
 ΔH_{AED} : l'enthalpie de fusion déterminée par AED
 $\Delta H_{100\%}$: l'enthalpie de fusion du PP totalement cristallin: 147 J/g
 m_{PP} : la masse de la matrice PP contenue dans l'échantillon et obtenue par analyse thermogravimétrique.

Comme il a déjà été signalé plus haut, aucune différence significative de taux de cristallinité n'a été relevée entre les différentes zones de prélèvements d'une même plaque.

En revanche, entre les deux conditions d'injection optimales, les taux de cristallinité varient de manière significative, comme le montre le tableau V.7.

	X _{cr} (%)
conditions minimales	55,4
conditions maximales	59,6

tableau V.7: Taux de cristallinité réels mesurés dans les zones de prélèvement 6 pour les 2 conditions d'injection optimales.

Le taux de cristallinité des pièces injectées selon les conditions maximales est donc plus élevé que celui des plaques injectées en conditions minimales.

Taux de porosités

Comme évoqué lors de l'analyse fractographique (fig V.27), des zones sombres, à priori assimilables à des porosités, sont visibles sur les faciès de rupture au niveau de la ligne de soudure.

Il est donc logique de se demander d'une part, si le taux de ces porosités est plus élevé au niveau de la ligne de soudure (*emprisonnement d'air lors de la rencontre des 2 fronts*) et d'autre part, si ces porosités sont susceptibles, en provoquant l'apparition de zones de concentrations de contraintes, de constituer des amorces de rupture, et donc d'affaiblir le matériau.

Pour les 2 conditions d'injection optimales du plan d'expériences, les taux de porosités sont déterminés pour chacune des 9 zones de prélèvement. Comme pour les mesures de taux de fibres, l'opération est répétée sur 4 plaques injectées dans des conditions identiques.

Pour un échantillon donné, le taux de vide, ou fraction volumique de cavité, φ_{vide} , est déterminé par la relation suivante, développée en annexe 4:

$$\varphi_{\text{vide}} = 1 - \rho_{\text{ech}} \cdot \left[\frac{\varphi_{\text{pf}}}{\rho_f} + \frac{1 - \rho_{\text{pf}}}{\rho_m} \right] \quad \{V.7\}$$

- avec: ρ_{ech} : la masse volumique de l'échantillon
 φ_{pf} : le taux massique de fibres
 ρ_f : la masse volumique du verre (2,6 g/cm³)
 ρ_m : la masse volumique de la matrice PP.

La figure V.40 présente les résultats pour les 2 conditions optimales d'injection.

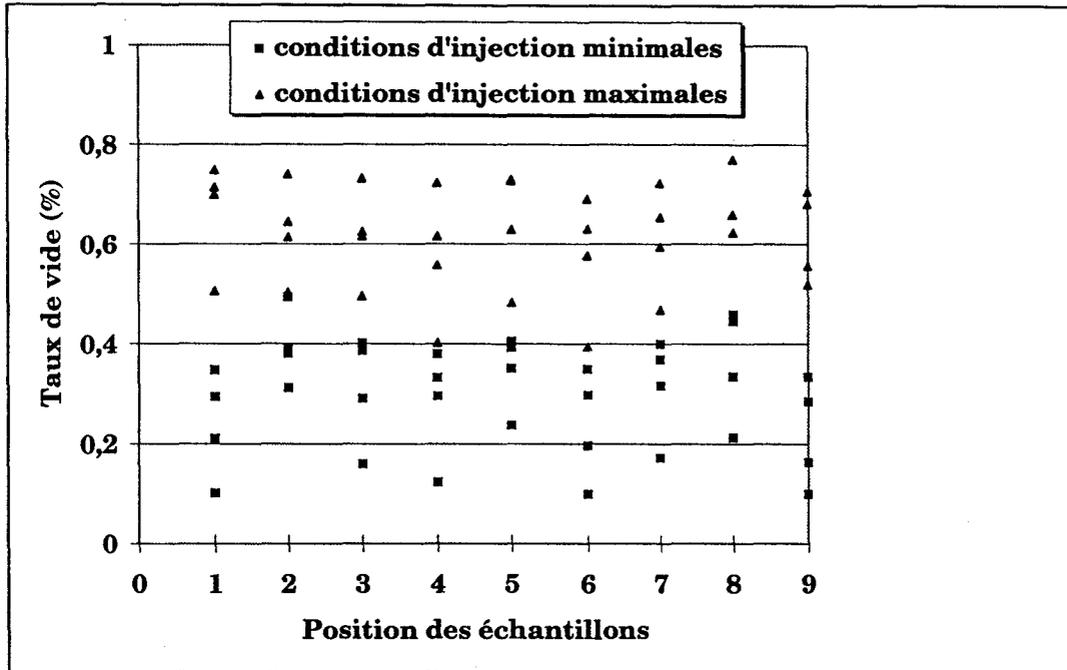


fig V.40: Taux de vide en fonction des zones de prélèvement pour les 2 conditions d'injection optimales.

Aucune variation du taux de vide n'est constatée au niveau de la ligne de soudure (zones 3, 6 et 9), ce qui contredit les affirmations de Vaxman et Narkis [VAX 89] qui expliquent la corrélation entre taux de fibres et taux de vide par une accumulation de bulles d'air aux extrémités des fibres.

Il est en effet logique de penser, en suivant leur raisonnement, que le taux de vide à la ligne de soudure d'une plaque injectée selon les conditions maximales devrait être supérieur à celui de la ligne de soudure d'une plaque injectée en conditions minimales. En effet, il a été montré précédemment qu'un gradient de taux de fibres existe au niveau de la ligne de soudure du PP30FVC injecté en conditions maximales.

De cette analyse, il ressort d'une part, que la rencontre de 2 fronts d'écoulement n'entraîne pas d'emprisonnement d'air au niveau de la ligne de soudure, et que d'autre part, les porosités présentes dans cette zone ne sont pas à elles seules responsables des amorces de rupture qui affaiblissent le matériau (les caractéristiques mécaniques maximales sont en effet obtenues avec des taux de vide plus élevés).

Les zones de contraste de la figure V.27 ne peuvent donc pas, de par leur taille, être attribuées à la présence de porosités, mais proviennent certainement d'une propagation des fissures dans des plans décalés formant la soudure.

L'étude morphologique du paragraphe V.1.4 a en effet montré que la ligne de soudure est matérialisée par une zone de quelques millimètres de large dans

laquelle les fibres sont orientées perpendiculairement à la direction de l'écoulement.

De plus, il est intéressant et assez paradoxal de constater qu'en tous points d'une plaque injectée en conditions minimales le taux de porosité est toujours inférieur à celui d'une plaque injectée en conditions maximales. Le niveau de pression de maintien plus élevé en conditions maximales aurait dû abaisser ce taux de vide.

Il en résulte que les porosités au sein des pièces ne sont donc pas attribuables à la phase de maintien mais à la phase de refroidissement du polymère.

Les figures V.41 et V.42 modélisent les variations de température en fonction du temps et de la distance au plan médian des plaques injectées selon les 2 conditions optimales du plan d'expériences.

L'évolution des températures, donnée par la série de CARLSLAW [CAR 59] (*cf chapitre III traitant des polymères amorphes*), nécessite quelques hypothèses:

- Les plaques sont supposées infinies et d'épaisseur 2 mm, ce qui implique que les gradients de température et les flux de chaleur sont prépondérants dans la direction de l'épaisseur (*axe z*).
- Le temps $t=0$ correspond à la commutation entre les phases de remplissage et de maintien.
- L'exothermie de cristallisation est négligée.
- Les conductivité thermique (k) et capacité calorifique (C_p) du composite PP30FVC sont estimées respectivement à 0,156 Watts/m^{°K} et 2,55 kJ/kg^{°K}.
- La masse volumique du polymère est fixée à 1,1.10³ kg/m³.

Sur chacune des figures est indiqué le temps de figeage des seuils, obtenu sur les courbes de variation de pression à l'intérieur du moule. Ce temps de figeage est de 11 secondes en conditions minimales contre 13 secondes en conditions maximales.

Les essais de cristallisation réalisés en AED ont mis en évidence que la cristallisation débute à 117°C et que le maximum du pic se situe aux alentours de 105°C. Ceci signifie donc, même si la modélisation du refroidissement ne reflète pas exactement la réalité (*compte tenu des hypothèses formulées plus haut*), que la cristallisation se produit sous effet de la pression de maintien dans le cas d'une plaque injectée en conditions minimales.

Les vides occasionnés pendant la cristallisation par les arrangements macromoléculaires sont donc compensés par un nourrissage en polymère de la plaque.

En revanche, une plaque réalisée selon les conditions maximales voit débiter la cristallisation de sa zone de coeur après figeage des seuils, c'est à dire en absence de pression de maintien (*cf fig V.41*). Les vides intersphérolitiques ne peuvent donc plus être compensés.

La figure V.40 montre en effet que les taux de vide sont plus faibles en conditions maximales d'injection qu'en conditions minimales.

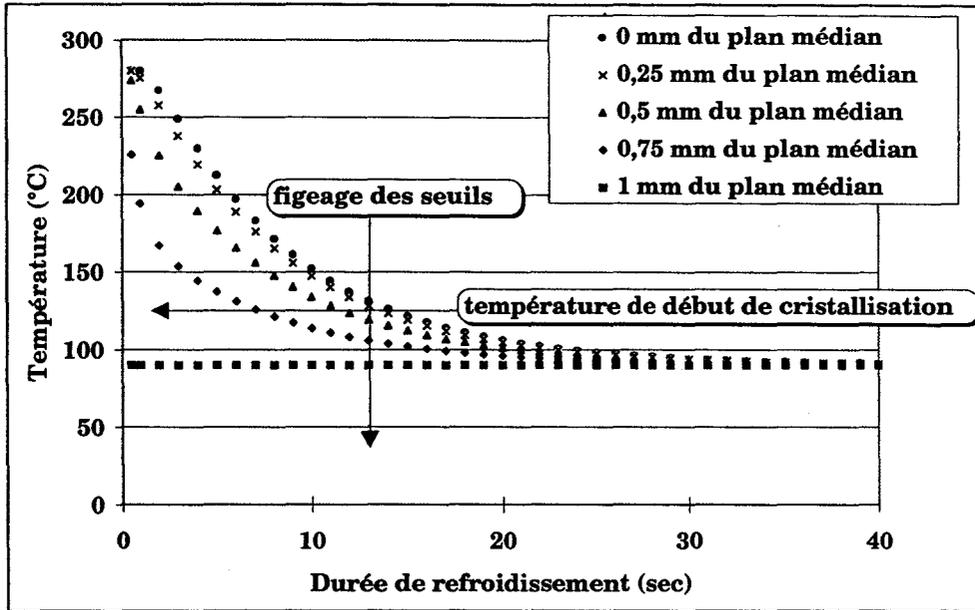


fig V.41: Modélisation des variations de températures en fonction du temps et de la distance au plan médian dans une plaque injectée en conditions maximales. Température d'injection: 280°C; température du moule: 80°C.

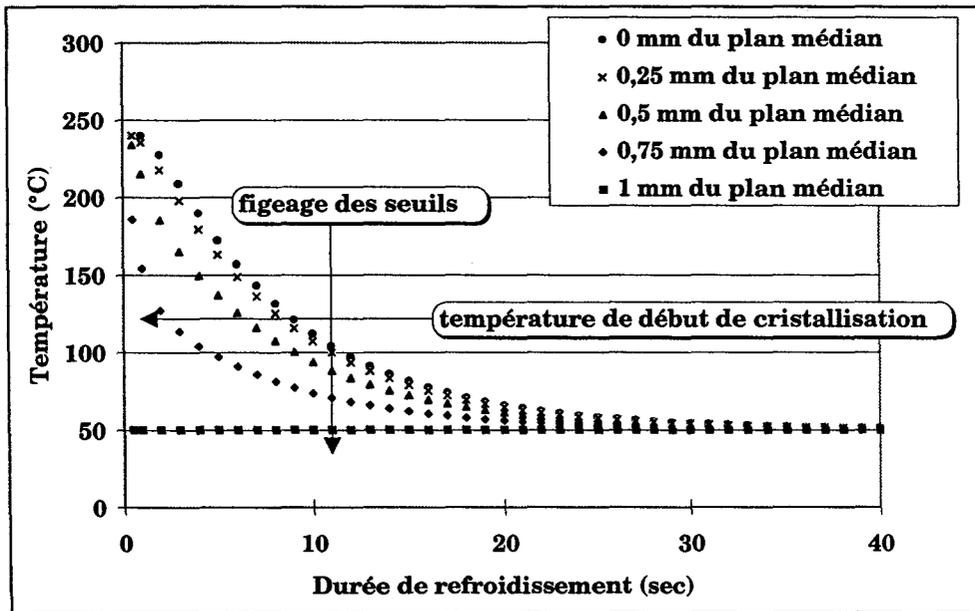


fig V.42: Modélisation des variations de températures en fonction du temps et de la distance au plan médian dans une plaque injectée en conditions minimales. Température d'injection: 240°C; température du moule: 40°C.

Longueurs des fibres

Les répartitions des longueurs de fibres sont étudiées pour les 2 conditions d'injection (*au niveau de la zone 6*) et sont comparées à celles obtenues sur les granulés.

Le tableau V.8 présente les valeurs des longueurs moyennes en nombre et en longueur (L_n et L_l), des dispersités et des facteurs de forme dans chacun des cas.

	Granulés	Conditions maximales	Conditions minimales
L_n (μm)	442	401	355
L_l (μm)	510	463	414
d_1	0,15	0,15	0,16
d_2	0,39	0,38	0,4
r	31,5	28,6	25,4

tableau V.8: Paramètres caractéristiques des longueurs de fibres dans les granulés et les plaques injectées

L'analyse du tableau montre clairement que l'injection du polymère PP30FVC s'accompagne d'une réduction marquée des longueurs de fibres, et que cette dégradation est beaucoup plus marquée en conditions minimales qu'en conditions maximales.

Cependant, les dispersités sont relativement faibles et restent constantes quelles que soient les conditions de transformation. La dégradation des fibres de verre s'effectue donc de manière non sélective et homogène.

Forgacs & al. [FOR 59] montrent que la dégradation des fibres est due principalement aux contraintes de cisaillement existant dans la matrice.

Il en résulte, pour une vitesse d'injection fixée, que les contraintes de cisaillement sont d'autant plus importantes que la viscosité du polymère est élevée.

Il est donc logique de constater dans les conditions maximales, où la viscosité du polymère est plus faible (*hautes températures du moule et de la matière*), que les longueurs de fibres sont supérieures à celles obtenues en conditions minimales.

Cette remarque est également justifiée par le fait qu'une faible vitesse d'injection (*conditions maximales*) entraîne, surtout au niveau des seuils d'injection, des contraintes de cisaillement inférieures à celles subies à grande vitesse par le polymère (*conditions minimales*).

La plus grande dégradation des fibres en conditions minimales trouve donc son origine dans une vitesse d'injection élevée couplée à des températures basses de la matière et du moule.

V.2.1.4. Conclusion

L'étude précédente a mis en évidence que la résistance mécanique des lignes de soudure du PP30FVC dépend de 2 facteurs importants:

- Une orientation des fibres parallèle au plan de la ligne de soudure, induite par l'effet fontaine, et surtout inhérente à l'écoulement du polymère dans le moule
- Des caractéristiques microstructurales du matériau, elles même influencées par les paramètres de mise en oeuvre.

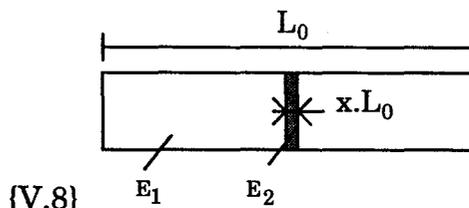
De l'étude paramétrique, il est ressorti que le module de Young d'une éprouvette avec ligne de soudure dépend principalement de la vitesse d'injection, et dans une moindre mesure des températures du moule et de la matière.

La résistance au seuil d'écoulement dépend quant à elle principalement de la température du moule.

Module de Young

Comme l'ont montré Fisa & al. [FIS 91], le module de Young d'une éprouvette contenant une ligne de soudure dépend étroitement des caractéristiques hors ligne de soudure de l'éprouvette. L'expression du module de Young équivalent (E_t) qu'ils proposent est de la forme:

$$E_t = \frac{E_1 E_2}{E_2 + (E_1 - E_2) \cdot x}$$



{V.8}

avec: E_1 : le module de Young hors ligne de soudure
 E_2 : le module de Young à la ligne de soudure
 L_0 : la longueur initiale de l'éprouvette
 $x \cdot L_0$: la largeur de la ligne de soudure ($x \ll 1$).

La largeur de la ligne de soudure étant faible par rapport à la longueur de l'éprouvette ($x \ll 1$), ils en déduisent alors que le module de Young d'une éprouvette possédant une ligne de soudure est tel que $E_t \approx E_1$.

En comparant les faciès de rupture² hors ligne de soudure d'éprouvettes injectées selon les conditions minimales et maximales (*respectivement figures V.43 et V.44*), il est aisé de constater que la couche de coeur (c), où les fibres sont orientées transversalement à la direction de l'écoulement, est nettement moins épaisse pour les conditions maximales.

² Les faciès présentés sont ceux obtenus après essais de choc Charpy. Cette méthode d'essais est choisie du fait de la grande vitesse de sollicitation permettant ainsi de masquer l'effet de viscoélasticité de la matrice polypropylène et de révéler nettement les couches composant le matériau.

Etant donné que les fibres orientées dans le sens de la sollicitation contribuent principalement à la rigidité de traction du matériau, il est donc logique de penser que les éprouvettes disposant de couches de peau (p) plus épaisses en dehors de la soudure auront une rigidité améliorée.

Les tests de traction ont en effet mis en évidence que les plaques contenant une ligne de soudure ont un module de Young plus élevé lorsqu'elles sont injectées selon les conditions maximales.

Bright & al. [BRI 78] s'intéressent à l'influence des paramètres d'injection sur les épaisseurs relatives coeur/peau d'éprouvettes injectées en composites. Ils montrent que le paramètre le plus influent est la vitesse d'injection, et que plus sa valeur est grande, plus l'épaisseur de la couche de coeur est élevée.

Il est donc logique d'expliquer la dépendance de la rigidité d'une éprouvette avec ligne de soudure vis à vis de la vitesse d'injection par des rapports d'épaisseur coeur/peau différents en dehors de la zone de soudure.

En conditions minimales, la vitesse d'injection est élevée, ce qui augmente l'épaisseur de la couche de coeur et par conséquent diminue les épaisseurs des couches de peau.

D'autre part, dans le cas d'un composite unidirectionnel à fibres très courtes et de longueur l_f , Krenchel [KRE 64] propose une estimation du module de Young longitudinal (E_l) de la forme:

$$E_l = \eta_l \cdot E_f \cdot \varphi_{vf} + E_m \cdot (1 - \varphi_{vf}) \quad \{V.9\}$$

avec: E_f et E_m respectivement les modules de Young des fibres et de la matrice
 φ_{vf} le taux volumique de fibres

η_l le facteur de correction de longueur de fibres défini par $\eta_l = 1 - \frac{l_c}{2 \cdot l_f}$, où l_c désigne la longueur critique des fibres.

En considérant l'expression de ce module de Young valable dans les couches de peau de l'éprouvette hors ligne de soudure, il est possible d'expliquer l'influence des températures de la matière et du moule sur le module de Young d'une éprouvette contenant une ligne de soudure.

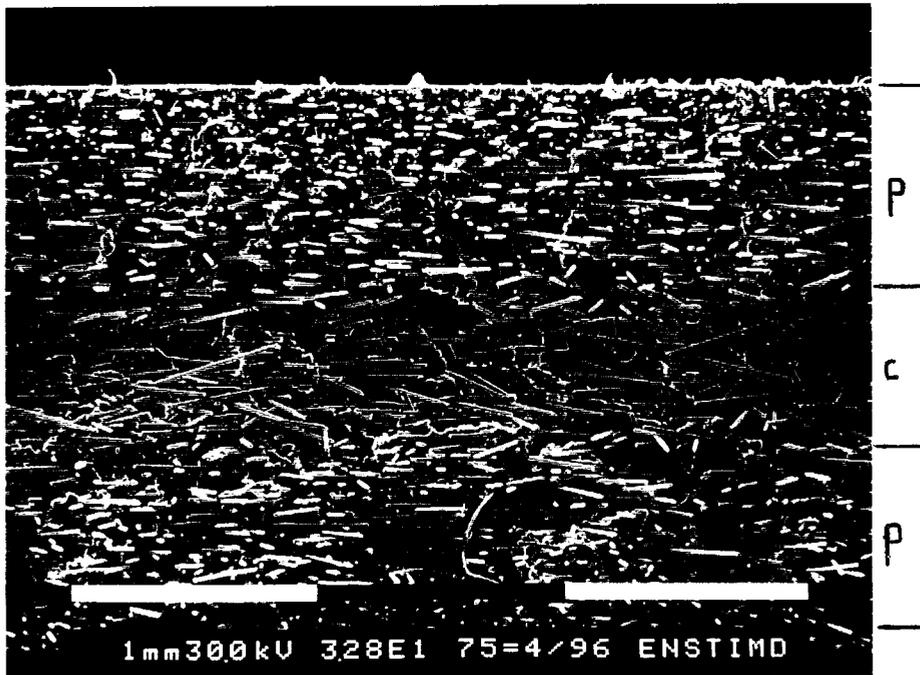


fig V.43: Faciès de rupture hors ligne de soudure d'une éprouvette injectée en conditions minimales et sollicitée en choc Charpy. 1 tiret blanc représente 1 mm.



fig V.44: Faciès de rupture hors ligne de soudure d'une éprouvette injectée en conditions maximales et sollicitée en choc Charpy. 1 tiret blanc représente 1 mm.

En effet, l'analyse microstructurale a montré que des températures de moule et de matière élevées limitent la dégradation des fibres, ce qui sous-entend que la valeur du coefficient η_1 est alors supérieure en conditions maximales qu'en conditions minimales, et par conséquent que le module E_1 est supérieur.

Contrainte au seuil d'écoulement

L'analyse microstructurale au niveau des zones de prélèvement 6 a montré que les lignes de soudure du PP30FVC présentent des taux massiques de fibres à peu près équivalents, et ce quelles que soient les conditions d'injection.

En conditions minimales, le taux pondéral de fibres est de 29%, alors qu'il est proche de 29,4% en conditions maximales (cf fig. V.36 et V.37).

En revanche, les longueurs moyennes de fibres sont supérieures de près de 13% en conditions maximales.

A taux massiques de fibres équivalents, il en résulte que le nombre de fibres est plus élevé au niveau de la ligne de soudure lorsque la plaque est injectée selon les conditions minimales du plan d'expériences.

Par conséquent, compte tenu des concentrations de contraintes au voisinage immédiat des fibres orthogonales à l'axe de la sollicitation, la quantité d'amorces de rupture est donc plus élevée en conditions minimales, ce qui affaiblit d'autant plus le matériau.

De plus, une température du moule élevée a tendance à privilégier une organisation cristalline du matériau, notamment dans les couches de l'éprouvette proches de la surface du moule.

Il est donc logique de penser, même si les AED ont été effectuées sur des échantillons prélevés dans toute l'épaisseur de la plaque, que les taux de cristallinité plus élevés des plaques injectées en conditions maximales trouvent leur origine dans une température du moule élevée.

La contrainte au seuil de la ligne de soudure du PPFVC est donc dépendante du taux de cristallinité de la matrice.

V.2.1.5. Calcul prévisionnel de la résistance au seuil de la ligne de soudure

Comme il vient d'être énoncé ci-dessus, la résistance au seuil d'écoulement d'une ligne de soudure en PP30FVC dépend non seulement des paramètres microstructuraux du matériau mais également de l'orientation des fibres dans le plan de la soudure.

Dans ses travaux, Rahmani [RAH 90] effectue un calcul prévisionnel de la résistance au seuil d'écoulement de la ligne de soudure d'un PPFVC dans lequel il ne prend en compte que l'effet de l'orientation des fibres.

Il est donc intéressant de vérifier si son modèle reste valable en y intégrant cette fois-ci les caractéristiques microstructurales déterminées dans l'analyse précédente.

Les analyses fractographiques indiquent que la résistance au seuil de la ligne de soudure peut être assimilée à la résistance transverse d'un composite unidirectionnel à fibres courtes. En admettant la validité de la loi des mélanges sur les contraintes au seuil, la résistance transverse au seuil d'écoulement peut être estimée par:

$$\sigma_{ls} = \sigma_m(1 - A_f) + \sigma_f A_f \quad \text{(V.10)}$$

avec σ_{ls} , la résistance au seuil de la ligne de soudure

σ_m , la résistance au seuil de la matrice

σ_f , la résistance transverse de la fibre

A_f , la fraction surfacique occupée par les fibres.

En considérant chaque fibre de facteur de forme et de diamètre constants et uniformément enrobée dans un parallélépipède de section carrée (cf fig V.45), Rahmani [RAH 90] établit les relations entre la fraction volumique des fibres, ϕ_{vf} , la fraction surfacique des fibres A_f , et les dimensions du parallélépipède:

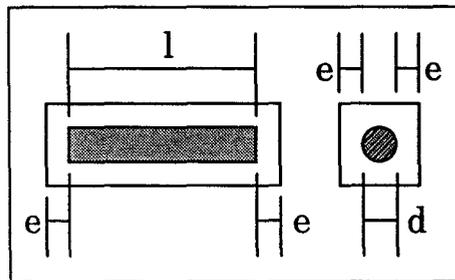


fig V.45: Schéma d'une fibre enrobée dans la matrice

$$\phi_{vf} = \frac{\pi}{4(\lambda+1)^2 \left(1 + \frac{\lambda}{r}\right)} \quad \text{(V.11)}$$

$$A_f = \frac{1}{(1+\lambda)\left(1 + \frac{\lambda}{r}\right)} \quad \text{(V.12)}$$

avec $\lambda = \frac{2e}{d}$.

Les équations {V.11} et {V.12} donnent:

$$A_f = \frac{4\phi_{vf}(1+\lambda)}{\pi} \quad \text{(V.13)}$$

Le paramètre λ est obtenu d'après l'équation {V.11} après calcul de φ_{vf} par la relation {V.14}:

$$\varphi_{vf} = \frac{1 - \varphi_{vide}}{1 + \frac{\rho_f}{\rho_m} \left(\frac{1}{\varphi_{pf}} - 1 \right)} \quad \{V.14\}$$

avec φ_{vide} , le taux de vide
 ρ_f , la masse volumique des fibres fixée à 2.6 g/cm³
 ρ_m , la masse volumique de la matrice
 φ_{pf} , la fraction pondérale des fibres.

Le tableau V.9 résume les différentes caractéristiques microstructurales des matériau (au niveau de la ligne de soudure), ainsi que les contraintes au seuil d'écoulement de plaques injectées en PP (matrice identique à celle du PPFVC) sans ligne de soudure selon les 2 conditions optimales du plan d'expériences.

	φ_{vide} (%)	X_{cr} (%)	ρ_m (g/cm ³)	r	φ_{pf} (%)	σ_m (MPa)
Conditions minimales	<< 1%	55.4	0.904	25.4	29	35.1
Conditions maximales	<< 1%	59.6	0.908	28.6	29.4	37.6

tableau V.9: Résultats de l'analyse microstructurale (zone 6 des éprouvettes).

Au passage du seuil d'écoulement, en supposant la résistance associée à la fibre du fait de la décohésion fibre-matrice, l'équation {V.10} se simplifie sous la forme:

$$\sigma_{ls} = \sigma_m (1 - A_f) \quad \{V.15\}$$

En négligeant les taux de vide très nettement inférieurs à 1%, l'équation {V.15} permet de calculer les résistances au seuil des lignes de soudure du PP30FVC pour les 2 conditions optimales du plan d'expériences (tableau V.10).

	Résistance au seuil estimée par {V.15} (MPa)	Résistance au seuil mesurée (MPa)	Ecart par rapport à la prévision (%)
Conditions minimales	21.5	22.4	+4%
Conditions maximales	23.1	24.5	+6%

tableau V.10: Comparaison des résistances au seuil théoriques et expérimentales des lignes de soudure du PP30FVC.

Le modèle théorique traduit donc avec une bonne précision les résultats expérimentaux.

Il faut également remarquer que la variation des contraintes au seuil estimées tient compte de l'évolution microstructurale des matériaux injectés selon les 2 conditions optimales.

V.2.1.6.Conclusion

L'étude paramétrique montre qu'une action sur les paramètres d'injection permet d'optimiser les caractéristiques mécaniques des lignes de soudure du PP30FVC.

Cette optimisation s'explique par des modifications microstructurales du matériau qu'il est ensuite possible de prendre en compte dans les calculs de prévision de la contrainte au seuil de la ligne de soudure.

Cependant, si la corrélation entre calculs et expériences est excellente, elle démontre aussi clairement la validité des hypothèses de calculs déduites et formulées à partir des analyses fractographiques, à savoir que l'orientation des fibres dans le plan de la ligne de soudure conditionne la résistance au seuil d'écoulement de la ligne de soudure du PP30FVC.

V.2.2. Influence des paramètres géométriques sur les caractéristiques mécaniques

Indépendamment des paramètres de mise en oeuvre, il est bien connu que les caractéristiques mécaniques des matériaux composites injectés dépendent étroitement des paramètres géométriques du moule utilisé. Vincent & al. [VIN 87] montrent, en effet, que les épaisseurs relatives des couches de peau et de coeur varient en fonction de l'épaisseur de la pièce, ce qui entraîne alors des variations de propriétés mécaniques. Kamal & al. [KAM 86] mettent quant à eux en évidence le fait que la longueur des fibres après injection (*théoriquement corrélée aux propriétés mécaniques*) dépend, outre des paramètres liés au système vis-fourreau, de la géométrie des seuils d'injection.

Il est donc logique de s'intéresser à l'influence de tels paramètres géométriques du moule sur les propriétés mécaniques des lignes de soudure des polymères chargés, en distinguant lignes de soudure frontales et adjacentes. L'influence de la position de prélèvement des éprouvettes est également discutée. Toutes les plaques sont injectées dans les conditions de transformation maximales du plan d'expériences.

V.2.2.1. Influence de la position de découpe des éprouvettes et de la section des seuils d'injection

Les expériences sont menées sur des plaques de 2 mm d'épaisseur. 5 éprouvettes par série sont découpées (*scie à ruban et ponçage soigneux au papier de verre*) comme le montre la figure V.46. Une découpe longitudinale (*P long.*), centrée sur la ligne de soudure adjacente, est aussi réalisée.

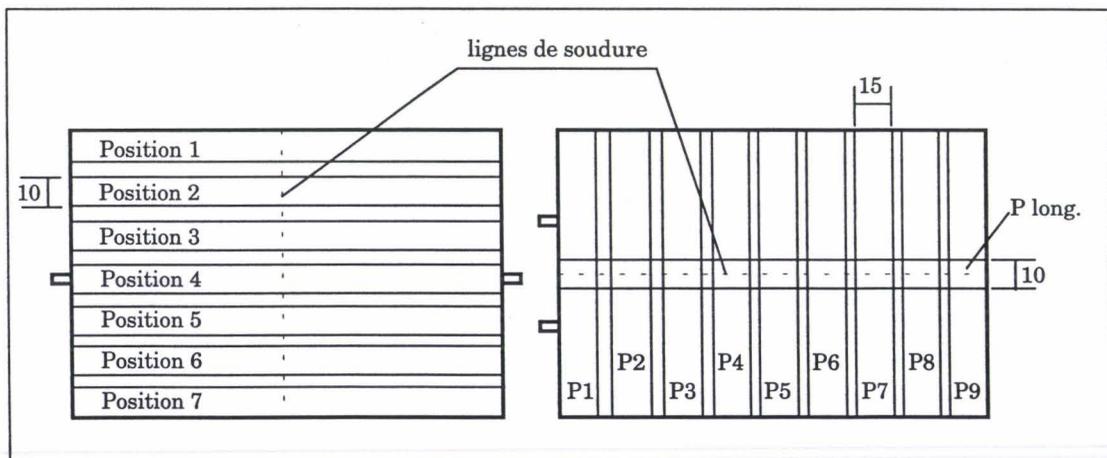


fig V.46: Positions de découpe des éprouvettes dans des plaques injectées avec lignes de soudure frontales et adjacentes.

L'influence des tailles de seuils d'injection est quant à elle étudiée en utilisant des seuils de section différente. 3 sections sont utilisées: Epaisseur fixe de 2 mm et largeurs de 2, 4 et 6 mm. L'injection d'une plaque avec ligne de soudure (*frontale ou adjacente*) est effectuée avec 2 seuils de section identique.

Des éprouvettes sans ligne de soudure sont également injectées afin de déterminer les facteurs de ligne de soudure relatifs à la contrainte au seuil (F_{σ}) et au module de Young (F_E).

Lignes de soudure frontales

La figure V.47 présente les valeurs de contraintes au seuil d'écoulement des lignes de soudure frontales du PP30FVC en fonction des positions de découpe des éprouvettes et des tailles de seuils. La figure V.48 représente l'évolution des modules de Young.

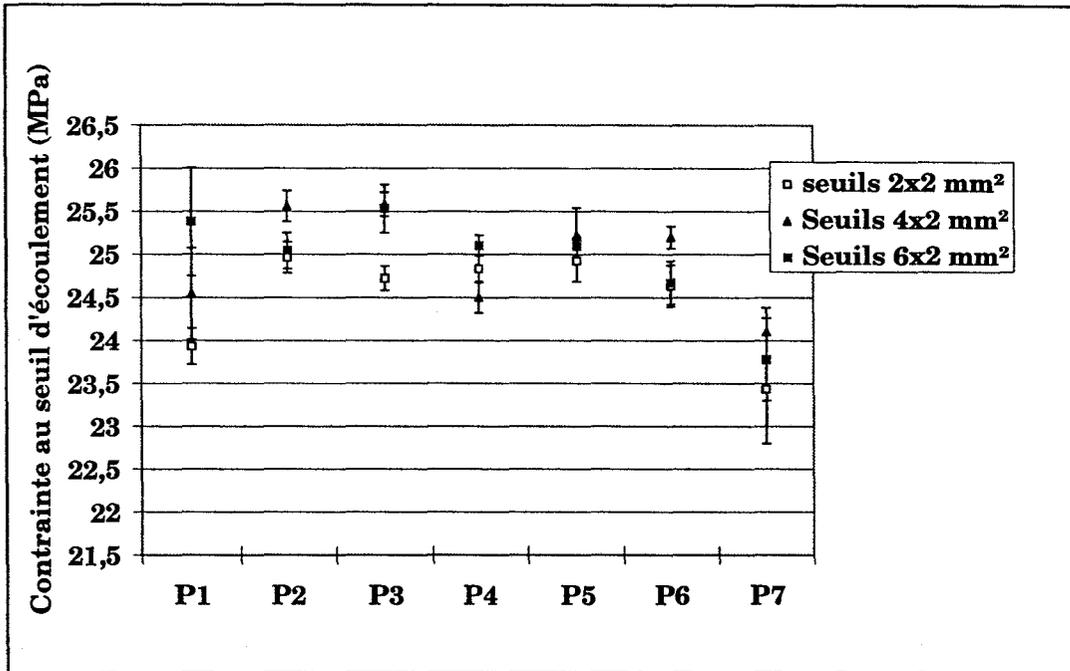


fig V.47: Evolution des contraintes au seuil d'écoulement de la ligne de soudure frontale du PP30FVC en fonction de la position de découpe des éprouvettes et de la section des seuils d'injection.

La figure V.47 indique que la contrainte au seuil d'écoulement de la ligne de soudure frontale passe par une valeur minimale sur les bords de plaques (positions 1 et 7). Il faut également remarquer qu'il est difficile d'établir une tendance significative quant à une variation de la contrainte pour les positions intermédiaires (2 à 6). Il semble néanmoins qu'elle garde une valeur constante. Cette tendance peut s'expliquer par le fait que le remplissage de la pièce s'achève sur les bords de la plaque (positions 1 et 7) et que les températures et pressions aux fronts d'écoulement en ces 2 positions sont inférieures au reste de la pièce pendant la transformation du polymère. La figure V.3 montre d'ailleurs que le remplissage de l'empreinte se termine au bord "bas" de la plaque, et correspond à la position de découpe n°7. C'est à cet emplacement que la contrainte au seuil d'écoulement est la plus faible, quels que soient les seuils d'injection employés. Les différentes sections de ces derniers ne montrent d'ailleurs aucune influence significative sur la contrainte au seuil d'écoulement de la ligne de soudure frontale.

La position de découpe des éprouvettes a quant à elle une influence très marquée sur les valeurs du module de Young (cf fig V.48).

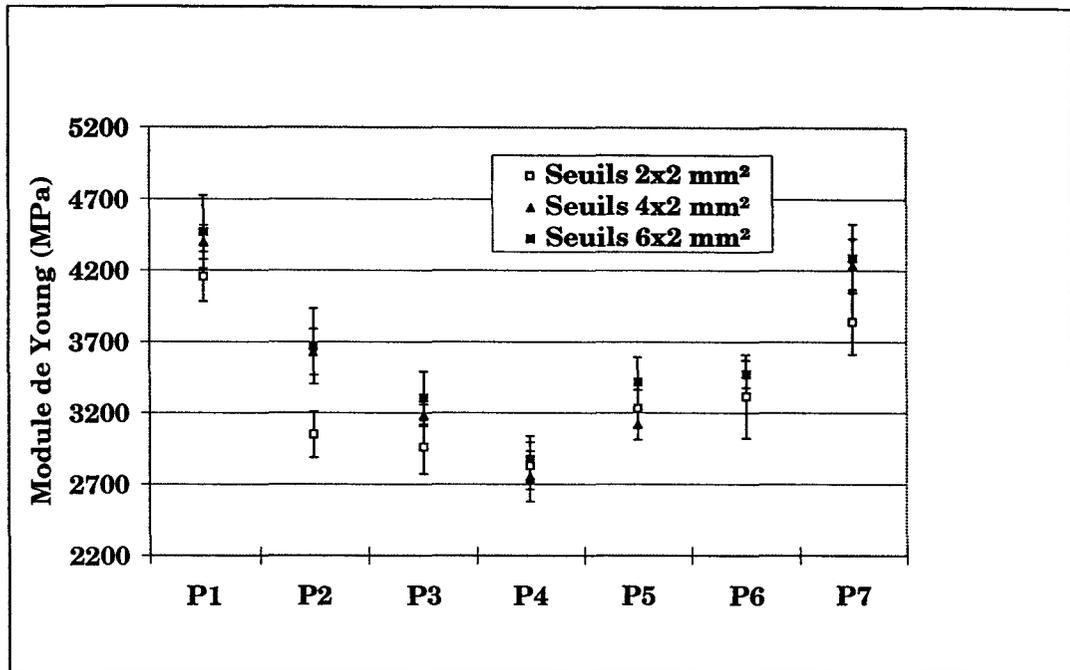


fig V.48: Evolution des modules de Young de la ligne de soudure frontale du PP30FVC en fonction de la position de découpe des éprouvettes et de la section des seuils d'injection.

Une variation proche de 60% est relevée entre la position centrale (P4) et les bords de plaques.

Compte tenu de la dépendance du module de Young d'une éprouvette soudée vis à vis des caractéristiques hors ligne de soudure (éq. {V.8}, [FIS 91]) contrairement à la résistance qui dépend de la zone de soudure, cette variation peut s'expliquer par l'orientation des fibres dans le sens de l'écoulement en bordure de plaque. Cette orientation est en effet observée sur la figure V.9.

Les tailles de seuils ne montrent pas non plus d'incidence significative sur le module de Young des éprouvettes contenant une ligne de soudure frontale.

L'indépendance de la section des seuils sur les caractéristiques mécaniques est également constatée sur les éprouvettes dénuées de ligne de soudure. Il est donc possible de représenter, quels que soient les seuils utilisés, la variation moyenne des facteurs de ligne de soudure de la contrainte au seuil d'écoulement et du module de Young (cf fig V.49).

La figure V.49 montre que la ligne de soudure frontale induit un affaiblissement constant sur le module de Young ($\approx 37\%$ de perte). Cette valeur constante s'explique dans le fait que le module de Young de la ligne de soudure dépend du module de la zone de l'éprouvette hors soudure [FIS 91].

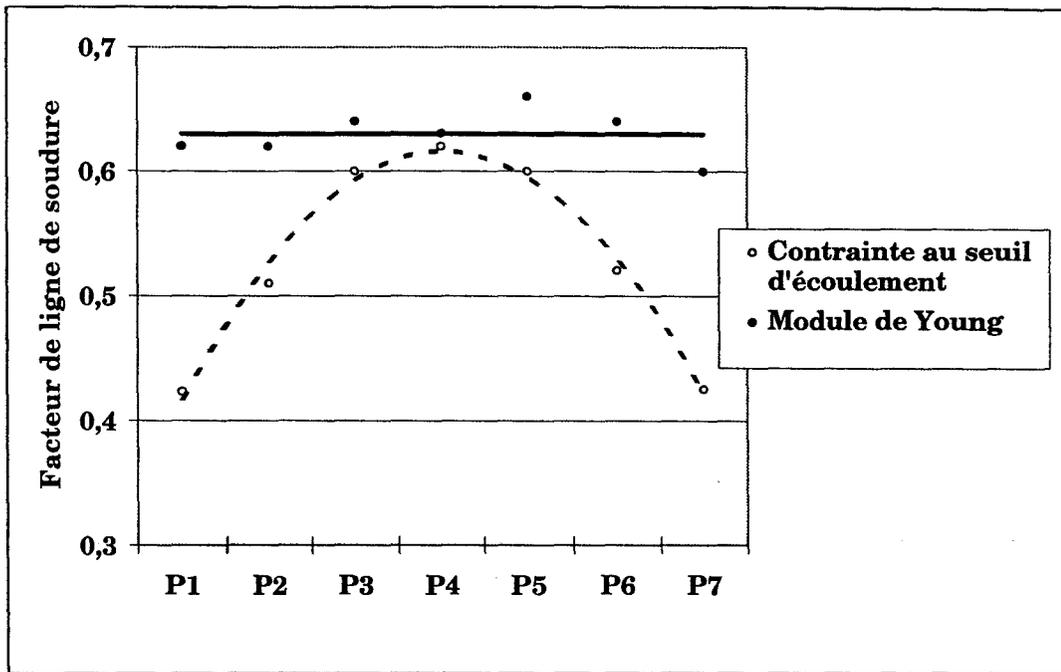


fig V.49: Variations moyennes des facteurs de ligne de soudure frontale d'éprouvettes injectées en PP30FVC.

Les facteurs de ligne de soudure frontale relatifs à la contrainte au seuil d'écoulement dépendent quant à eux de la position de découpe des éprouvettes. Des affaiblissements considérables se produisent en bordure de plaque ($\approx 60\%$) alors qu'ils n'atteignent que 40% au centre de celle-ci. Ces affaiblissements ont pour origine:

- une diminution de la contrainte au seuil d'écoulement de la ligne de soudure
- une augmentation de cette même contrainte (aux positions P1, P2, P6 et P7) pour les éprouvettes dénuées de soudure, du fait d'une orientation des fibres dans le sens de l'écoulement (cf fig V.9).

Les faibles valeurs des facteurs de ligne de soudure (en contrainte) au niveau des parois du moule confirment les hypothèses de Rahmani & al. [RAH 91] qui conseillent de ne pas utiliser une empreinte de type haltère pour l'étude des lignes de soudure des polymères renforcés.

Lignes de soudure adjacentes

Axe de sollicitation perpendiculaire à la ligne de soudure

Comme précédemment, les évolutions des contraintes au seuil d'écoulement et des modules de Young sont représentées respectivement figures V.50 et V.51.

La contrainte au seuil d'écoulement de la ligne de soudure adjacente du PP30FVC ne montre pas non plus de dépendance vis-à-vis de la section des seuils d'injection. Compte tenu de l'échelle des contraintes en ordonnée, il est possible

de considérer que la contrainte au seuil d'écoulement de la ligne de soudure adjacente est constante tout le long de l'écoulement.

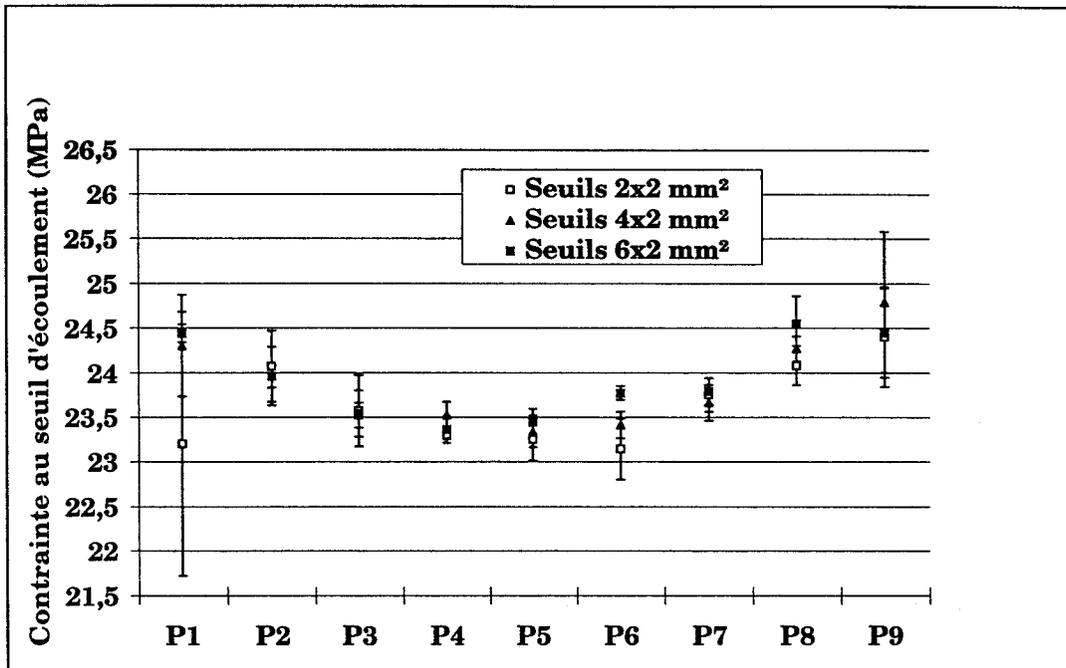


fig V.50: Evolution des contraintes au seuil d'écoulement de la ligne de soudure adjacente du PP30FVC en fonction de la position de découpe des éprouvettes et de la section des seuils d'injection.

Les modules de Young de la ligne de soudure adjacente sont plus faibles que ceux de la ligne de soudure frontale, et leur étendue de valeurs est beaucoup plus réduite (*les effets de bord n'ont lieu qu'aux positions P1 et P9*). Les faibles valeurs de module (*en comparaison de la ligne de soudure frontale*) trouvent leur origine dans les zones hors soudure où les fibres des couches de peau ont cette fois-ci une orientation privilégiée dans la direction de l'écoulement, qui est elle-même perpendiculaire à la sollicitation appliquée. C'est la couche de coeur, dont les fibres sont orientées parallèlement à la direction de la sollicitation, qui assure la rigidité du matériau.

Il n'est pas non plus constaté d'influence de la taille des seuils sur le module de Young d'éprouvettes contenant ou non une ligne de soudure.

Les valeurs moyennes des facteurs de ligne de soudure sont alors représentées sur la figure V.52. Les facteurs de ligne de soudure adjacentes (*en contrainte et en module*) ont une valeur constante quelle que soit la position de prélèvement des éprouvettes. Ceci s'explique par l'absence d'effets de bord, qui dans le cas de soudures frontales, entraînent une orientation des fibres en bordure de plaque dans une direction parallèle à celle de la sollicitation.

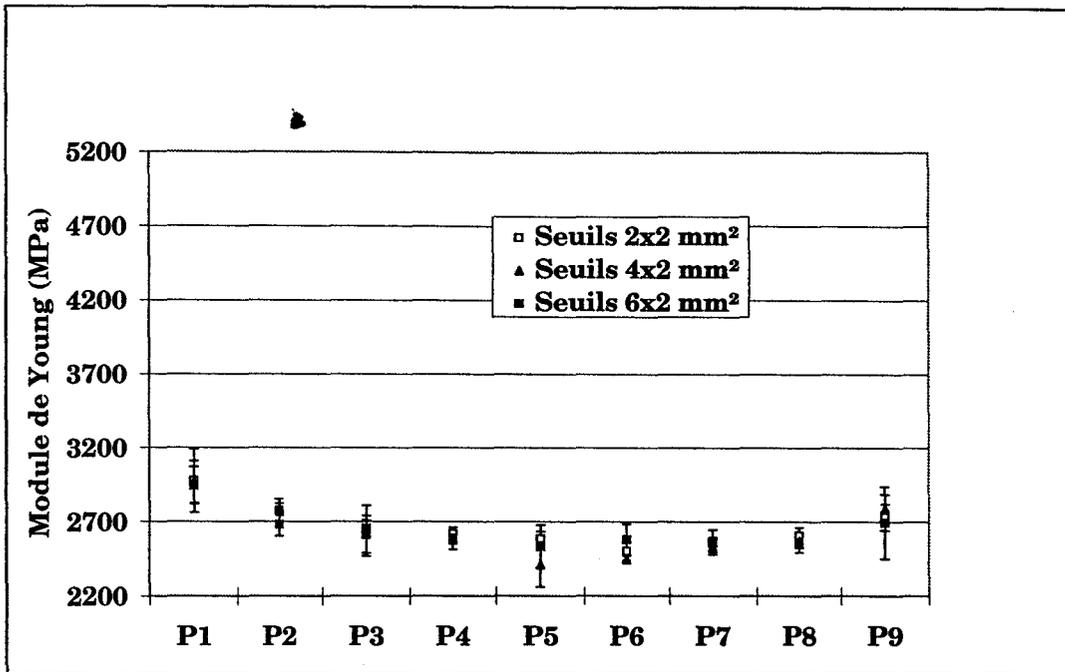


fig V.51: Evolution des modules de Young de la ligne de soudure adjacente du PP30FVC en fonction de la position de découpe des éprouvettes et de la section des seuils d'injection.

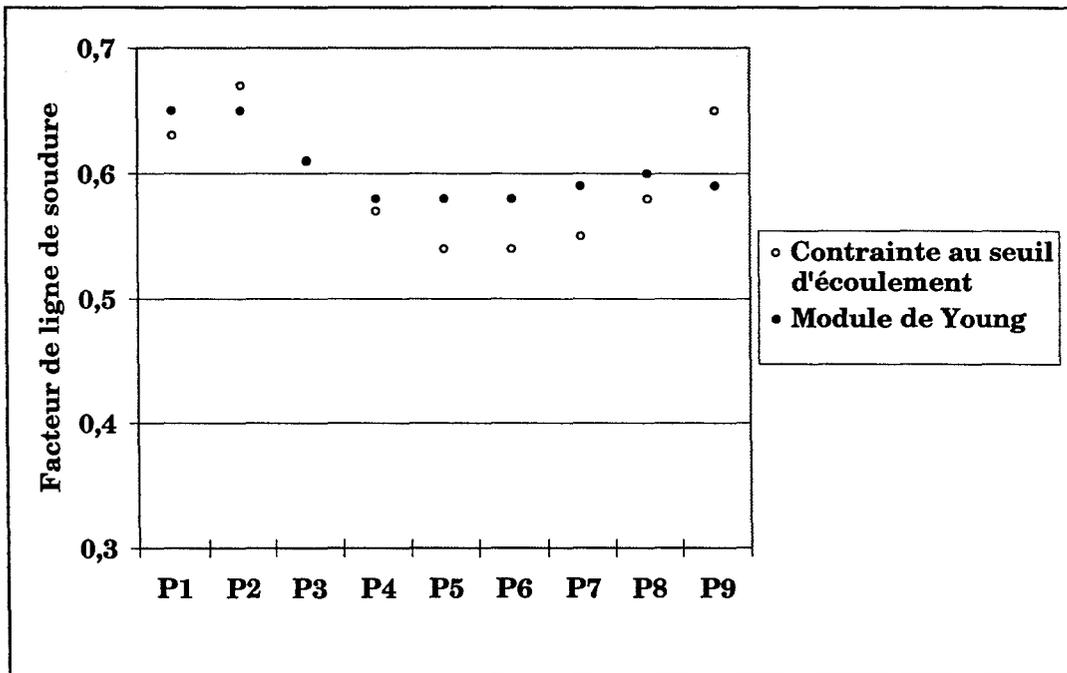


fig V.52: Variations moyennes des facteurs de ligne de soudure adjacente d'éprouvettes injectées en PP30FVC.

Axe de sollicitation parallèle à la ligne de soudure

Les éprouvettes sollicitées dans la direction de la ligne de soudure adjacente voient leurs caractéristiques mécaniques améliorées par rapport aux éprouvettes sans ligne de soudure.

Quelles que soient les tailles de seuils considérées, les facteurs de ligne de soudure en contrainte au seuil d'écoulement (fig V.53) et en module de Young (fig V.54) sont supérieurs à l'unité.

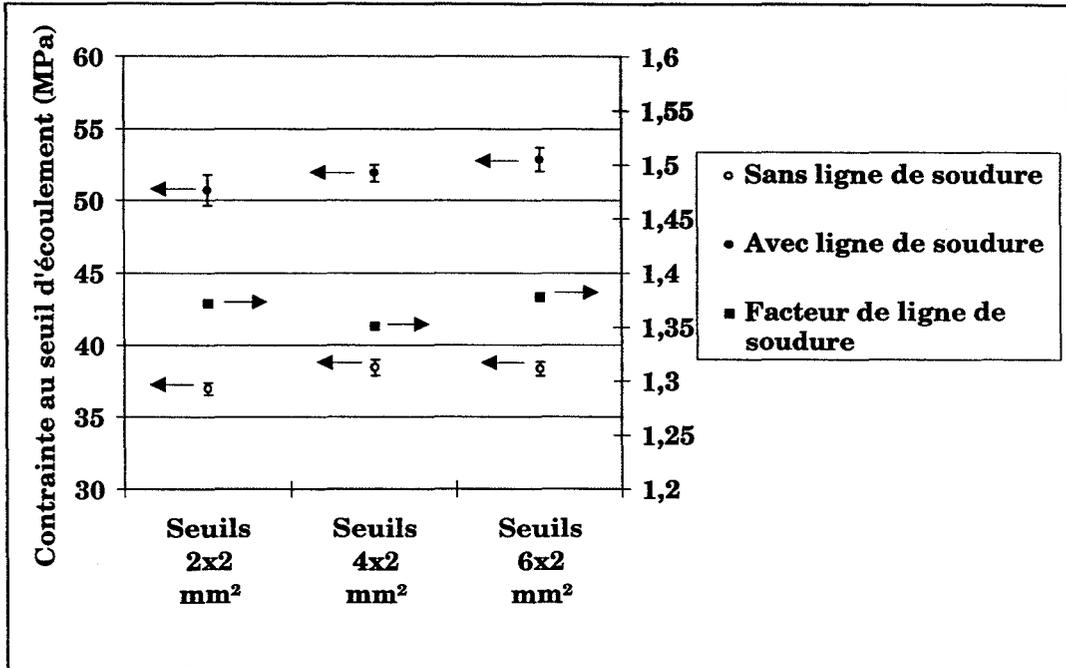


fig V.53: Contraintes au seuil d'écoulement, en fonction de la taille des seuils, d'éprouvettes de PP30FVC, avec et sans ligne de soudure adjacente, sollicitées dans la direction de la ligne de soudure. Les facteurs de ligne de soudure sont également reportés.

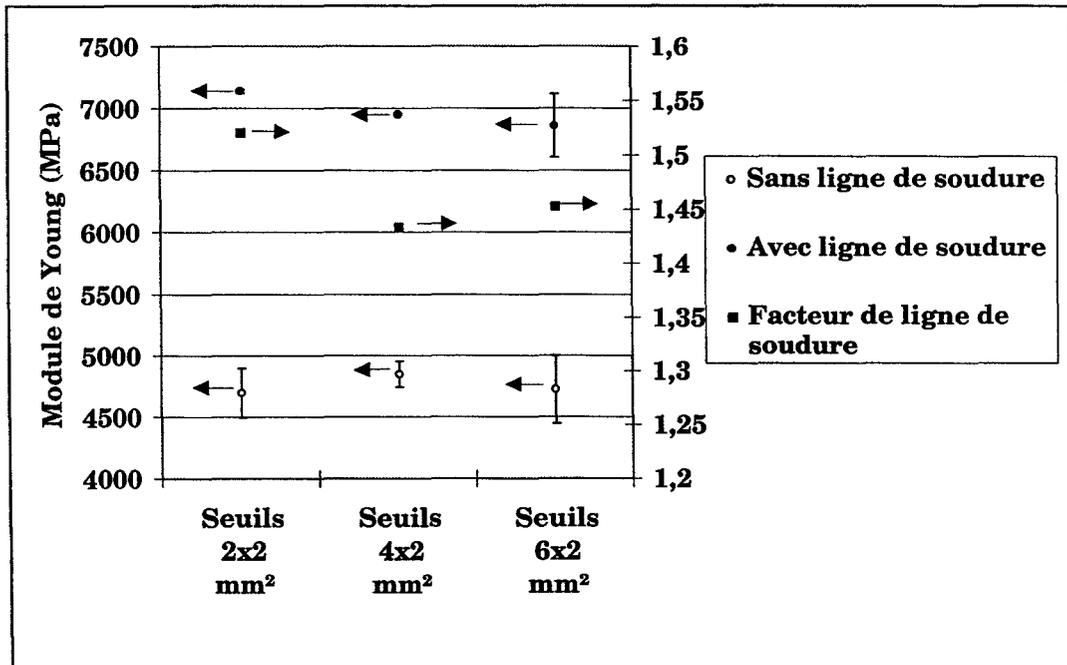


fig V.54: Modules de Young, en fonction de la taille des seuils, d'éprouvettes de PP30FVC, avec et sans ligne de soudure adjacente, sollicitées dans la direction de la ligne de soudure. Les facteurs de ligne de soudure sont également reportés.

L'amélioration de la contrainte au seuil d'écoulement avoisine 40% contre 50% pour le module de Young.

Ces améliorations s'expliquent par une orientation des fibres à la ligne de soudure parallèle à la direction de la sollicitation.

V.2.2.2. Influence des épaisseurs

Des plaques de 2 et 4 mm d'épaisseur avec ligne de soudure frontale et adjacente sont injectées selon les conditions de transformation maximales du plan d'expériences.

Après avoir prélevé des éprouvettes en position n°4, une comparaison des caractéristiques mécaniques en traction est réalisée pour chaque type de ligne de soudure. Dans le cas d'une sollicitation parallèle à la ligne de soudure adjacente, la découpe longitudinale (*P long.*) est utilisée.

Ligne de soudure frontale

Le tableau V.11 présente les contraintes au seuil d'écoulement et modules de Young obtenus pour chacune des épaisseurs considérées.

	Contrainte au seuil d'écoulement (MPa)	Module de Young (MPa)
Epaisseur 2 mm	24,5 ± 0,7%	2755 ± 6%
Epaisseur 4 mm	24,4 ± 1%	2872 ± 8%

tableau V.11: Caractéristiques mécaniques de traction de la ligne de soudure frontale du PP30FVC en fonction de l'épaisseur de plaque. Position de découpe n°4.

La variation d'épaisseur n'entraîne aucune variation des propriétés mécaniques de la ligne de soudure frontale du PP30FVC. Ce résultat confirme donc que la ligne de soudure frontale est une zone de discontinuité d'orientation des fibres indépendante de l'épaisseur de la pièce réalisée.

Ligne de soudure adjacente

Axe de sollicitation perpendiculaire à la ligne de soudure

Le tableau V.12 montre que la résistance au seuil d'écoulement de la ligne de soudure adjacente du PP30FVC présente une légère variation en fonction de l'épaisseur de la plaque étudiée.

	Contrainte au seuil d'écoulement (MPa)	Module de Young (MPa)
e = 2 mm	23,5 ± 0,6%	2574 ± 3%
e = 4 mm	24,9 ± 0,7%	2525 ± 5%

tableau V.12 Caractéristiques mécaniques de traction de la ligne de soudure adjacente du PP30FVC en fonction de l'épaisseur de plaque. Position de découpe n°4.

Le fait de diminuer l'épaisseur de plaque entraîne une diminution significative de 5% de la contrainte au seuil d'écoulement de la ligne de soudure adjacente. L'orientation des fibres de verre étant identique pour toutes les épaisseurs, la tendance observée peut alors s'expliquer par une orientation plus marquée des chaînes macromoléculaires dans le sens de l'écoulement, perpendiculairement à l'axe de la sollicitation. En effet, plus l'épaisseur de la plaque est faible, plus le taux de cisaillement que subit le polymère est élevé.

Le module de Young de la ligne de soudure adjacente (*cf tableau V.12*) ne présente, quant à lui, aucune variation significative de ses valeurs en fonction de l'épaisseur de plaque. Il faut donc en conclure que la rigidité du matériau est principalement tributaire de l'état d'orientation des fibres.

Axe de sollicitation parallèle à la ligne de soudure

Lorsque la sollicitation est appliquée le long de la ligne de soudure adjacente, aucune variation des propriétés mécaniques de traction n'apparaît en fonction de l'épaisseur de plaque considérée (*cf tableau V.13*).

	Contrainte au seuil d'écoulement (MPa)	Module de Young (MPa)
Epaisseur 2 mm	52 ± 2%	6950 ± 1%
Epaisseur 4 mm	51,5 ± 3%	6870 ± 3%

tableau V.13: Caractéristiques mécaniques de traction de la ligne de soudure adjacente du PP30FVC en fonction de l'épaisseur de plaque. Position de découpe n°4. Sollicitation parallèle à la ligne de soudure.

Ces résultats confirment également que les propriétés mécaniques de la ligne de soudure adjacente découlent directement de l'état d'orientation des renforts fibreux dans la zone de soudure.

V.2.2.3. Conclusion

L'étude des paramètres géométriques de l'outillage met clairement en évidence que les propriétés mécaniques des lignes de soudure frontales et adjacentes du PP30FVC sont indépendantes des sections de seuils d'injection et des épaisseurs des plaques injectées. Ces résultats s'opposent donc à ceux obtenus sur des éprouvettes de polymères renforcés injectées sans ligne de soudure [VIN 87].

Il en résulte que la discontinuité d'orientation des renforts fibreux au droit de la ligne de soudure est alors seule responsable des affaiblissements mécaniques proches de 40%.

En revanche, cet état d'orientation des fibres permet, dans le cas de lignes de soudure adjacentes, d'accroître les propriétés mécaniques des pièces lorsque la sollicitation est appliquée dans le sens de l'écoulement.

Les paramètres géométriques ne sont donc pas ceux sur lesquels il faut agir afin d'améliorer les caractéristiques mécaniques des lignes de soudure des polymères renforcés.

V.2.3. Influence des longueurs de fibres

Afin de confirmer que la discontinuité d'orientation est seule responsable de la faiblesse de la ligne de soudure, une étude ponctuelle est menée sur un polypropylène renforcé de fibres de verre de différentes longueurs (5, 12 et 25 mm) au même taux de 30% que le Polypropylène renforcé de fibres de verre courtes étudié précédemment.

Des plaques de 4 mm d'épaisseur sont injectées (avec et sans ligne de soudure) selon les conditions de transformation maximales du plan d'expériences.

Les figures V.55 et V.56 présentent respectivement les valeurs des contraintes au seuil d'écoulement et des modules de Young pour chaque longueur de fibres considérée. A titre de comparaison, les résultats obtenus sur le PP30FVC sont représentés (plaques d'épaisseur 2 mm), ainsi que les valeurs des facteurs de ligne de soudure.

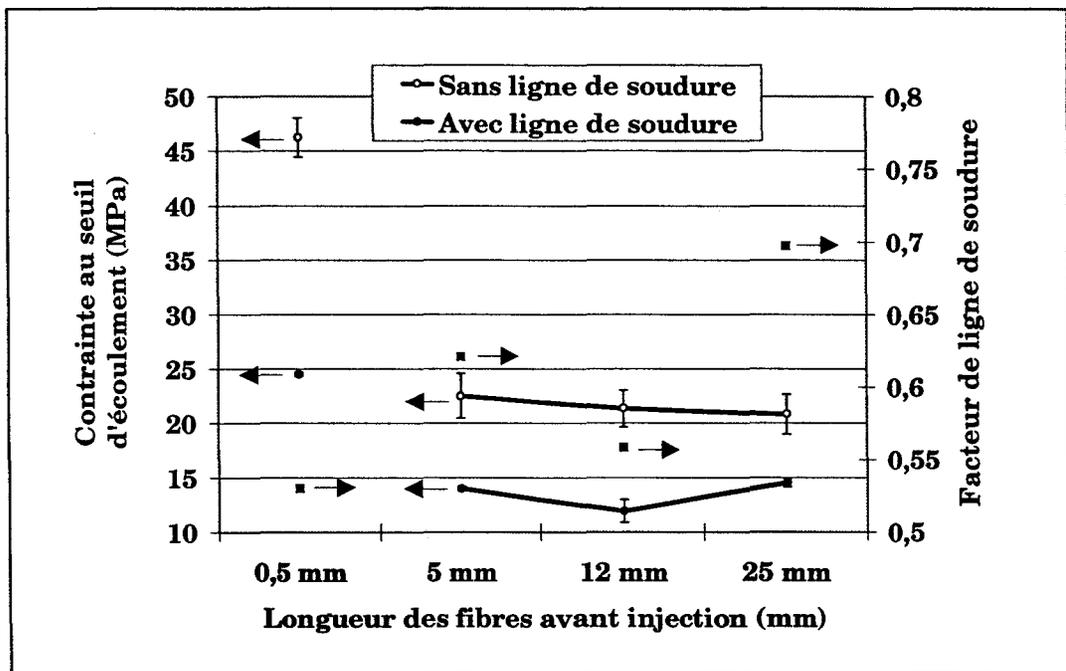


fig V.55: Evolution de la contrainte au seuil d'écoulement d'éprouvettes de Polypropylène renforcé de fibres de verre de différentes longueurs.

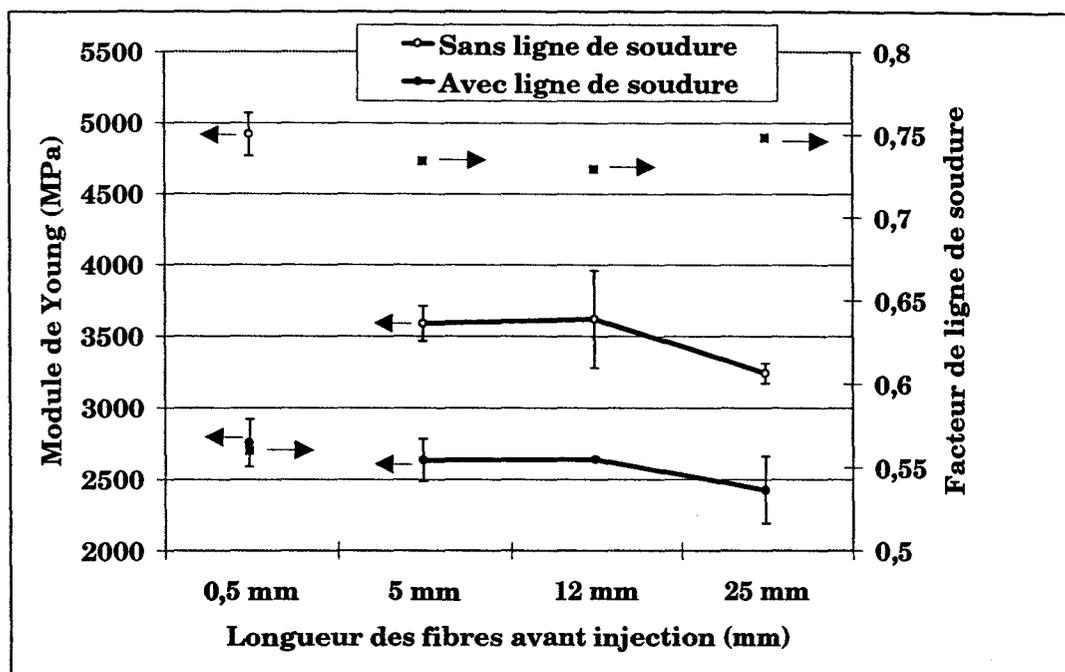


fig V.56: Evolution du module de Young d'éprouvettes de Polypropylène renforcé de fibres de verre de différentes longueurs.

Les résultats obtenus montrent que les matériaux utilisés présentent des performances très inférieures à celles du PP30FVC. Il faut néanmoins préciser que les 3 matériaux contenant les fibres de 5, 12 et 25 mm ont été spécialement "compoundés" pour les besoins de l'étude. Une analyse plus détaillée serait nécessaire quant à la dégradation des fibres après injection et à l'adaptation des outils d'injection (*moule et matière*) à ces nouveaux matériaux.

Sous cette réserve, le principal résultat à noter est que l'utilisation d'un matériau renforcé de fibres de verre longues n'entraîne aucune amélioration des caractéristiques mécaniques de la ligne de soudure. Il faut également remarquer que les pertes mécaniques sont constantes quelles que soient les longueurs de fibres de verre employées (5, 12 et 25 mm). Ces pertes sont de l'ordre de 30% pour la contrainte au seuil d'écoulement contre 30 à 40% pour le module de Young.

Ces résultats confirment donc, pour des matériaux renforcés de fibres de verre longues, que la faiblesse de la ligne de soudure est aussi directement liée à l'orientation des renforts dans le plan de la soudure.

V.2.4. Conclusion générale

L'étude de polymères renforcés de fibres de verre met en évidence que les affaiblissements mécaniques engendrés par la présence d'une ligne de soudure sont directement liés à une discontinuité d'orientation des renforts fibreux au droit de la ligne de soudure.

Lorsque la sollicitation est appliquée perpendiculairement à la ligne de soudure (*frontale ou adjacente*), les fibres jouent un rôle de concentration de contraintes aggravé par un mauvais transfert de charges fibre/matrice.

Il est également montré que les paramètres d'injection ont peu d'effets sur les caractéristiques mécaniques et que les paramètres géométriques de l'outillage, tout comme les différentes longueurs de fibres n'amènent aucune amélioration au problème de la ligne de soudure.

La discontinuité d'orientation est donc seule responsable des affaiblissements mécaniques générés par la présence de la ligne de soudure.

Il convient toutefois de noter que la discontinuité d'orientation diffère selon le type de ligne de soudure considéré. En comparant les structures locales des lignes de soudure à celles hors zone de soudure (*structure multicouches*), les lignes de soudure frontales présentent une discontinuité d'orientation des fibres dans les zones de peau alors que cette discontinuité affecte la couche de coeur pour les lignes de soudure adjacentes.

Les remèdes à apporter aux problèmes mécaniques de la ligne de soudure des polymères renforcés dépend donc du type de ligne de soudure présent dans une pièce.

Dans le cas d'une ligne de soudure adjacente, les renforts fibreux sont parfaitement orientés dans la direction principale de l'écoulement à travers toute la section de la soudure. Ceci implique une amélioration des caractéristiques mécaniques de la pièce lorsque la sollicitation est appliquée parallèlement à la ligne de soudure. Dans le cas d'une pièce injectée par un seul seuil et contenant des inserts, le problème de la ligne de soudure adjacente peut donc être résolu dès le stade de la conception de la pièce en positionnant le seuil d'injection de telle manière à ce que la direction des efforts appliqués à la pièce finie soit confondue avec celle de la ligne de soudure.

Le problème de la ligne de soudure frontale est quant à lui beaucoup plus complexe dans la mesure où la direction des efforts appliqués à la pièce est toujours perpendiculaire à l'orientation du grand axe des fibres. Remédier au phénomène d'affaiblissement de la ligne de soudure frontale des polymères renforcés nécessite donc d'agir et de modifier cet état d'orientation des fibres au niveau de la ligne de soudure.

V.2.5.Remèdes

La conclusion générale montre que la faiblesse de la ligne de soudure frontale provient de son mécanisme de formation, à savoir une orientation privilégiée des fibres dans le plan de la soudure.

Cette orientation, induite par l'écoulement du polymère pendant la phase de remplissage est donc inhérente au processus d'injection.

La modification de cet état d'orientation ne peut donc s'effectuer qu'après rencontre des 2 fronts d'écoulement, soit pendant la fin du remplissage de la pièce, soit pendant la phase de post-remplissage, c'est à dire pendant la période de maintien en pression du polymère avant solidification complète de la pièce.

V.2.5.1.Intrusion par écoulement arrière

Hamada & al. [HAM 87] montrent qu'après formation de la ligne de soudure frontale d'un PC20FVC, un remplissage dissymétrique du moule, par adjonction d'une cavité supplémentaire dans l'empreinte, entraîne la formation d'une intrusion de matière à la ligne de soudure et modifie de ce fait l'orientation des fibres.

Cette réorientation des fibres par écoulement arrière de matière (*back flow*) trouve son origine dans un gradient de pression dans la zone de soudure.

Tomari & al. [TOM 95] réalisent la même intrusion en adoptant le moulage de composites par injection simultanée: L'unité d'injection, constituée de 2 unités de plastification, assure une différence de pression de maintien entre les 2 seuils d'injection.

Ils parviennent ainsi à améliorer la résistance de la ligne de soudure d'un PC10FVC, ce qui nécessite néanmoins l'emploi d'une presse à injecter non conventionnelle.

V.2.5.2.Intrusions multiples - système "push-pull"

Dans le même ordre d'idées, Allan et Bevis [ALL 94] développent une technique (*SCORTEC™: Shear Controlled Orientation Technology*) permettant de contrôler l'orientation par des cisaillements alternés de la matière pendant la phase de refroidissement (*fig V.57*).

Ce système permet de réaliser des intrusions alternées, au niveau de la ligne de soudure et permet d'améliorer nettement les caractéristiques mécaniques des polymères renforcés possédant une ligne de soudure.

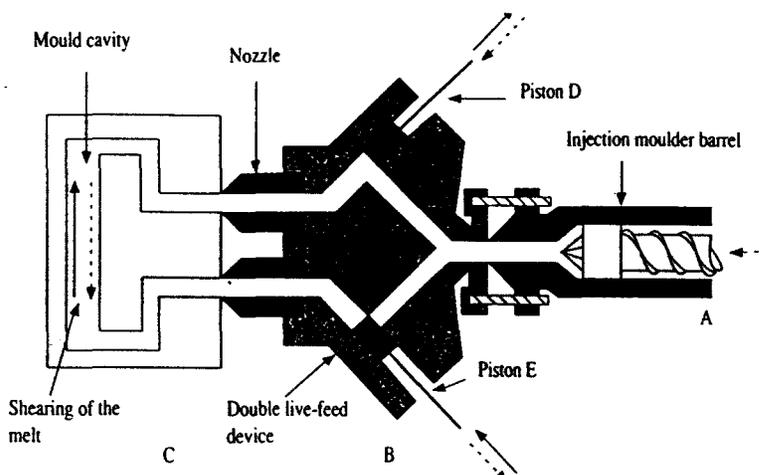


fig V.57: Principe de fonctionnement du SCORTEC™ (d'après [PIN 92]).

La réalisation de telles intrusions nécessite cependant un équipement particulier de la presse à injecter.

V.2.5.3. Intrusion par figeage différentiel des seuils

La presse à injecter utilisée dans cette étude dispose d'une unique unité de plastification, ce qui ne permet pas d'assurer une pression de maintien différentielle.

Il convient donc d'agir sur les paramètres géométriques du moule afin de pouvoir réaliser une éventuelle intrusion de matière.

L'idée retenue est celle d'un figeage différentiel des seuils d'injection permettant de maintenir la pression pendant la phase de maintien par 1 seul des 2 seuils.

Conditions expérimentales

L'étude concernant l'influence des paramètres géométriques sur les caractéristiques mécaniques des lignes de soudure du PP30FVC a révélé que les tailles des seuils n'était pas un facteur primordial quant à la résistance des lignes de soudure du polymère étudié.

Par conséquent, pour une épaisseur de plaque fixée à 2 mm, l'injection de type frontale s'effectue par l'intermédiaire de 2 seuils qui ne diffèrent entre eux que par leur épaisseur.

Il est en effet possible de considérer que les gradients de température et les flux de chaleur sont prépondérants dans la direction de l'épaisseur.

Les conditions d'injection du matériau sont celles maximales du plan d'expériences ($V_{inj.} = 10 \text{ mm/sec}$, $T_{mat.} = 280^\circ\text{C}$, $C.P. = 10 \text{ bar}$, $V_{rot.vis} = 200 \text{ tr/min}$).

Cependant, la température du moule est fixée à 80°C , exceptée au droit du seuil étroit (épaisseur 1 mm) où elle est maintenue à 20°C par un groupe réfrigérant de marque Frigoplast.

Les valeurs de la pression de maintien varient quant à elles de 60 à 100 bars.

Evolution des pressions

La figure V.58 présente l'évolution des pressions à la ligne de soudure et au droit des 2 seuils d'injection pour une pression de maintien fixée à 90 bars (cf courbe de pression hydraulique sur la fig V.58).

Pour toutes les autres pressions de maintien considérées, les allures générales des courbes sont identiques, mais les pressions maximales atteintes sont fonction du niveau de la pression de maintien.

Néanmoins, quels que soient les niveaux de pression de maintien sélectionnés, les temps de figeage associés à un seuil déterminé sont identiques.

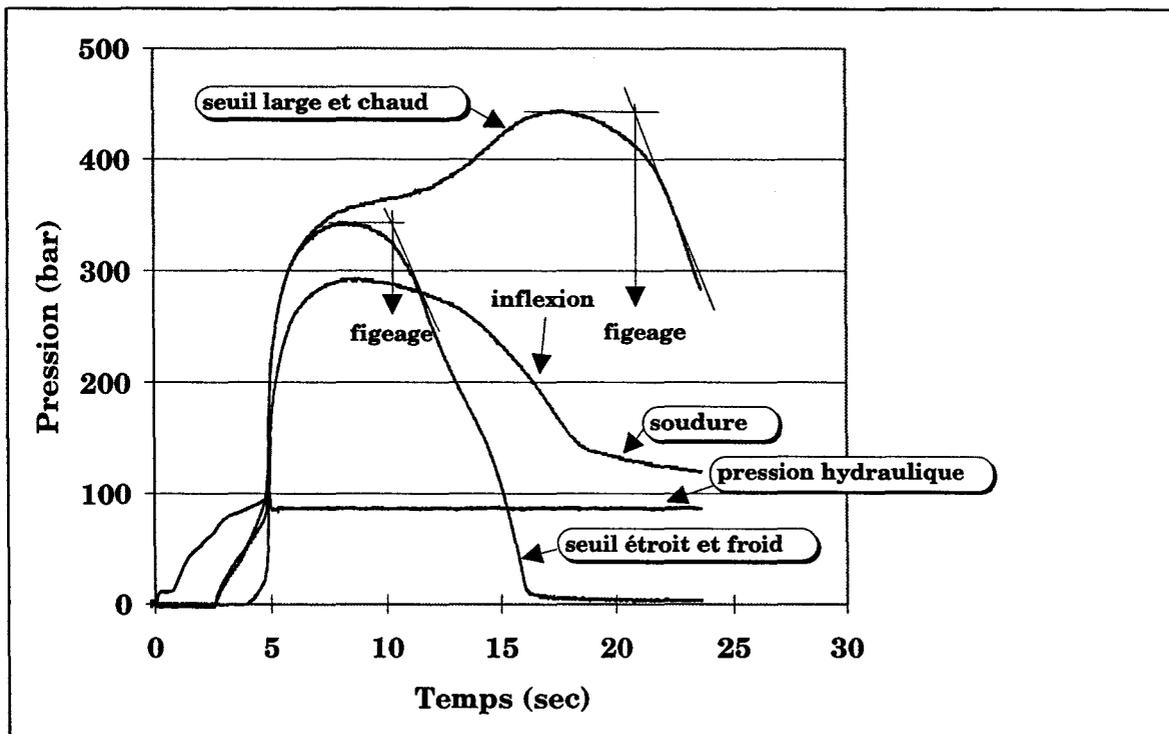


fig V.58: Evolution des pressions pour une plaque injectée avec figeage différentiel des seuils.

Les graphes de la figure V.58 montrent que le seuil le plus épais (2 mm) et maintenu à la température de 80°C fige près de 11 secondes après le seuil étroit (1 mm) et réglé à une température de 20°C.

Après figeage de ce dernier, il s'ensuit un maintien en pression de la pièce par le seuil le plus épais, visualisé par une inflexion de la courbe représentative de la pression à la ligne de soudure.

Mise en évidence de l'intrusion

Des coupes polies de la ligne de soudure sont observées par microscopie optique.

La figure V.59 montre celle obtenue dans le plan (xz) pour une pression de maintien de 60 bars.

Il est aisé de constater que les fibres initialement orientées dans le sens de l'épaisseur de la plaque (cf fig V.13) ont une orientation modifiée et suivent un profil parabolique dans l'épaisseur de la pièce. L'apex de l'intrusion parabolique est dirigée vers le seuil étroit et froid (20°C).

Après figeage de ce dernier, le nourrissage en polymère de la pièce s'effectue donc par le seuil le plus large et chaud (80°C) et crée ainsi un écoulement arrière de matière.

Sur la figure V.60 sont reportées les longueurs d'intrusion mesurées par microscopie optique pour les différentes pressions de maintien envisagées.

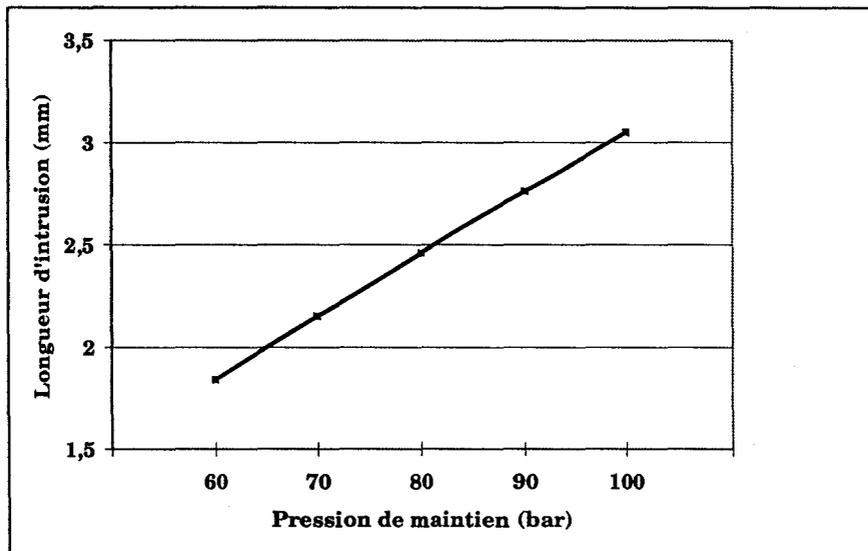


fig V.60: longueur d'intrusion mesurée

Une parfaite linéarité est observée entre la longueur d'intrusion et la pression de maintien.

Il est également important de constater que la longueur d'intrusion est largement supérieure à l'épaisseur de l'éprouvette.

Résultats de la caractérisation mécanique

Traction

Les figures V.61 et V.62 présentent respectivement les évolutions de la contrainte au seuil et du module de Young d'une éprouvette en PP30FVC possédant une intrusion en fonction du niveau de pression de maintien.

Sont également reportées les caractéristiques mécaniques des éprouvettes avec et sans ligne de soudure (*sans intrusion*).

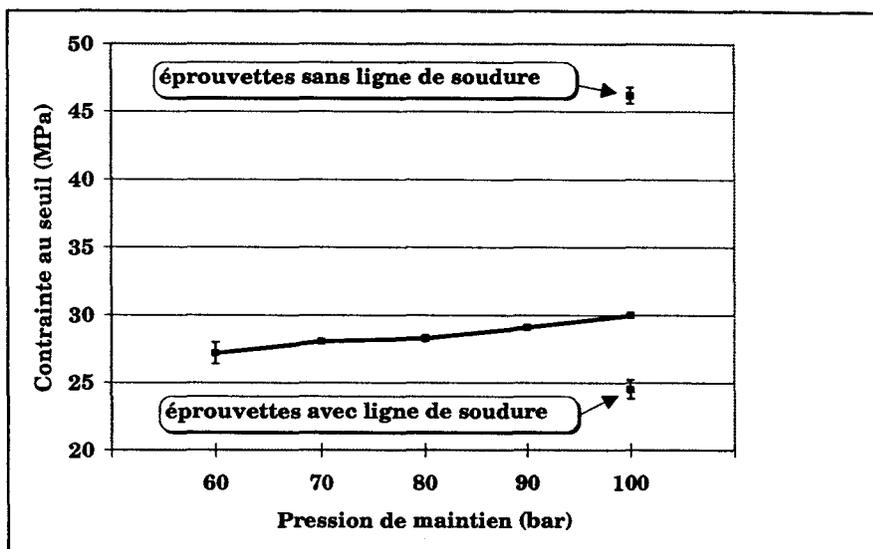


fig V.61: contrainte au seuil d'écoulement d'éprouvettes en PP30FVC avec intrusion.

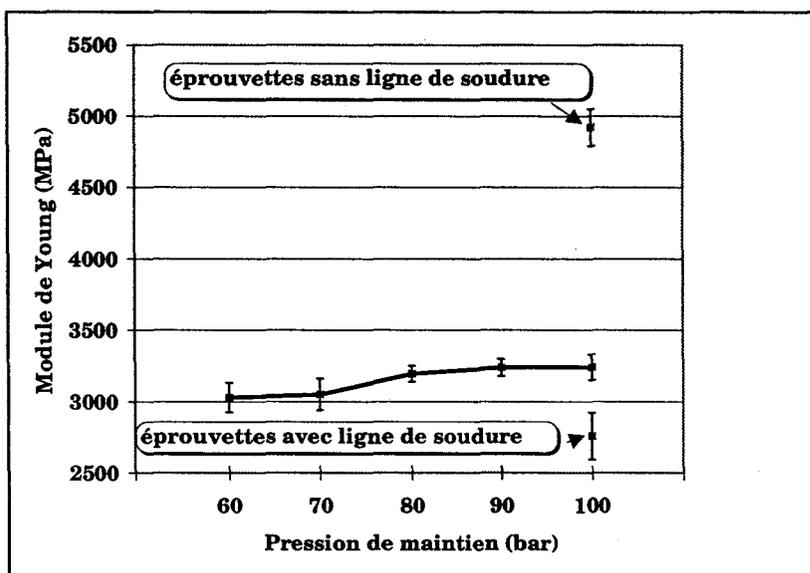


fig V.62: Module de Young d'éprouvettes en PP30FVC avec intrusion.

Les deux figures précédentes montrent qu'une augmentation de la pression de maintien améliore les contraintes au seuil et le module de Young, et que les valeurs de ces caractéristiques mécaniques sont supérieures à celles obtenues selon les conditions maximales du plan d'expériences.

En effet, des augmentations de 6 MPa et de 500 MPa sont obtenues respectivement pour la contrainte au seuil d'écoulement et le module de Young par rapport aux valeurs obtenues sur des éprouvettes avec ligne de soudure sans intrusion.

Ceci correspond respectivement à des améliorations de +25% pour la contrainte au seuil et de +18% sur le module.

Ces améliorations sont loin d'être négligeables, surtout pour la contrainte au seuil d'écoulement, mais les intrusions réalisées ne permettent pas cependant

d'approcher de manière significative les valeurs des contraintes au seuil d'écoulement et module de Young des éprouvettes en PP30FVC sans ligne de soudure.

Choc Charpy

La figure V.63 présente l'évolution de la résilience du matériau possédant une intrusion en fonction de la pression de maintien.

Comme précédemment, les valeurs obtenues selon les conditions maximales du plan d'expériences sont présentées pour les éprouvettes avec et sans ligne de soudure (*sans intrusion*).

Comme en traction, l'augmentation de la pression de maintien, et par conséquent de la longueur d'intrusion favorise la résistance au choc du matériau possédant une ligne de soudure.

En revanche, la résilience est très nettement améliorée par la présence de l'intrusion et atteint, pour des éprouvettes maintenues en pression à 100 bars, une valeur proche de celle obtenue avec une éprouvette sans ligne de soudure.

La valeur moyenne de la résilience de ces éprouvettes avoisine **93%** de la résilience des éprouvettes sans ligne de soudure.

Ceci correspond à une amélioration de **+47%** par rapport aux éprouvettes contenant une ligne de soudure sans intrusion.

La réalisation d'une intrusion par figeage différentiel des seuils permet donc de remédier de manière significative à l'affaiblissement au choc induit par la présence de la ligne de soudure du PP30FVC.

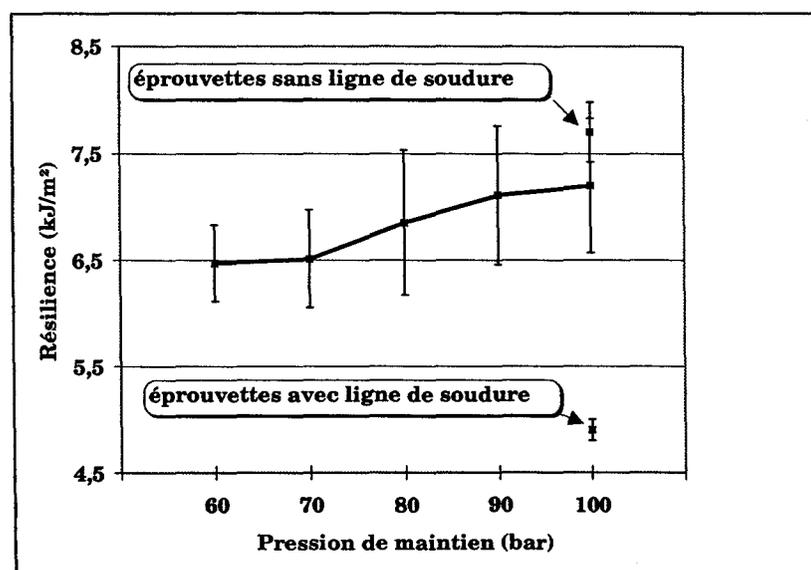


fig V.63: Résilience d'éprouvettes en PP30FVC avec intrusion.

Analyse microscopique

La figure V.64 représente une coupe polie dans le plan (xz) d'une éprouvette en PP30FVC possédant une intrusion ($P_{maint.} = 90 \text{ bar}$) et rompue par un test de traction.

L'observation du cliché indique clairement que la rupture a lieu non plus à la ligne de soudure proprement dite, mais au niveau de l'apex de l'intrusion, dans une zone où les fibres sont majoritairement orientées parallèlement à la paroi et perpendiculairement à la direction de l'écoulement.

C'est cette zone *intermédiaire* (de faible épaisseur de couche de peau) d'environ 8 mm de largeur, qui est constatée au paragraphe V.1.4.2.

La réorientation des fibres à la ligne de soudure améliore donc considérablement le transfert de charges pendant le test de traction (contrainte normale constante sur toute la section de l'éprouvette), mais révèle par la même occasion la faiblesse de cette zone intermédiaire.

Ce sont donc les fibres de la couche de peau de faible épaisseur de cette zone intermédiaire qui supportent l'effort de traction et qui permettent néanmoins d'augmenter les valeurs de la contrainte au seuil d'écoulement.

L'intrusion, de par l'orientation des fibres dans le sens de la sollicitation permet par conséquent d'améliorer les valeurs du module de Young.

La figure V.65 met quant à elle en évidence le faciès de rupture d'une éprouvette avec intrusion ($P_{maint.} = 100 \text{ bar}$) soumise à un test de choc Charpy.

Il est aisé de constater sur ce cliché qu'il existe 2 couches (*I*) où sont visibles des fibres saillantes et des "trous" dans la matrice traduisant le phénomène de pull-out.

De par la nature de la sollicitation du test effectué (contraintes normales maximales en peau et nulles en coeur), il est évident que les fibres des zones d'intrusion (*I*) sont sollicitées et permettent d'améliorer le transfert de charges.

De plus, l'épaisseur de ces 2 zones d'intrusion se rapprochant de celles des couches de peau de la figure V.44 permettent d'expliquer l'amélioration considérable de la résilience de la ligne de soudure du PP30FVC.

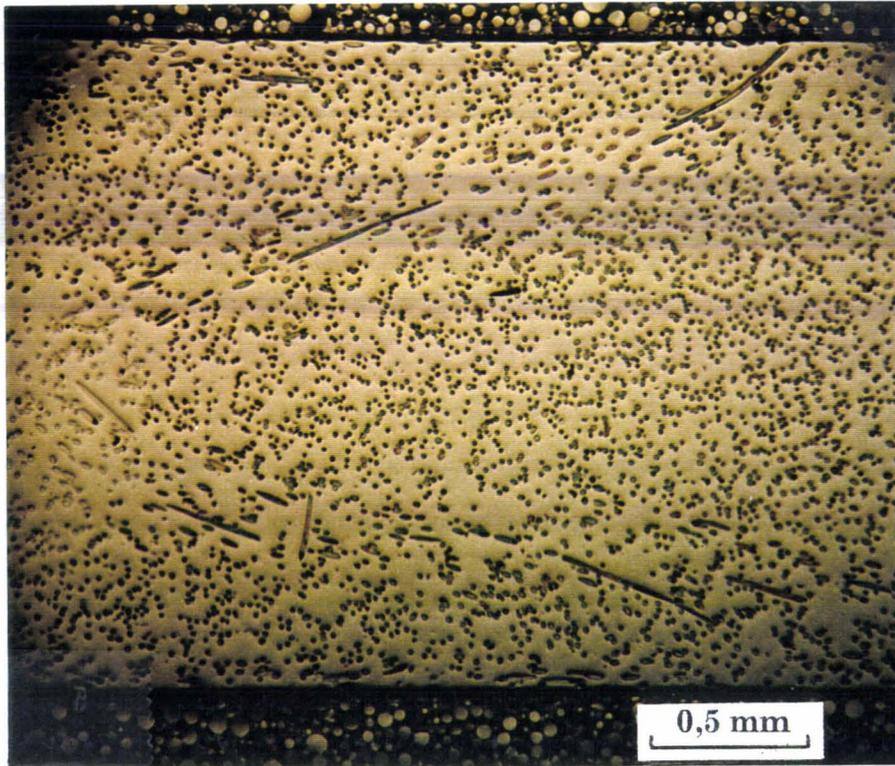


fig V.59: Coupe polie dans le plan (xz) d'une intrusion ($P_{\text{maint.}}=60 \text{ bar}$).

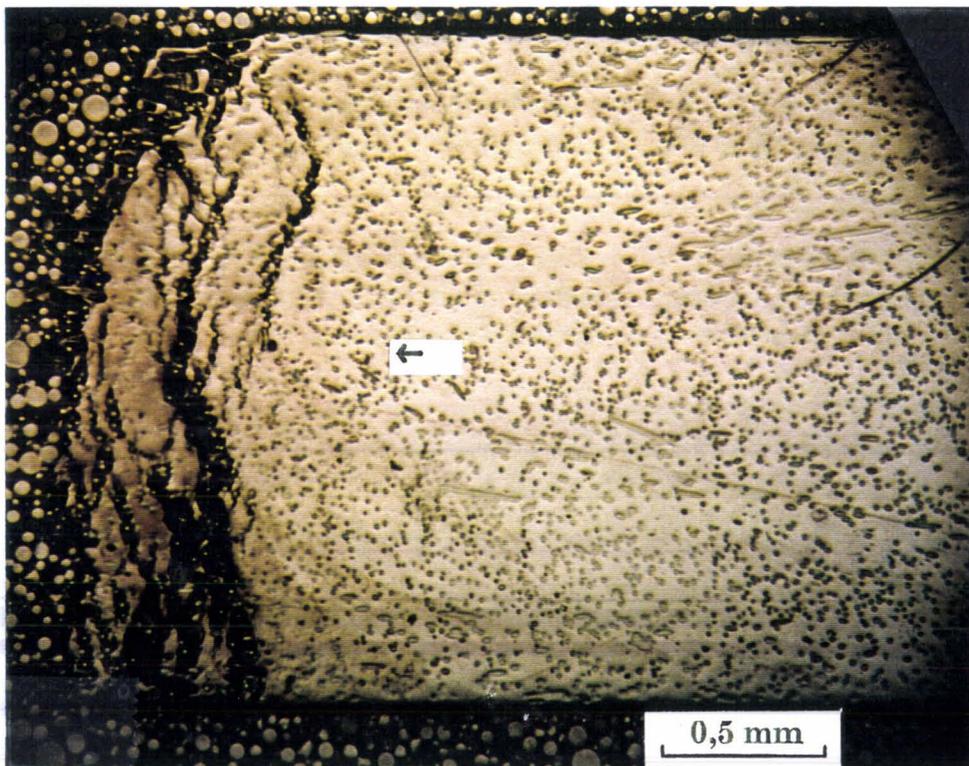


fig V.64: Mécanisme d'endommagement d'une ligne de soudure de PP30FVC avec intrusion ($P_{\text{maint.}}=90 \text{ bar}$).

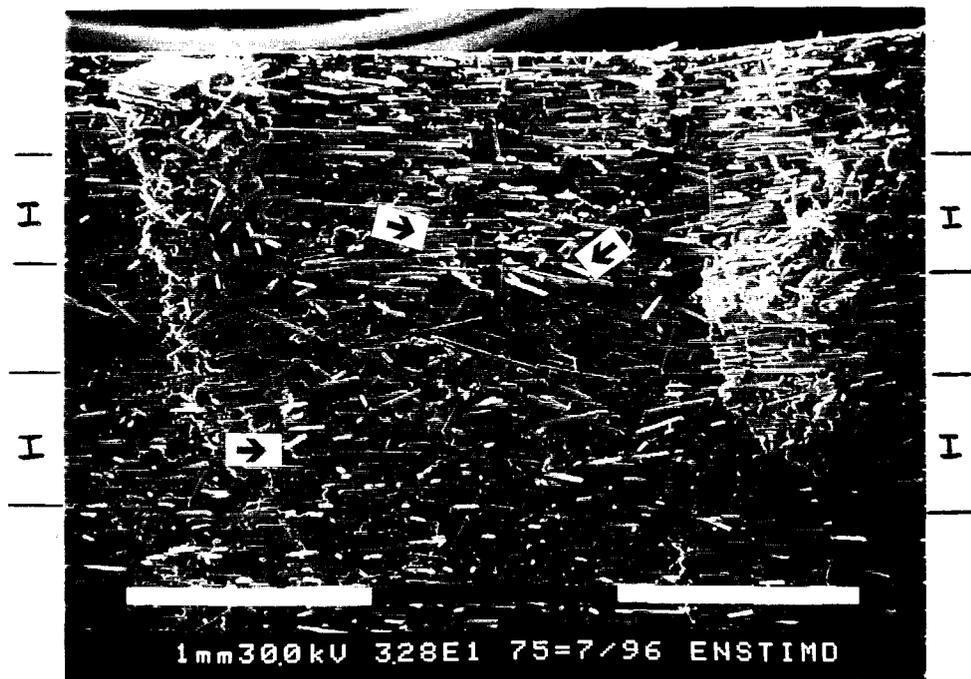


fig V.65: Faciès de rupture au choc d'une éprouvette en PP30FVC avec intrusion ($P_{\text{maint.}}=100$ bar). 1 tiret blanc représente 1 mm.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE V

- [AKA 91] M. AKAY, D. BARKLEY, *Jnl. Mater. Sci.*, **26**, 2731, 1991
- [ALL 94] P.S. ALLAN, M.J. BEVIS, *Polymer Processing*, January 1994
- [BAT 85] F. BATAILLE, T. VU-KHANH, B. FISA, *ANTEC'85*, 1174, 1985
- [BRI 78] P. F. BRIGHT, R. J. CROWSON, M. J. FOLKES, *Jnl. Mater. Sci.*, **13**, 2497, 1978
- [CAR 59] H.S. CARLSLAW, J.C. JAEGER, *Conduction of heat in solids*, Oxford University Press, 1959
- [FEL 94] S. FELLAHI, B. FISA, B. D. FAVIS, *ANTEC'94*, 637, 1994
- [FIS 86] G. FISCHER, P. EYERER, *ANTEC'86*, 532, 1986
- [FIS 87] B. FISA, J. DUFOUR and T. VU-KHANH, *Polymer Compos.*, **8**, 6, 408, 1987
- [FIS 91] B. FISA, M. RAHMANI, *Polym. Eng. Sci.*, **31**, 18, 1330, 1991
- [FOL 82] M. J. FOLKES, dans *Short Fibre Reinforced Thermoplastics*, Wiley & sons, 1982
- [FOR 59] O.L. FORGACS, S.C. MASON, *Jnl. of Colloid Sci.*, **14**, 1959
- [GER 97] P. GERARD, J. PABIOT, *Composites*, n°20, p71, Mars-Avril 1997
- [GIB 95] A.G. GIBSON, dans *POLYPROPYLENE: Structure, Blends and Composites*, Edited by J. KARGER-KOCSIS, Published in 1995 by Chapman & Hall, London. Vol. 3, Chapt 2, p85
- [HAM 88] H. HAMADA, Z. MAEKAWA, T. HORINO, K. LEE, K. TOMARI, *Intern. polym. Process. II*, 3/4, 131, 1988
- [HAS 94] S. HASHEMI, G. GARA, B. STANWORTH, *Plast. Rub. Compos. Process. Applic.*, **22**, 2, p105, 1994
- [KAM 86] R. KAMAL, L. SONG, P. SINGH, *Polym. Compos.*, **7**, 5, p323, 1986
- [KRE 64] H. KRENCHER, *Fiber Reinforcement*, Akademisk Forlag, Copenhagen, 1964

- [KRU 80] W. L. KRUEGER, Z. TADMOR, *Polym. Eng. Sci.*, **20**, 6, 426, 1980
- [MAT 90] T. MATSUOKA, J. TAKABATAKE, Y. INOUE, H. TAKAHASHI, *Polym. Eng. Sci.*, **30**, 957, 1990
- [MED 95] A. MEDDAD and B. FISA, *Polym. Eng. Sci.*, **35**, 11, 1995
- [MIT 87] R.K. MITTAL, V.B. GUPTA, P.K. SHARMA, *Jnl. Mater. Sci.*, **22**, 1949, 1987
- [MON 82] B. MONASSE, thèse de Docteur-Ingénieur, Ecole des Mines de Paris, (1982)
- [MOO 51] M. MOONEY, *Jnl. Colloid Sci.*, **6**, 162, 1951
- [NAD 93] V.M. NADKARNI, S.R. AYODHYA, *Polym. Eng. Sci.*, **33**, 6, 358, 1993
- [NIE 77] L. E. NIELSEN, *Polymer Rheology*, Marcel Dekker Inc., New York and Basel, 1997
- [PIN 92] I.E. PINWILL, F. AHMAD, P.S. ALLAN, M.J. BEVIS, *Powder Metallurgy*, **35**, 2, 1992
- [PIS 84] R. PISIPATI, D.G. BAIRD, dans *Polymer Processing and Properties*, p.215, G. ASTARITA and L. NICOLAIS Eds., Plenum Publishing Corp., New-York, 1984
- [QUI 88] R. QUIGLEY, S. PETRIE, *ANTEC'88*, p534, 1988
- [RAH 90] M. RAHMANI, Thèse de l'Université de Montréal, 1990
- [RAM 79] F. RAMSTEINER, R. THEYSOHN, *Composites*, 111, April 1979,
- [SAN 90] B. SANSCHAGRIN, R. GAUVIN, B. FISA, T. VU-KHANH, *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, **8**, 194, march 1990
- [SAV 83] A. SAVADORI, A. PELLICONI, D. ROMANINI, *Plast. Rubb. Process. Applic.*, **3**, 3, p215, 1983
- [TAN 94] J. P. TANCREZ, Thèse de Doctorat, Lille, 1994
- [THI 91] H.P. THIELTGES, W. MICHAELI, *ANTEC'91*, p1991, 1991
- [TOM 95] K. TOMARI, H. TAKASHIMA, H. HAMADA, *Advances in Polym. Technol.*, **14**, 1, 1995

[TRO 84] J.P. TROTIGNON, J. VERDU, dans *Interrelations between processing, structure and properties of polymeric materials*, J.C. SEFERIS & P.S. THEOCARIS Eds., Elsevier Science Publishers, 1984

[VAX 89] A. VAXMAN, M. NARKIS, *Polymer Composites*, 10, 6, 1989

[VIG 88] M. VIGIER, *Pratique des plans d'expériences*, Les Editions d'Organisation, 1988

[VIN 87] M. VINCENT, J.F. AGASSANT, J.P. GAZONNET, *Composites*, n°3, mai-juin 1987

[WHI 74] J. WHITE, H. DEE, *Polym. Eng. Sci.*, 14, 3, march 1974

[WOL 87] I.U. WOLFEL, C. SCHWENZER, *Unveröffentlichte Untersuchungen am IKV*, Aachen, 1987

CONCLUSION

Dans le souci de concevoir les pièces injectées de manière optimale, l'étude présentée a pour but de mettre en évidence les mécanismes de formation des lignes de soudure de flux d'écoulement afin d'une part, de comprendre les affaiblissements mécaniques qu'elles génèrent et d'autre part, d'y remédier.

Bien que les lignes de soudure soient inhérentes au processus d'injection, il est montré que des différents polymères étudiés, tous ne présentent pas la même réponse à une sollicitation qu'ils soient amorphes, semi-cristallins ou renforcés.

Dans le cas des polymères amorphes, il faut en effet noter l'existence de 2 cas extrêmes: Ceux du Polystyrène, polymère fragile et du Polycarbonate, polymère ductile.

Dans la limite des expériences réalisées, il est émis la thèse que les temps de relaxation et densité d'enchevêtrements gouvernent le processus d'adhésion ou de cohésion de la ligne de soudure: Le temps de relaxation conditionne la possibilité qu'a le polymère à atteindre plus ou moins rapidement son état d'équilibre dynamique. Plus ce temps est faible, plus le polymère a la possibilité de reconstituer, au niveau de la ligne de soudure, un réseau d'enchevêtrements tendant vers celui de la matière "pure". C'est le cas du Polycarbonate.

Le Polystyrène dont le temps de relaxation est plus élevé nécessite, quant à lui, un temps de diffusion plus long conditionné par des températures d'injection élevées.

De l'étude, il ressort aussi que la ligne de soudure est révélée en surface par une rainure dont l'effet de concentration de contraintes entraîne une ruine prématurée du matériau. Cette tendance est cependant beaucoup moins marquée lorsque la densité d'enchevêtrements du polymère est forte. Il en résulte dans ce cas particulier le développement d'une zone plastique dont le rôle est de s'opposer à la rupture du matériau. Le développement d'une telle zone plastique est toutefois empêché lorsque l'effet de viscoélasticité du polymère est masqué par une vitesse de sollicitation élevée.

La résistance d'une pièce en matériau amorphe possédant une ligne de soudure est donc nettement améliorée par l'utilisation d'un polymère ductile si la vitesse de sollicitation est faible. Dans le cas contraire, le problème de la ligne de soudure se réduit à la sensibilité à l'entaille du matériau, qu'il soit amorphe fragile ou ductile.

Cette conclusion est également vérifiée dans le cas de la ligne de soudure d'un polymère semi-cristallin tel que le Polypropylène, où la rencontre des 2 fronts d'écoulement voit apparaître une zone de discontinuité sphérolitique qui s'apparente à une entaille.

Si une température d'injection élevée permet d'une part d'améliorer le processus de diffusion, elle permet d'autre part la relaxation des orientations moléculaires à l'interface des 2 fronts. Il n'en est pas de même pour la ligne de soudure des polymères chargés.

En effet, lorsque les polymères sont chargés ou renforcés de particules à rapport de forme élevé, la ligne de soudure montre un affaiblissement considérable lorsque la sollicitation lui est appliquée perpendiculairement. Cette faiblesse découle directement de la discontinuité d'orientation des renforts qui donne naissance, d'une part à des concentrations de contraintes, d'autre part à un médiocre transfert de charges fibre/matrice.

Cependant, lorsque la sollicitation est appliquée parallèlement à la ligne de soudure adjacente, une amélioration des caractéristiques mécaniques est observée. L'étude montre donc

que le problème de la ligne de soudure peut être résolu par une réorientation des fibres dans la direction de la sollicitation (*ligne de soudure frontale*) ou par un positionnement judicieux du seuil d'injection de manière à aligner la ligne de soudure avec l'effort appliqué. Une technique de réorientation par injection dissymétrique conduit à une amélioration très importante de la résistance au choc.

ANNEXES

ANNEXE 1

Profil de vitesse d'un écoulement isotherme, entre deux plaques, d'un fluide régi par la loi puissance

Soit l'écoulement schématisé par la figure A.1:

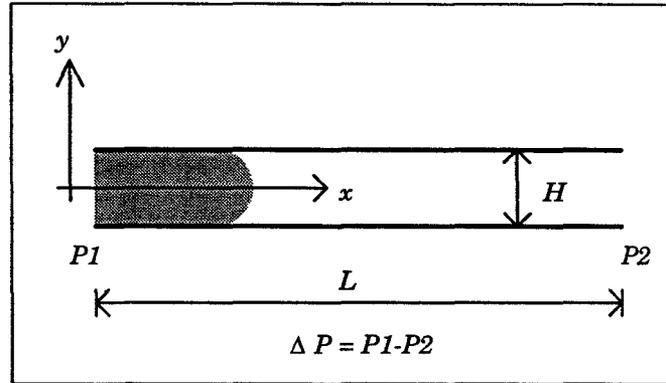


Fig A.1. :Ecoulement entre plaques parallèles

Le champ de vitesse est défini par:
$$V \begin{cases} u(x,y) \\ v = 0 \\ w = 0 \end{cases}$$

Le tenseur des vitesses de déformation, de composantes générales:

$$\underline{\underline{\epsilon}} = \begin{bmatrix} \frac{\partial u}{\partial x} & \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u}{\partial y} + \frac{\partial v}{\partial x} \right) & \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u}{\partial z} + \frac{\partial w}{\partial x} \right) \\ \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u}{\partial y} + \frac{\partial v}{\partial x} \right) & \frac{\partial v}{\partial y} & \frac{1}{2} \left(\frac{\partial v}{\partial z} + \frac{\partial w}{\partial y} \right) \\ \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u}{\partial z} + \frac{\partial w}{\partial x} \right) & \frac{1}{2} \left(\frac{\partial v}{\partial z} + \frac{\partial w}{\partial y} \right) & \frac{\partial w}{\partial z} \end{bmatrix} \quad \text{(A.1)}$$

devient alors:

$$\underline{\underline{\epsilon}} = \begin{bmatrix} \frac{\partial u}{\partial x} & \frac{1}{2} \frac{\partial u}{\partial y} & 0 \\ \frac{1}{2} \frac{\partial u}{\partial y} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad \text{(A.2)}$$

Le polymère étant supposé incompressible, l'équation de continuité s'écrit:

$$\boxed{\text{div}(v) = \text{trace } \underline{\underline{\dot{\epsilon}}} = 0} \quad \text{(A.3)}$$

d'où: $\frac{\partial u}{\partial x} = 0 \Rightarrow u(x,y) = u(y)$

La loi de comportement du fluide (modélisation par loi puissance) donne l'équation suivante:

$$\boxed{\underline{\underline{\sigma}} = -p\underline{\underline{I}} + 2K|\bar{\gamma}|^{n-1}\underline{\underline{\dot{\epsilon}}}} \quad \text{(A.4)}$$

- avec:
- $\underline{\underline{\sigma}}$, le tenseur des contraintes,
 - $\underline{\underline{\dot{\epsilon}}}$, le tenseur des vitesses de déformation,
 - $\underline{\underline{I}}$, le tenseur identité,
 - p , la pression hydrostatique,
 - K , la consistance du polymère,
 - n , l'indice de pseudo-plasticité du polymère
 - $\bar{\gamma}$, le taux de cisaillement généralisé défini par $\boxed{\bar{\gamma} = \sqrt{2\sum \epsilon_{ij}^2}}$

La relation (A.4) donne alors:

$$\underline{\underline{\sigma}} = \begin{bmatrix} -p & K\left|\frac{\partial u}{\partial y}\right|^{n-1}\frac{\partial u}{\partial y} & 0 \\ k\left|\frac{\partial u}{\partial y}\right|^{n-1}\frac{\partial u}{\partial y} & -p & 0 \\ 0 & 0 & -p \end{bmatrix} \quad \text{(A.5)}$$

Si les forces de masse et d'inertie sont négligées devant les forces de viscosité, l'équilibre dynamique s'écrit:

$$\left\{ \begin{array}{l} -\frac{\partial p}{\partial x} + K\frac{\partial}{\partial y}\left(\left|\frac{\partial u}{\partial y}\right|^{n-1}\frac{\partial u}{\partial y}\right) = 0 \\ K\frac{\partial}{\partial x}\left(\left|\frac{\partial u}{\partial y}\right|^{n-1}\frac{\partial u}{\partial y}\right) - \frac{\partial p}{\partial y} = 0 \\ -\frac{\partial p}{\partial z} = 0 \end{array} \right. \quad \text{(A.6)}$$

soit:

$$\left\{ \begin{array}{l} -\frac{\partial p}{\partial x} + K \frac{\partial}{\partial y} \left(\left| \frac{\partial u}{\partial y} \right|^{n-1} \frac{\partial u}{\partial y} \right) = 0 \\ \frac{\partial p}{\partial y} = \frac{\partial p}{\partial z} = 0 \end{array} \right. \quad \text{\{A.7\}}$$

L'expression $\frac{\partial p}{\partial y} = \frac{\partial p}{\partial z} = 0 \Rightarrow p(x, y, z) = p(x)$

Les conditions aux limites, $p(0) = P1$ et $p(L) = P2$ entraînent $p(x) = -\frac{\Delta P}{L}x + P1$

L'équation {A.7} permet alors d'obtenir l'expression de la vitesse $u(y)$, soit:

$$\left| \frac{\partial u}{\partial y} \right|^{n-1} \frac{\partial u}{\partial y} = -\frac{\Delta P}{KL} y + C \quad \text{\{A.8\}}$$

La continuité et la symétrie du front d'écoulement donnent:

$$\left. \frac{\partial u}{\partial y} \right|_{y=0} = 0 \Rightarrow C = 0$$

d'où pour $y \geq 0$, $u(y) = \left(-\frac{\Delta P}{KL} \right)^{\frac{1}{n}} \frac{n}{n+1} y^{\frac{n+1}{n}} + D$

en $y = \frac{H}{2}$, $u\left(\frac{H}{2}\right) = 0$, d'où finalement:

$$u(y) = \left(\frac{\Delta P}{KL} \right)^{\frac{1}{n}} \frac{n}{n+1} \left[\left(\frac{H}{2} \right)^{\frac{n+1}{n}} - y^{\frac{n+1}{n}} \right] \quad \text{\{A.9\}}$$

La vitesse est donc maximale au plan médian de l'écoulement ($y = 0$), d'où:

$$v_{x \max} = u(0) = \left(\frac{\Delta P}{KL} \right)^{\frac{1}{n}} \frac{n}{n+1} \left(\frac{H}{2} \right)^{\frac{n+1}{n}} \quad \text{\{A.10\}}$$

La vitesse moyenne de l'écoulement $\langle v \rangle$ définie par $\langle v \rangle = \frac{2}{H} \int_0^{\frac{H}{2}} u(y) dy$ a pour expression:

$$\langle v \rangle = \left(\frac{\Delta P}{KL} \right)^{\frac{1}{n}} \frac{n}{2n+1} \left(\frac{H}{2} \right)^{\frac{n+1}{n}} \quad \text{(A.11)}$$

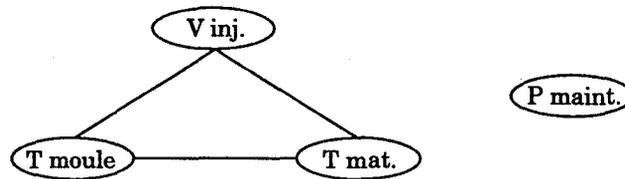
soit:

$$\langle v \rangle = \frac{n+1}{2n+1} v_{x \text{ max}} \quad \text{(A.12)}$$

ANNEXE 2

Graphe linéaire et modèle numérique associés au plan d'expériences

Le graphe linéaire associé au plan d'expériences donne la forme générale du modèle numérique suivante:



$$y = \bar{M} + [a_i]T_{\text{moule}} + [b_j]T_{\text{mat.}} + [c_k]V_{\text{inj.}} + [d_l]P_{\text{maint.}} + [A_{ik}]T_{\text{moule}}V_{\text{inj.}} + [B_{jk}]T_{\text{mat.}}V_{\text{inj.}} + [C_{ij}]T_{\text{moule}}T_{\text{mat.}}$$

où:

- y est la valeur estimée par le modèle
- \bar{M} est la moyenne générale de toutes les réponses
- $[a_i], [b_j], [c_k], [d_l]$ sont les matrices lignes correspondant respectivement aux effets des facteurs $T_{\text{moule}}, T_{\text{mat.}}, V_{\text{inj.}}$ et $P_{\text{maint.}}$.
- $[A_{ik}], [B_{jk}], [C_{ij}]$ sont des matrices 3×3 correspondant aux effets des interactions $T_{\text{moule}} - V_{\text{inj.}}, T_{\text{mat.}} - V_{\text{inj.}}, T_{\text{moule}} - T_{\text{mat.}}$.

Matrice d'expériences

La matrice du plan d'expériences suivante présente, pour chacune des 27 séries d'essais, les paramètres d'injection adoptés:

Expérience n°	T _{moule} (°C)	T _{mat.} (°C)	V _{inj.} (mm/sec)	P _{maint.} (bar)
1	40	210	20	40
2	40	210	40	60
3	40	210	60	80
4	40	230	20	60
5	40	230	40	80
6	40	230	60	40
7	40	250	20	80
8	40	250	40	40
9	40	250	60	60
10	60	210	20	60
11	60	210	40	80
12	60	210	60	40
13	60	230	20	80
14	60	230	40	40
15	60	230	60	60
16	60	250	20	40
17	60	250	40	60
18	60	250	60	80
19	20	210	20	80
20	20	210	40	40
21	20	210	60	60
22	20	230	20	40
23	20	230	40	60
24	20	230	60	80
25	20	250	20	60
26	20	250	40	80
27	20	250	60	40

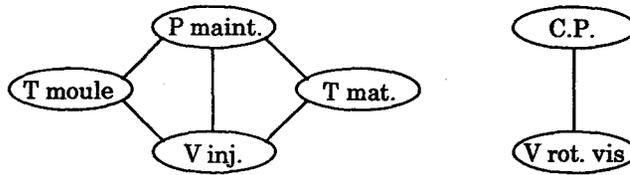
Modèle numérique associé à la largeur de la rainure de la ligne de soudure du PS Choc

$$\begin{aligned}
 y = & 14,60 + [1,065 \quad -6,852 \quad 5,787] T_{\text{moule}} + [1,370 \quad 0,148 \quad -1,518] T_{\text{mat.}} \\
 & + [2,676 \quad -0,574 \quad -2,102] V_{\text{inj.}} + [0,481 \quad 0,370 \quad -0,852] P_{\text{maint.}} \\
 & + \begin{bmatrix} 0,074 & 0,240 & -0,315 \\ -1,001 & 0,324 & 0,685 \\ 0,935 & -0,565 & -0,370 \end{bmatrix} T_{\text{moule}} V_{\text{inj.}} + \begin{bmatrix} 0,101 & -0,148 & 0,046 \\ 0,074 & 0,157 & -0,231 \\ -0,176 & -0,009 & 0,185 \end{bmatrix} T_{\text{mat.}} V_{\text{inj.}} \\
 & + \begin{bmatrix} 0,546 & -0,898 & 0,352 \\ -0,037 & -0,315 & 0,352 \\ -0,509 & 1,213 & -0,703 \end{bmatrix} T_{\text{moule}} T_{\text{mat.}}
 \end{aligned}$$

ANNEXE 3

Modèles numériques associés au plan d'expériences

Le graphe linéaire associé au plan d'expériences donne la forme générale du modèle numérique suivante:



$$y = \bar{M} + [a_i]T_{\text{moule}} + [b_j]V_{\text{inj.}} + [c_k]T_{\text{mat.}} + [d_l]P_{\text{maint.}} + [e_m]C.P. + [f_n]V_{\text{rot. vis}} \\ + [A_{ij}]T_{\text{moule}}V_{\text{inj.}} + [B_{il}]T_{\text{moule}}P_{\text{maint.}} + [C_{jl}]V_{\text{inj.}}P_{\text{maint.}} + [D_{jk}]V_{\text{inj.}}T_{\text{mat.}} \\ + [E_{kl}]T_{\text{mat.}}P_{\text{maint.}} + [F_{mn}]C.P. \cdot V_{\text{rot. vis}}$$

où:

- y est la valeur estimée par le modèle
- \bar{M} est la moyenne générale de toutes les réponses
- $[a_i], [b_j], [c_k], [d_l], [e_m], [f_n]$ sont les matrices lignes correspondant respectivement aux effets des facteurs $T_{\text{moule}}, V_{\text{inj.}}, T_{\text{mat.}}, P_{\text{maint.}}, C.P.$ et $V_{\text{rot. vis}}$
- $[A_{ij}], [B_{il}], [C_{jl}], [D_{jk}], [E_{kl}], [F_{mn}]$ sont des matrices 2×2 correspondant aux effets des interactions $T_{\text{moule}} - V_{\text{inj.}}, T_{\text{moule}} - P_{\text{maint.}}, V_{\text{inj.}} - P_{\text{maint.}}, V_{\text{inj.}} - T_{\text{mat.}}, T_{\text{mat.}} - P_{\text{maint.}}, CP - V_{\text{rot. vis}}$.

Modèle numérique associé à la contrainte au seuil d'écoulement de la ligne de soudure du PP30FVC

$$y = 24,52 + [-0,397 \quad 0,397]T_{\text{moule}} + [0,041 \quad -0,041]V_{\text{inj.}} + [-0,083 \quad 0,083]T_{\text{mat.}} \\ + [-0,112 \quad 0,112]P_{\text{maint.}} + [0,002 \quad -0,002]C.P. + [-0,182 \quad 0,182]V_{\text{rot. vis}} \\ + \begin{bmatrix} -0,039 & 0,039 \\ 0,039 & -0,039 \end{bmatrix} T_{\text{moule}} V_{\text{inj.}} + \begin{bmatrix} 0,081 & -0,081 \\ -0,081 & 0,081 \end{bmatrix} T_{\text{moule}} P_{\text{maint.}} \\ + \begin{bmatrix} -0,054 & 0,054 \\ 0,054 & -0,054 \end{bmatrix} V_{\text{inj.}} P_{\text{maint.}} + \begin{bmatrix} -0,063 & 0,063 \\ 0,063 & -0,063 \end{bmatrix} V_{\text{inj.}} T_{\text{mat.}} \\ + \begin{bmatrix} -0,078 & 0,078 \\ 0,078 & -0,078 \end{bmatrix} T_{\text{mat.}} P_{\text{maint.}} + \begin{bmatrix} 0,012 & -0,012 \\ -0,012 & 0,012 \end{bmatrix} C.P. \cdot V_{\text{rot. vis}}$$

Modèle numérique associé au module de Young de la ligne de soudure du PP30FVC

$$\begin{aligned} y = & 2685 + \begin{bmatrix} -54,62 & 54,62 \end{bmatrix} T_{\text{moule}} + \begin{bmatrix} 93,12 & -93,12 \end{bmatrix} V_{\text{inj.}} + \begin{bmatrix} -84,5 & 84,5 \end{bmatrix} T_{\text{mat.}} \\ & + \begin{bmatrix} -47,38 & 47,38 \end{bmatrix} P_{\text{maint.}} + \begin{bmatrix} 15,37 & -15,37 \end{bmatrix} C.P. + \begin{bmatrix} -2,37 & 2,37 \end{bmatrix} V_{\text{rot.vis}} \\ & + \begin{bmatrix} 18,25 & -18,25 \\ -18,25 & 18,25 \end{bmatrix} T_{\text{moule}} V_{\text{inj.}} + \begin{bmatrix} -3,75 & 3,75 \\ 3,75 & -3,75 \end{bmatrix} T_{\text{moule}} P_{\text{maint.}} \\ & + \begin{bmatrix} 25,5 & -25,5 \\ -25,5 & 25,5 \end{bmatrix} V_{\text{inj.}} P_{\text{maint.}} + \begin{bmatrix} -15,13 & 15,13 \\ 15,13 & 15,13 \end{bmatrix} V_{\text{inj.}} T_{\text{mat.}} \\ & + \begin{bmatrix} -2,87 & 2,87 \\ 2,87 & -2,87 \end{bmatrix} T_{\text{mat.}} P_{\text{maint.}} + \begin{bmatrix} 1,5 & -1,5 \\ -1,5 & 1,5 \end{bmatrix} C.P. V_{\text{rot.vis}} \end{aligned}$$

ANNEXE 4

Détermination du taux massique de fibres ou fraction pondérale

Pour déterminer le taux de renfort¹ dans un matériau composite (*avant ou après injection*), il faut séparer les fibres de la matrice par pyrolyse. La relation suivante permet de calculer la fraction pondérale en fibres de verre φ_{pf} :

$$\varphi_{pf} = \frac{m_{\text{ech. après calcination}}}{m_{\text{ech. avant calcination}}} = \frac{m_{\text{coupelle+ech. calciné}} - m_{\text{coupelle vide}}}{m_{\text{ech. avant calcination}}} = \frac{m_1}{m_2}$$

Avant toute pesée, les échantillons sont conditionnés dans une salle climatisée (23°C et $50\%H.R.$) pendant un minimum de 24 heures.

Les échantillons sont une première fois pesés à l'aide d'un balance METTLER AE 160 ($160 \text{ g} \pm 0,1 \text{ mg}$). Ils sont ensuite déposés dans des coupelles d'aluminium, dont la masse a été préalablement déterminée, et placés dans un four à moufle à une température de 550°C pendant 4 heures. A la sortie du four, il ne doit plus rester que des fibres de verre et tout résidu carbonneux doit être éliminé. Les masses des coupelles et de leur contenu résiduel sont ensuite déterminées.

Calcul d'erreur

L'appréciation de la précision des mesures effectuées s'obtient en prenant le logarithme de l'expression précédente, puis en dérivant la relation obtenue. Le passage des dérivées aux valeurs absolues permet de déterminer l'erreur globale.

$$\ln \varphi_{pf} = \ln m_1 - \ln m_2 \quad \Rightarrow \quad \frac{d \varphi_{pf}}{\varphi_{pf}} = \frac{dm_1}{m_1} - \frac{dm_2}{m_2}$$

$$\text{soit,} \quad \frac{\Delta \varphi_{pf}}{\varphi_{pf}} = \frac{\Delta m_1}{m_1} + \frac{\Delta m_2}{m_2} \quad \text{où} \quad \Delta m_1 = 2 \cdot \Delta m \text{ et } \Delta m_2 = \Delta m$$

$$\text{avec} \quad \Delta m = \pm 0,1 \text{ mg} = 0,0002 \text{ g}$$

finalemt,

$$\frac{\Delta \varphi_{pf}}{\varphi_{pf}} = \left[\frac{2}{m_1} + \frac{1}{m_2} \right] \Delta m$$

¹ selon la norme NFT 57-102

Cas des granulés

$$\left. \begin{array}{l} m_1 \approx 6 \text{ g} \\ m_2 \approx 17 \text{ g} \\ \Delta m = 0,0002 \text{ g} \end{array} \right\} \Rightarrow \frac{\Delta \varphi_{pf}}{\varphi_{pf}} = \left[\frac{2}{6} + \frac{1}{17} \right] \cdot 0,0002 \approx 8 \cdot 10^{-5} \Leftrightarrow 0,008 \%$$

Cas des échantillons prélevés sur plaques

$$\left. \begin{array}{l} m_1 \approx 0,15 \text{ g} \\ m_2 \approx 0,50 \text{ g} \\ \Delta m = 0,0002 \text{ g} \end{array} \right\} \Rightarrow \frac{\Delta \varphi_{pf}}{\varphi_{pf}} = \left[\frac{2}{0,15} + \frac{1}{0,5} \right] \cdot 0,0002 \approx 3 \cdot 10^{-3} \Leftrightarrow 0,3 \%$$

L'erreur expérimentale est donc beaucoup plus réduite dans le cas des mesures de taux massique de fibres dans les granulés que dans le cas des échantillons prélevés dans les plaques injectées.

Détermination du taux de vide ou fraction volumique de cavités

Pour un échantillon donné, le taux de vide, φ_{vide} , est obtenu par la relation suivante (*les cavités présentes dans l'échantillon sont supposées avoir une masse volumique nulle*):

$$\varphi_{\text{vide}} = 1 - \rho_{\text{ech.}} \cdot \left[\frac{\varphi_{pf}}{\rho_f} + \frac{1 - \varphi_{pf}}{\rho_m} \right]$$

- avec: $\rho_{\text{ech.}}$: la masse volumique de l'échantillon
 φ_{pf} : le taux massique de fibres
 ρ_f : la masse volumique du verre ($2,6 \text{ g/cm}^3$)
 ρ_m : la masse volumique de la matrice PP

φ_{pf} est déterminée par calcination (*cf ci-dessus*) et ρ_f est considérée constante ($2,6 \text{ g/cm}^3$).

La masse volumique de l'échantillon, $\rho_{\text{ech.}}$, est mesurée selon le principe d'Archimède, en comparant les masses de ce dernier dans l'air et dans l'éthanol.

La masse volumique de l'air est supposée constante et celle de l'éthanol, $\rho_{\text{eth.}}$, est déterminée au moyen d'un cylindre de verre étalon de volume $V_{\text{cyl.}} = 10 \text{ cm}^3$, par la relation:

$$\rho_{\text{eth.}} = \frac{m_{\text{cyl. dans l'air}} - m_{\text{cyl. dans l'éthanol}}}{V_{\text{cyl.}}}$$

$\rho_{ech.}$ est ensuite calculée par la formule:

$$\rho_{ech.} = \frac{m_{ech. \text{ dans l'air}}}{m_{ech. \text{ dans l'air}} - m_{ech. \text{ dans l'ethanol}}} \rho_{eth.}$$

La masse volumique de la matrice ρ_m s'obtient par la relation:

$$\rho_m = X_{cr} \cdot \rho_{cr} + (1 - X_{cr}) \cdot \rho_{am}$$

où: X_{cr} est le taux de cristallinité réel de la matrice déterminé par AED et thermogravimétrie (cf éq. {V.6})

ρ_{cr} , la masse volumique de la phase cristalline (0,946 g/cm³)

ρ_{am} , la masse volumique de la phase amorphe (0,853 g/cm³).

