

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
UNIVERSITE DE ABOU BAKR BELKAID-TLEMCCEN



FACULTE DES SCIENCES
DEPARTEMENT DE PHYSIQUE

MEMOIRE

Présenté pour obtenir le diplôme de :

Ingénieur d'Etat en Physique

OPTION: Matériaux et Caractérisations

Thème :

Propriétés élastiques et plastiques du mélange de polypropylène avec du polypropylène récupéré utilisé dans les caisses de batteries électriques

Soutenu le 30 Juin 2008 par :

BORDJI NADJET

BENTRAR AMINA

Devant le jury composé de :

Président de Jury

M^r L. MECHERNENE Professeur à l'université de Tlemcen

Examineur

M^r A. SARI chargé de cours à l'université de Tlemcen

Encadreur

M^r A. BERRAYAH Maître de conférences à l'université de Tlemcen



Sommaire

INTRODUCTION GENERALE.....	1
CHAPITRE I : Concepts généraux	
I. Polypropylène	3
I.1 Introduction	3
I.2 Définition	3
I.3. Caractéristiques	5
I. 4. Essai de traction	6
I. 4. 1. Principe	6
I. 4. 2. Propriétés élastiques.....	7
• Module de Young	7
I. 4. 3. Déformation plastique	8
I. 4. 4. Ductilité :.....	8
I. 4. 5. Courbe contrainte-déformation.....	9
I. 5. Autres méthodes de caractérisation.....	11
Indice de fluidité à l'état fondu MFI	11
CHAPITRE II : Matériaux et technique expérimentales	
II. Introduction :.....	13
II.2. Essai de traction :	13
II. 3. Indice de fluidité :	16
CHAPITRE III : Résultats Et Discussions	
III. 1. Propriétés mécaniques	17
III. 1. 1 Propriétés élastiques	20
*Module de Young	20
III. 2. 1 Propriétés plastiques.....	22
III. 2. Comparaison des résultats avec les travaux de la littérature	28
CONCLUSION GENERALE	34
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	



Liste des figures

Figure I. 1. Copolymères séquencés contenant des séquences isotactique et atactique	4
Figure I. 2. Blocs isotactique attachés aux atactique	4
Figure I. 3. Comportement (a) fragile et (b) ductile d'un matériau	9
Figure I. 4. Contrainte -déformation.....	9
Figure I. 5: Mesure d'indice de fluidité	12
Figure II. 1. machine de traction	14
Fig. II. 2 Représentation des deux mâchoires de fixation de l'éprouvette	14
Figure II. 3 Dimension d'éprouvette d'essai.....	15
Figure. II.4. éprouvettes réelles non déformées, du mélange PP/PPrecup	15
Figure II. 5. Eprouvettes, réelles déformées, du mélange PP/PPrecup, de gauche vers la droite est illustré le mélange 60/40, 100/0 pour les vitesses 2 et 5 mm/min	16
Figure. III. 1. Courbes contrainte - déformation pour les mélanges PP/PPrecup 100/0, 75/25 et 60/40 aux vitesses 2 et 5mm/min.....	18
Figure. III. 2. Courbes contrainte - déformation pour les mélanges PP/PPrecup 50/50, 40/60 et 25/75 aux vitesses 2 et 5mm/min	19
Figure. III. 3. Détermination du module de Young pour le mélange PP/PPrecup 25/75 et à la vitesse de 5 mm/min	20
Figure. III. 4. Détermination du module de Young pour le mélange PP/PP recup 60/40 et à la vitesse de 2 mm/min	21
Figure. III.5. Evolution de module d'élasticité en fonction de la composition PP/PPrecup	22
Figure. III. 6. Evolution de la contrainte au seuil nominal en fonction de la composition de PP/PPrecup.....	23
Figures. III. 7. Evolution de Ln (contrainte vraie) en fonction de déformation vraie pour les mélanges 100/0 et 75/25 aux vitesses $v=2\text{mim/min}$ et $v=5\text{mim/min}$	25
Figures. III. 8. Evolution de Ln (contrainte vraie) en fonction de déformation vraie pour les mélanges 60/40 et 50/50 aux vitesses $v=2\text{mim/min}$ et $v=5\text{mim/min}$	26



Figures. III. 9. Evolution de Ln (contrainte vraie) en fonction de déformation vraie pour les mélanges 40/60 et 25/75 aux vitesses $v=2\text{mim/min}$ et $v=5\text{mim/min}$	27
Figure. III.10. Evolution de contrainte au seuil en fonction de la composition de PP/PPrecup	28
Figure. III.11. Evolution de l'indice de fluidité à l'état fondu(MFI) en fonction de nombre de cycle du PP vierge et de PP stabilisé.....	30
Figure. III.12. Evolution de poids moléculaire en fonction du nombre de cycles du pp vierge et PPstabilisé	30
Figure. III.13. Evolution de la contrainte au seuil en fonction de nombre de cycle du PP vierge et stabilisé.....	31
Figure. III.14. Evolution de la contrainte au seuil et de l'élongation à la contrainte au seuil en fonction de la composition des chaînes courts et moyennes du PP vierge recyclé.....	32
Figure. III.15. Evolution de la contrainte au seuil et de l'élongation à la contrainte au seuil en fonction de la composition PP/PPrecup	33



introduction générale



INTRODUCTION GENERALE

Le polypropylène (PP) est un thermoplastique de la famille des polyoléfines obtenues par la polymérisation du monomère propylène. Le mode de synthèse le plus répandu actuellement est le procédé de catalyse hétérogène Ziegler Natta, qui conduit à l'obtention de polypropylène isotactique. D'autres modes de synthèse permettent l'obtention de la conformation atactique ou celle de syndiotactique, mais c'est la forme isotactique qui est la plus répandue. Ce polymère semi cristallin a une température de fusion comprise entre 165 et 170°C. Le polypropylène est un matériau ayant un large champ d'applications industrielles et l'un des polymères actuellement les plus utilisés au monde. Son point de fusion relativement bas et son comportement fluide lui permettent une simplicité de transformation. Par contre le polypropylène est un matériau difficilement dégradable. Les mélanges de polymères constituent actuellement un point fort de l'innovation et de développement dans le domaine des matériaux plastiques. Développer un mélange à partir des polymères existants revient considérablement moins cher que mettre au point une nouvelle molécule.

L'objectif de ce travail consistera à étudier le comportement mécanique du mélange de polypropylène (PP) avec du polypropylène récupéré (PP_{recup}) destiné à l'élaboration des caisses de batteries électriques. Elle repose sur une série d'expérimentations faites dans la société SOREMÉP filière de la SONELEC sise à Chetouane (Tlemcen Algérie). Les propriétés mécaniques, notamment l'élasticité, caractérisée par le module de Young et la résistance à la traction définie par la contrainte au seuil, dépendent énormément de la composition du mélange et de la vitesse de déformation. Les résultats expérimentaux obtenus sont analysés et comparés à des travaux de la littérature concernant le même produit.

L'ensemble de ce travail est exposé dans ce manuscrit en trois parties :

- le premier chapitre est consacré aux concepts généraux sur le polypropylène, l'essai de traction ainsi que les propriétés d'écoulement associées à l'indice de fluidité à l'état fondu (MFI).

Introduction générale

- dans le deuxième chapitre, les méthodes expérimentales de caractérisation, relatives au comportement mécanique du mélange de polypropylène avec le polypropylène récupéré, sont exposées.
- le dernier chapitre présente les résultats expérimentaux et une comparaison avec les travaux de Rust et al.[1].
- enfin, nous terminons ce travail par une conclusion générale et des perspectives.

chapitre I

concepts généraux sur le polypropylène



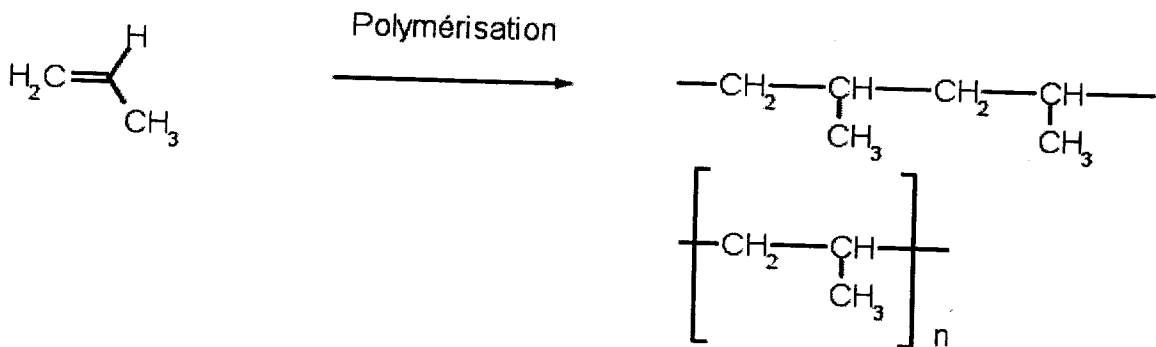
POLYPROPYLENE

I.1 Introduction

Le polypropylène PP [2] est l'un des plastiques, généralement souple et très utilisé dans l'industrie des polymères. On le retrouve dans les équipements automobiles, les caisses de batterie, les emballages et l'industrie agroalimentaire et sous forme de fibres dans les cordes plastiques et les tapis synthétiques.

I.2 Définition

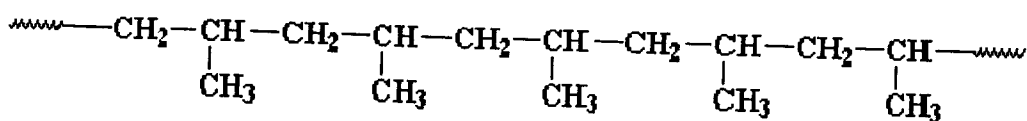
Le polypropylène est une polyoléfine résultant de la polymérisation des monomères de propylène ($\text{CH}_2=\text{CH}-\text{CH}_3$) en présence de catalyseurs suivant le procédé Ziegler-Natta. Les polyoléfines sont des monomères hydrocarbonés insaturés dont la formule générale du polypropylène est: $(\text{CH}_2-\text{CH}-\text{CH}_3)_n$



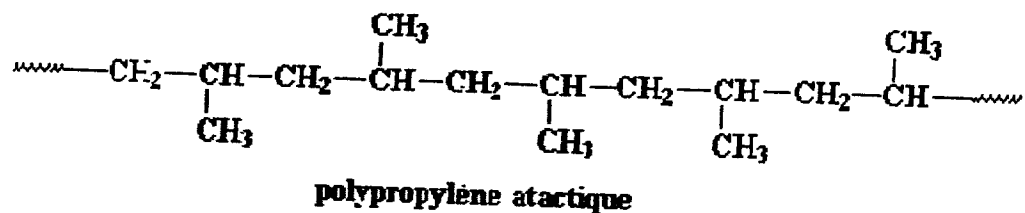
Monomère de propylène

Polymère de polypropylène

Le polypropylène se trouve sous différentes formes dépendant du mode d'organisation des groupes méthyles par rapport au plan de la chaîne : isotactique, syndiotactique et atactique. Les polypropylènes utilisés industriellement sont toujours quasi isotactiques, mais quelques fois on utilise du polypropylène atactique qui veut dire que les groupes méthyles sont placés au hasard de part et d'autre de la chaîne.



polypropylène isotactique



Cependant, en utilisant une catalyse spéciale par métallocène on peut élaborer des copolymères séquencés qui contiennent des séquences de polypropylène isotactique et des séquences de polypropylène atactique dans la même chaîne de polymère, comme le montre la figure I 1. Ce type de polypropylène est caoutchouteux, et de ce fait un bon élastomère.

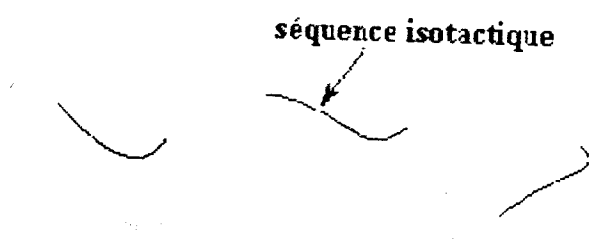


Figure I. 1 : Copolymères séquencés contenant des séquences isotactique et atactique

Les blocs isotactiques vont former des cristaux, mais comme les blocs isotactiques sont attachés aux blocs atactiques, chaque petit agglomérat dur de polypropylène isotactique cristallin est lié à des cordes de polypropylène atactique caoutchouteux, comme on peut le remarquer sur la figure I 2.

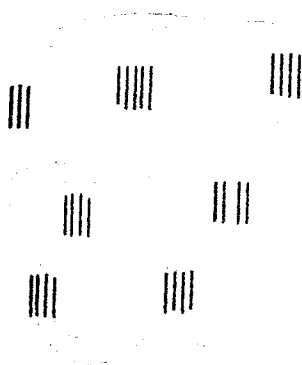
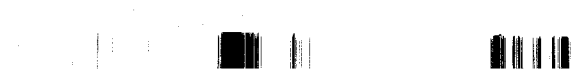


Figure I. 2 : Blocs isotactiques attachés aux atactiques



I.3. Caractéristiques [3]

Les propriétés mécaniques, physiques et thermiques des polypropylènes sont données par le tableau suivant :

Tableau. 1 : Caractéristiques mécaniques, physiques et thermiques

<i>Caractéristiques mécaniques</i>	
Coefficient de frottement	0,1-0,3
Dureté – Rockwell	R80-100
Elongation à la rupture (%)	150-300, pour film biax. >50
Module de tension (GPa)	0,9-1,5, film biax 2,2-4,2,
Résistance aux chocs – IZOD ($J m^{-1}$)	20-100
Résistance à l'abrasion - ASTM D1044 (mg/1000 cycles)	13-16
Résistance à la traction (Mpa)	25-40, pour film biax. 130-300

<i>Caractéristiques physiques</i>	
Absorption d'eau - équilibre (%)	0,03
Densité ($g cm^{-3}$)	0,9
Indice de réfraction	1.49
indice limite d'oxygène (%)	18
Résistance aux ultra-violets	Mauvaise
Résistance à la radiation	Passable

<i>Caractéristiques thermiques</i>	
Chaleur spécifique ($J K^{-1} kg^{-1}$)	1700 - 1900
Coefficient d'expansion thermique ($\times 10^{-6} K^{-1}$)	100-180
Conductivité thermique à 23°C ($W m^{-1} K^{-1}$)	0,1-0,22
Température de déflexion à la chaleur - 0,45 MPa (°C)	100-105
Température de déflexion à la chaleur - 1,8 MPa (°C)	60-65
Température maximale d'exploitation (°C)	90-120
Température minimale d'exploitation (°C)	-10 à -60

I. 4. Essai de traction

I. 4. 1. Principe

L'essai de traction [4] détermine l'aptitude d'un matériau à se déformer sous à un effort variable. Ce type d'essai est nécessaire pour prévoir le comportement du matériau dans des conditions réelles d'utilisation. L'essai de traction consiste à appliquer sur une éprouvette normalisée du matériau un effort et de mesurer l'allongement correspondant, ou inversement. Afin de caractériser le matériau, on introduit des variables relatives: la contrainte σ et la déformation ϵ .

La contrainte σ est associée à la force F , elle est définie par :

$$\sigma = F/S \quad (I. 1)$$

avec S la section utile de l'éprouvette. La contrainte nominale (ou conventionnelle) est le rapport entre la force F et la surface initiale de l'échantillon S_0 :

$$\sigma_n = F/S_0 \quad (I. 2)$$

La déformation nominale est :

$$\varepsilon_n = \Delta L / L_0 \quad (\text{I. 3})$$

$\Delta L = L - L_0$: correspond à l'allongement de la variation de longueur à un instant donné
L et L_0 sont respectivement les longueurs finale et initiale de l'éprouvette.

Cette grandeur σ est à distinguer de la contrainte vraie [3] liée à la structure qui, en tenant compte de l'hypothèse d'une déformation sans variation de volume, s'écrit:

$$\sigma = \sigma_n (1 + \varepsilon_n) \quad (\text{I. 4})$$

La déformation vraie correspondante est :

$$\varepsilon = \ln (1 + \varepsilon_n) \quad (\text{I. 5})$$

A partir de ces deux grandeurs mécaniques nous allons pouvoir d'écrire le comportement du matériau. Les courbes contraintes-déformations nominale ou vraie, caractéristiques de la traction du matériau, peuvent nous renseigner sur les différentes propriétés utiles telles que l'élasticité, la plasticité, la rupture ...etc.

I. 4. 2. Propriétés élastiques

Module de Young

Le physicien britannique Thomas Young (1773-1829) avait remarqué que le rapport entre la contrainte de traction appliquée à un matériau et la déformation qui en résulte (un allongement relatif) est constant, tant que cette déformation reste petite et que la limite d'élasticité du matériau n'est pas atteinte. Cette constante est le module de Young ou module d'élasticité longitudinal. La loi d'élasticité est la loi de Hooke :

$$\sigma = E\varepsilon \quad (\text{I. 6})$$

E est le module d'Young.

Un matériau dont le module de Young est très élevé est dit rigide (figure I 3a). L'acier, l'iridium, le diamant, sont des matériaux très rigides, l'aluminium et le plomb le sont moins, les matières plastiques et organiques sont généralement peu rigides. Il ne faut cependant pas confondre élasticité et rigidité puisque la rigidité d'une poutre par exemple dépend de son module de Young mais aussi du moment d'inertie de sa section.

I. 4. 3. Déformation plastique

Dans la première partie de l'essai de traction, lorsqu'on applique un effort, le matériau se déforme élastiquement, autrement dit les courbes charge-décharge sont identiques. Après le déchargement, l'éprouvette retrouve sa longueur initiale. Après avoir franchi un certain seuil en contrainte, appelé limite d'élasticité, la déformation n'est plus linéaire, ni réversible et il apparaît une déformation irréversible à la décharge c'est la déformation plastique, qui se produit par un réarrangement de la position des atomes.

I. 4. 4. Ductilité

La ductilité désigne la capacité d'un matériau à se déformer plastiquement sans se rompre. La rupture se fait lorsqu'un défaut (fissure ou cavité), induit par la déformation plastique, devient critique et se propage. La ductilité est donc l'aptitude qu'à un matériau à résister à cette propagation (figure I 3b). S'il y résiste bien, il est dit ductile, sinon il est dit fragile.

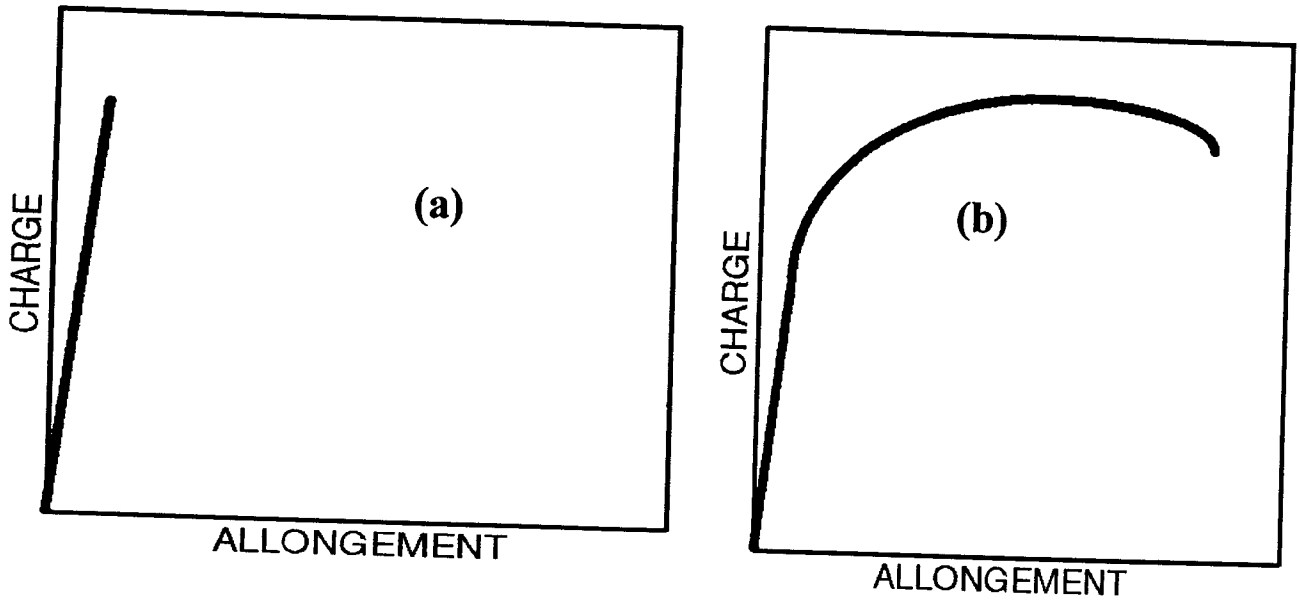


Figure I. 3 : Comportement (a) fragile et (b) ductile d'un matériau

I. 4. 5. Courbe contrainte-déformation

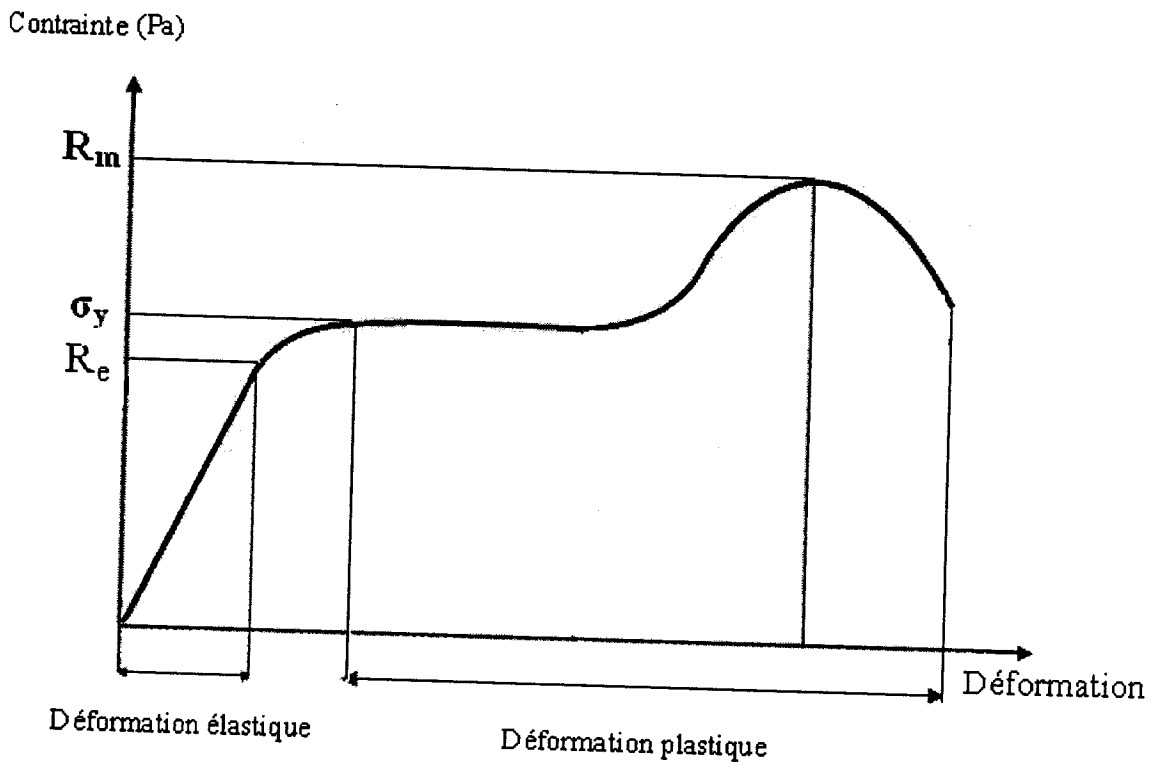


Figure I. 4. Contrainte -déformation

Un essai de traction montre généralement quatre domaines de déformations:

1. L'éprouvette commence par s'allonger de manière élastique avec des efforts croissants jusqu'à la valeur la limite élastique R_e .
2. S'allonge encore, bien que l'effort de traction soit plus faible avec perte de l'élasticité et début de la réduction du diamètre de l'éprouvette (striction).
3. L'allongement se poursuit avec des efforts croissants jusqu'à la résistance mécanique R_m .
4. Ensuite il y a encore un peu d'allongement bien que l'effort de traction soit plus faible, puis il y a rupture avec un allongement relatif $A\%$ et un coefficient de striction $Z\%$.

L'exploitation d'une courbe de traction permet d'obtenir des valeurs utiles caractéristiques d'un matériau :

- ❖ **La limite d'élasticité R_e ou $R_{e0,2}$ (pour 0,2% de déformation) :** contrainte à partir de laquelle le matériau s'écarte de la loi de HOOKE, apparition de la première déformation plastique.
- ❖ **La résistance à la traction R_m :** contrainte maximale.
Dans le cas des matériaux fragiles (pas de déformation plastique), R_e et R_m sont confondues.
- ❖ **L'allongement à la rupture A :** c'est une mesure de ductilité car elle est nulle pour les matériaux fragiles.
- ❖ **La striction à la rupture Z :**

$$Z = (S_0 - S_u) * 100 / S_0 \quad (\text{I. 7})$$

avec: S_0 la section de l'éprouvette initiale et S_u la section de l'éprouvette après la rupture.

I. 5. Autres méthodes de caractérisation

D'autres méthodes sont utilisées pour caractériser les propriétés physiques et mécaniques d'un matériau polymère, ce sont la rhéologie, l'Infra Rouge à Transformée de Fourier FTIR, l'indice d'impact, l'indice de fluidité à l'état fondu MFI ...etc.

- **Indice de fluidité à l'état fondu MFI** : représente l'écoulement en grammes qui se produit dans 10 minutes, quand une pression fixe est appliquée à la fente de l'équipement par l'intermédiaire d'un piston avec une charge totale de 2.16 Kg à la température 190° comme le montre la figure I 5 (quelques polymères sont analysés à une plus haute température avec différents poids et différentes tailles de l'orifice). L'indice de fluidité à l'état fondu permet l'évaluation de la masse moléculaire moyenne et donne une mesure inverse de la viscosité. Cet indice ne s'applique, bien entendu, qu'aux thermoplastiques. La fusion d'un thermoplastique (semi-cristallin) correspond au passage de l'état solide à l'état liquide de la partie cristalline, sa fluidité sera donc fonction de son degré de cristallinité.

Plus un thermoplastique aura un taux de cristallinité important, plus il sera aisé à mouler (cas du polypropylène par exemple). A l'opposé, le PEEK reste visqueux car sa part de cristallinité est de 30 % pour 70 % de structure amorphe.

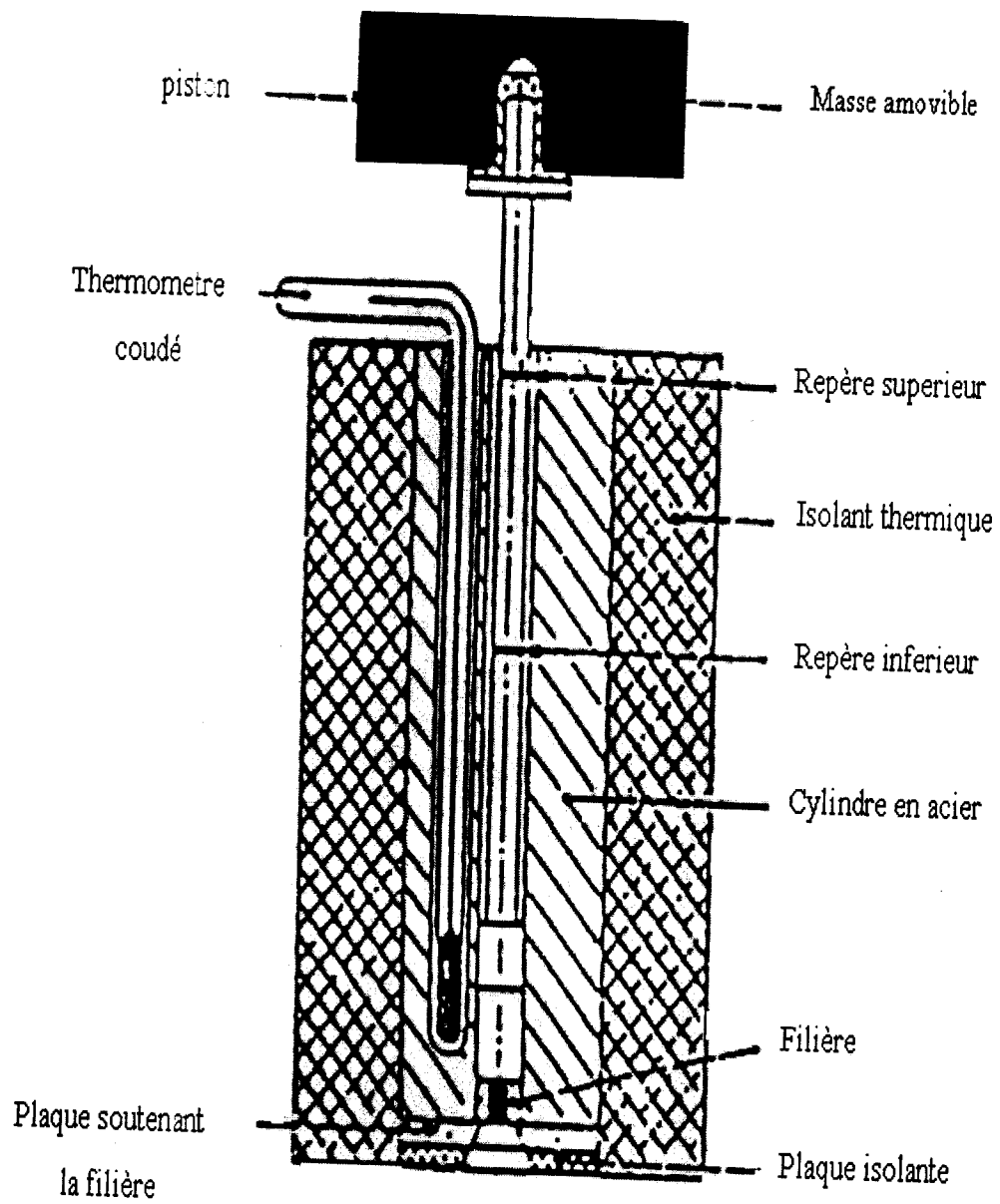


Figure I. 5: Mesure d'indice de fluidité

chapitre II

matériaux et techniques expérimentales



Introduction

Le polypropylène est un thermoplastique d'une grande résistance à la corrosion et aux produits chimiques. C'est un matériel versatile pour la fabrication car il peut être soudé et thermoformé. Ce facteur a encouragé l'industrie à trouver des moyens de recyclage du polypropylène déjà utilisé. Cependant, l'un du plus grand inconvénient du polypropylène est son impact sur l'environnement, où il ne peut être débarrassé correctement que par incinération [5, 6, 7, 8, 9]. Pour ce-là, on s'intéresse dans cette investigation au comportement mécanique du polypropylène pur (PP) et au mélange de polypropylène pur avec du polypropylène récupéré à différentes compositions (PP/PPrecup) : (100/0, 75/25, 60/40, 50/50, 40/60, 25/75).

Le matériau considéré est produit par la société SOREMEP filière de la SONELEC sise à Chetouane (Tlemcen Algérie). La matière première est le polypropylène importé sous forme de grain et extrudé dans une extrudeuse de type Buhler-Rouer. Après un concassage, il est fondu et injecté dans un moule à une température égale à 200°C et ensuite refroidi par un circuit d'eau pour prendre la forme finale de la caisse de batterie.

II. 2 Essai de traction

Les essais présentés ont été réalisés au laboratoire de mécanique de la société SOREMEP (Chétouane) sur une machine de traction uniaxial de type ZES 10/0.5, qui permet de mesurer la grandeur de l'effort de tension et l'allongement respectif à chaque instant de l'essai. Elle est équipée de deux mâchoires pour maintenir les éprouvettes par leurs bouts et d'un extensomètre de précision comme le montre la figure II 1. L'éprouvette est tenue entre deux mâchoires (figure II 2) par une pince ou un crochet et étirée à une vitesse constante. La force de traction nécessaire est mesurée en fonction du temps d'allongement. La force rapportée à la surface donne la contrainte tandis que la vitesse et le temps d'allongement caractérisent la déformation. Ces essais permettent donc de tracer une courbe dite de traction qui représente l'évolution de la contrainte nominale en fonction de la déformation nominale. Les essais de tractions

sont réalisés à une température ambiante égale à 24°C et pour deux vitesses de la console, 2 et 5 mm/min.

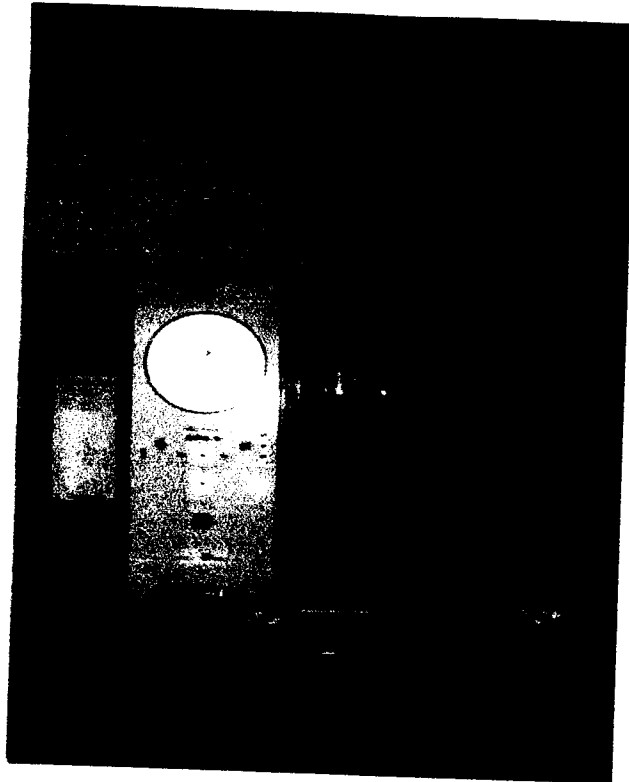


Figure II. 1. Machine de traction ZES 10/0.5



Fig. II. 2. Représentation des deux mâchoires de fixation de l'éprouvette



Les éprouvettes sont moulées sous les mêmes conditions que le produit final et ont une forme altère plate comme la montre la figure III 3.

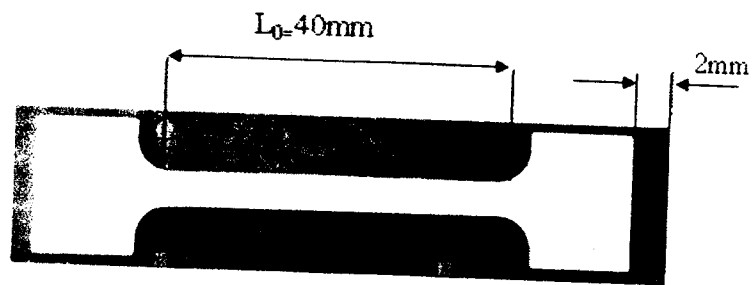


Figure II. 3. Dimension d'éprouvette d'essai

La figure II 4 donne un exemple d'éprouvettes réelles non déformées tandis que celles de la figure III 5 correspondent aux échantillons déformés.

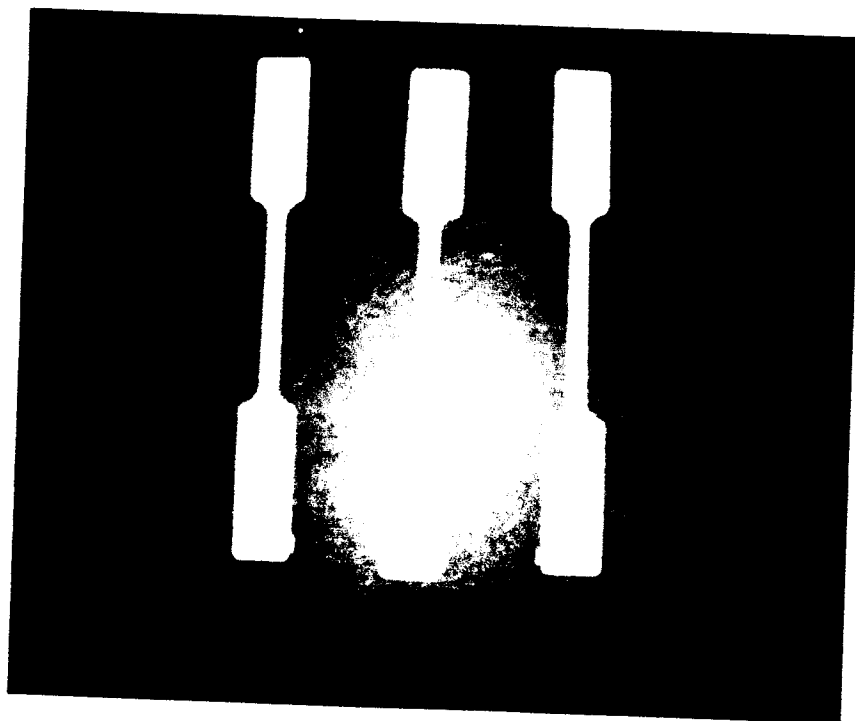


Figure. II.4. éprouvettes réelles non déformées, du mélange PP/PPrécup

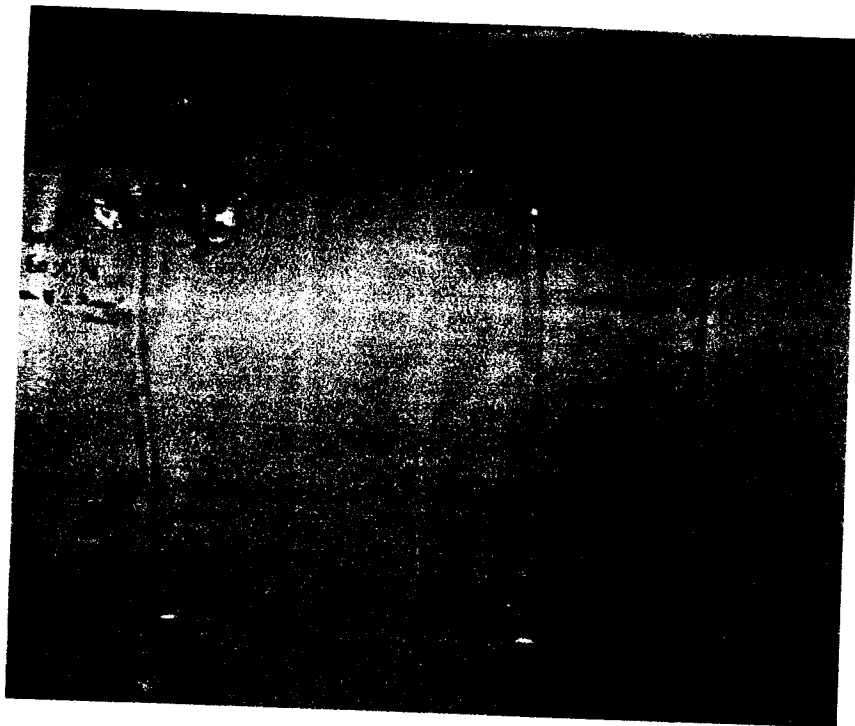


Figure II. 5. Eprouvettes réelles déformées du mélange PP/PPrecup, de gauche vers la droite elles correspondent aux mélanges 60/40 et 100/0 pour la vitesse 2 mm/min

II. 3 Indice de fluidité

Le MFI (indice de fluidité à l'état fondu) est par définition la masse de polymère qui s'écoule en 10 minutes à travers une filière cylindrique donnée et sous l'action d'un poids de masse déterminée (2.16 Kg). L'analyse du MFI dans les travaux de Rust et al.[1] a été faite sur un appareil de type Hanatek 4010 selon la norme ISO 1133 avec poids d'extrusion de 2.16 Kg et une température de 230 °C.

chapitre III

résultats et discussions

RESULTATS ET DISCUSSIONS

L'essai de traction sur le polypropylène (PP) et son mélange avec du polypropylène récupéré (PP récup) nous renseigne sur les propriétés élastiques définies par le module de Young et les propriétés plastiques représentées par la contrainte au seuil de l'écoulement. La résistance à la déformation et les conditions à la rupture du matériau, paramètres importants dans le comportement mécanique, sont aussi très bien définies par ce mode de caractérisation. Les résultats des courbes contraintes - déformations proviennent de la traction du polypropylène et du mélange PP/PPrecup, à différentes compositions en PPrecup. Les essais de traction, réalisés à l'ENTC TLEMCEN, seront discutés et comparés aux travaux de Rust et al.[1].

III. 1. PROPRIETES MECANIQUES

Le mélange PP/PPrecup, à différentes compositions en PPrecup (0, 25, 40, 50, 60, 75%) est soumis à une traction uniaxiale et les courbes caractéristiques contraintes-déformations sont déterminées à la température ambiante (24°C) et aux vitesses 2 et 5 mm/min. Les courbes contraintes-déformations sont obtenues à partir de la force de charge et du temps de déroulement de la traction à une vitesse constante d'après:

$$\sigma = F/S \quad (\text{III. 1})$$

$$\varepsilon = \Delta L/L_0 = V t \quad (\text{III. 2})$$

σ , F et S sont respectivement la contrainte, la force de traction et la surface de l'éprouvette; V , la vitesse et t , le temps de déroulement de la charge jusqu'à la rupture. Le domaine élastique est représenté par la partie linéaire de la courbe contrainte déformation, la pente au démarrage donne directement le module de Young. Le domaine plastique apparaît à partir de la contrainte au seuil, prise comme le premier maximum de la courbe jusqu'au début de la consolidation et la rupture du matériau. Les figures III 1 et III 2 montrent les courbes contraintes-déformations à différentes compositions en PPrecup pour les vitesses de la console 2 et 5 mm/min.

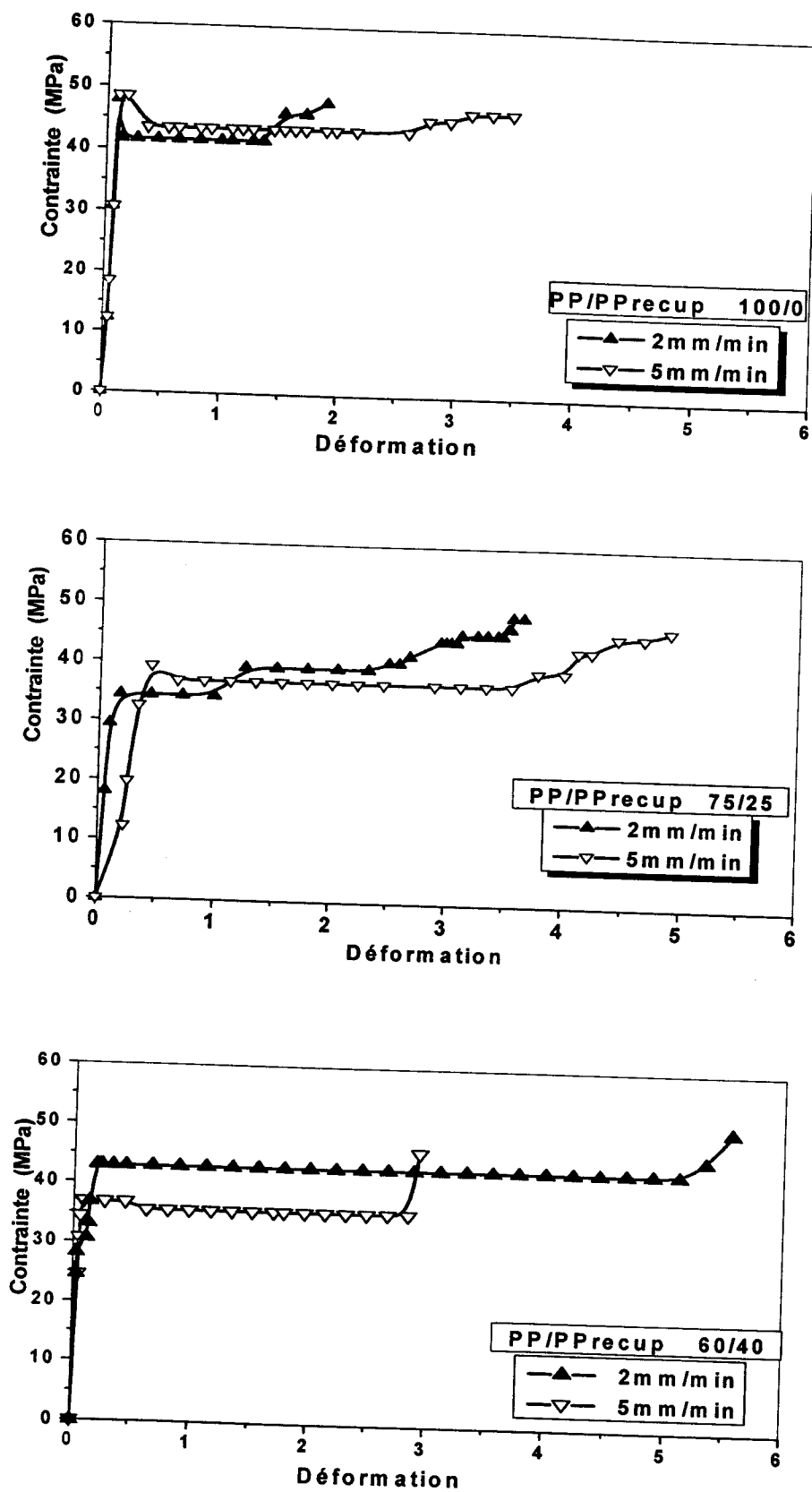


Figure. III. 1. Courbes contraintes - déformations pour les mélanges PP/PPrecup 100/0, 75/25 et 60/40 aux vitesses 2 et 5mm/min

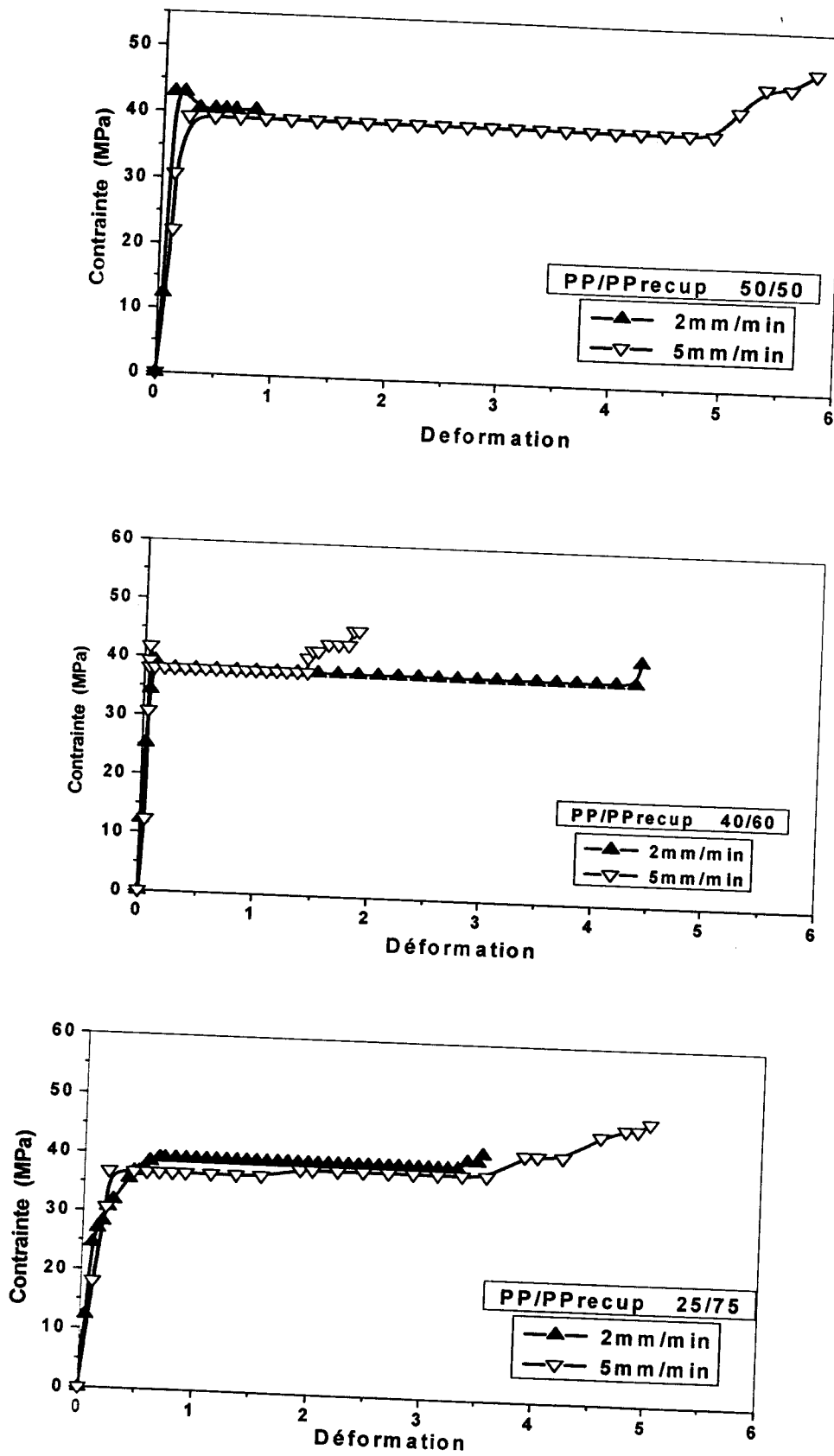


Figure. III. 2. Courbes contraintes - déformations pour les mélanges PP/PPrecup 50/50, 40/60 et 25/75 aux vitesses 2 et 5mm/min

Toutes les courbes présentent clairement un domaine élastique n'excédant pas 20% en déformation. La résistance à la traction (contrainte au seuil) se situe entre 40 et 50 MPa, le domaine plastique est représenté par un large plateau se terminant par un durcissement et une rupture.

III. 2. 1 Propriétés élastiques

Module de Young

Les pentes initiales des courbes, dans le domaine élastique, donnent directement le module de Young pour chaque vitesse. Les figures III 3 et III 4 donnent un exemple de détermination du module dans le cas des courbes contraintes déformations à la température ambiante. Il est de 201,07 MPa pour le mélange PP/PPrecup 25/75 à la vitesse 5mm/min et de 544 MPa pour le mélange 60/40 et la vitesse 2mm/min.

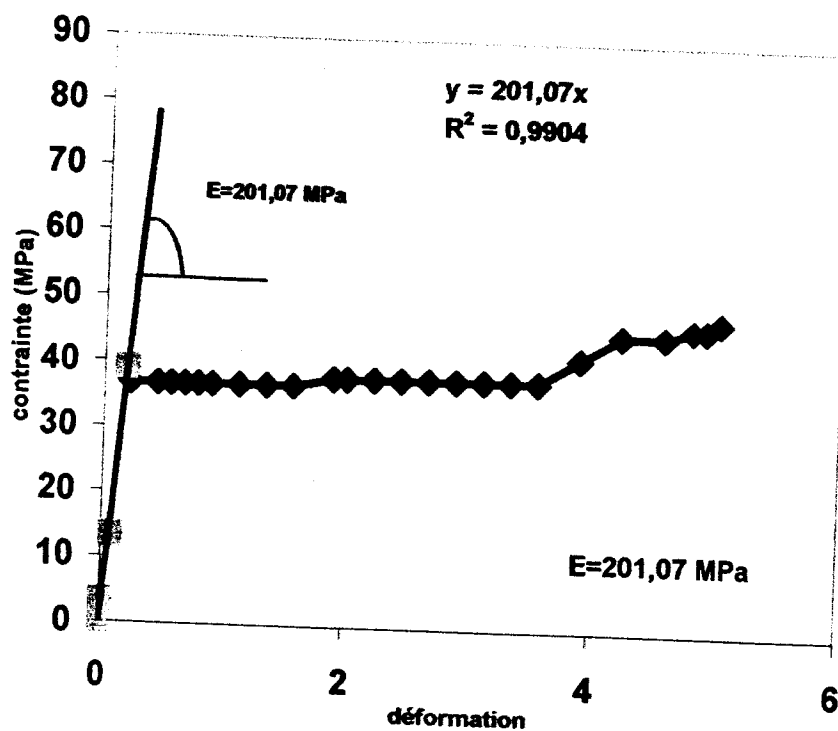


Figure. III. 3. Evaluation du module de Young à partir de la courbe contrainte déformation du mélange PP/PPrecup (25/75) $v=5\text{mm/min}$

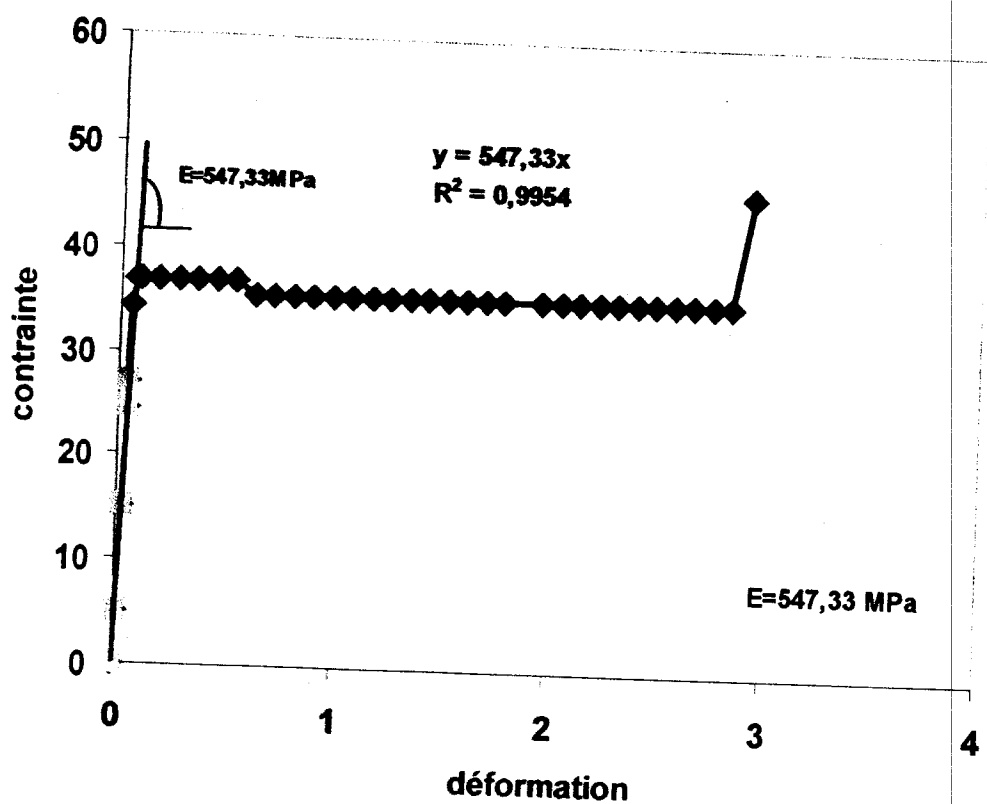


Figure. III. 4. Evaluation du module de Young à partir de la courbe contrainte déformation du mélange PP/PPrecup (60/40) pour $v=2\text{mm/min}$

La figure III 5 récapitule les modules pour différentes compositions. D'une manière générale le module augmente avec la vitesse, sauf pour le mélange 50/50 et 25/75, ce qui est cohérent avec la théorie et l'expérimentation [5]. D'autre part il diminue globalement avec la composition en PPrécup à l'exception du mélange 40/60.

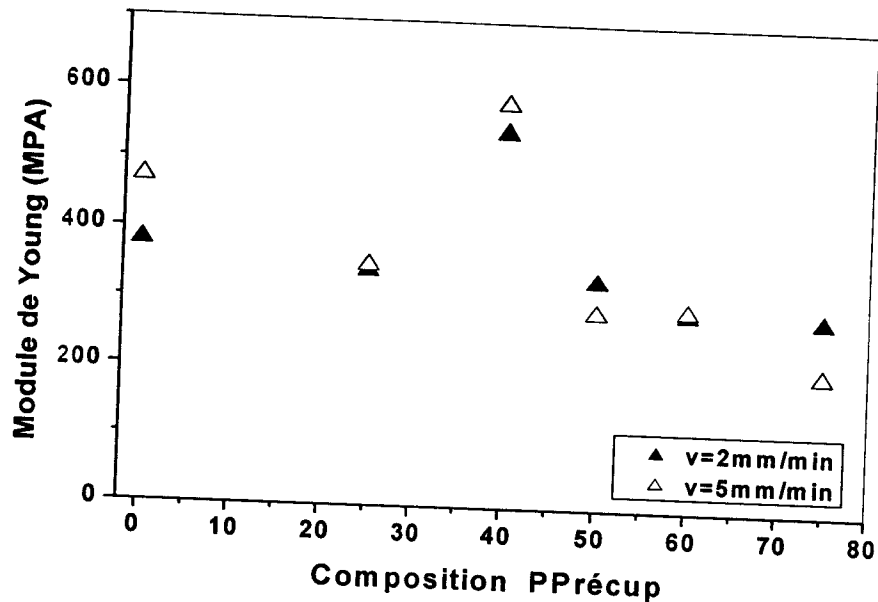


Figure. III. 5. Evolution de module d'élasticité en fonction de la composition en PPrécup

III. 2. 2 Propriétés plastiques

La contrainte au seuil σ_y indique le passage de l'état élastique et voire viscoélastique à l'état plastique. La déformation plastique des polymères semi cristallins est généralement accompagnée d'un phénomène d'instabilité plastique appelé striction. Lorsque la contrainte atteint la valeur maximale de la linéarité élastique, la déformation plastique commence. Au seuil, les contraintes vraies le long de l'éprouvette sont égales à celles au centre de la striction pour une déformation équivalente, ce qui confirme que la déformation se fait à volume constant, et elle est homogène jusqu'à ce seuil. Le durcissement se produit après le plateau plastique montrant ainsi la consolidation du matériau. La contrainte au seuil σ_y est donnée directement par le maximum au début de la plasticité. Quand elle n'est pas clairement représentée dans la courbe contrainte-déformation, elle est souvent normalisée par la parallèle à la pente initial à 20% de la déformation.

La contrainte au seuil σ_y pour les différentes compositions, déterminée par la méthode classique au premier maximum de la plasticité est donnée sur la figure III 6.

Elle décroît au début avec l'augmentation de la composition, se stabilise à partir de 40% et décroît à nouveau à partir de 60% en PP récup.

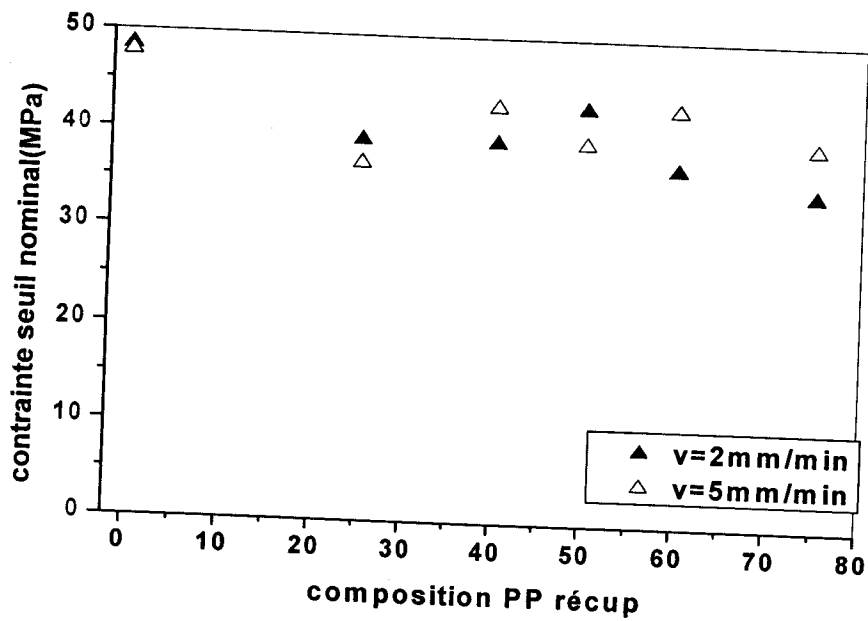


Figure. III 6. Evolution de contrainte au seuil nominal en fonction de la composition en PPrecup

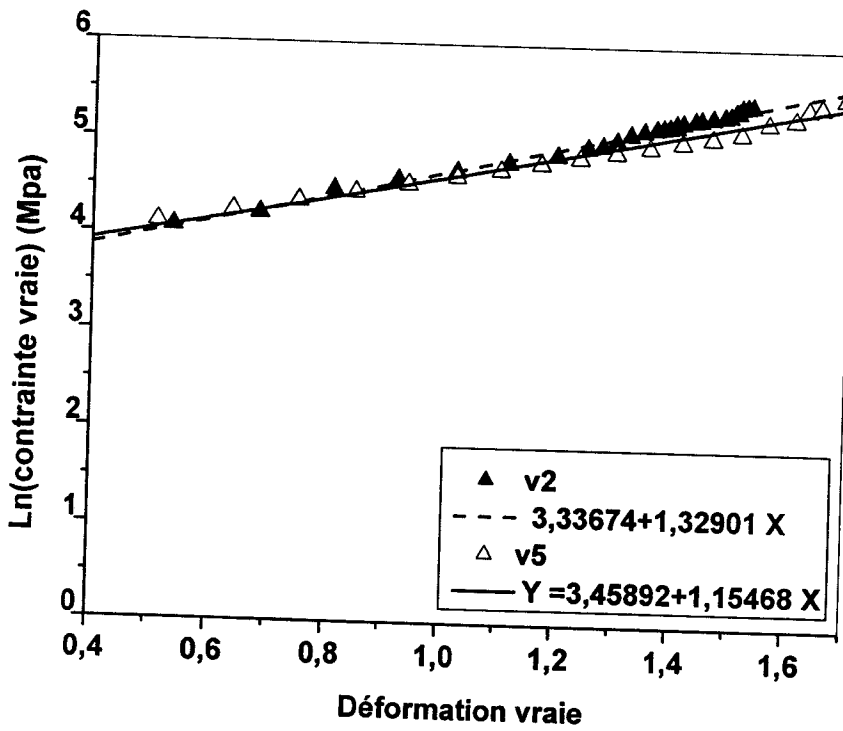
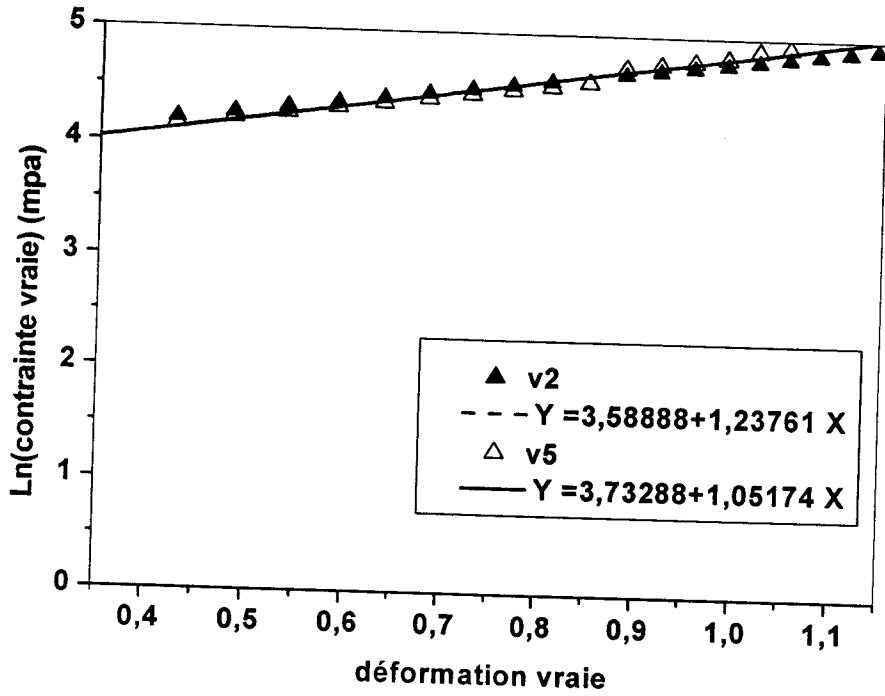
Une autre méthode, se basant sur la contrainte et la déformation vraie, est trouvée par la modélisation. Cette méthode pour la détermination de σ_y provient du modèle de Bahadur [6]:

$$\sigma(\epsilon, \dot{\epsilon}) = \sigma_y(\dot{\epsilon}) \exp(g \epsilon) \quad (\text{III. 3})$$

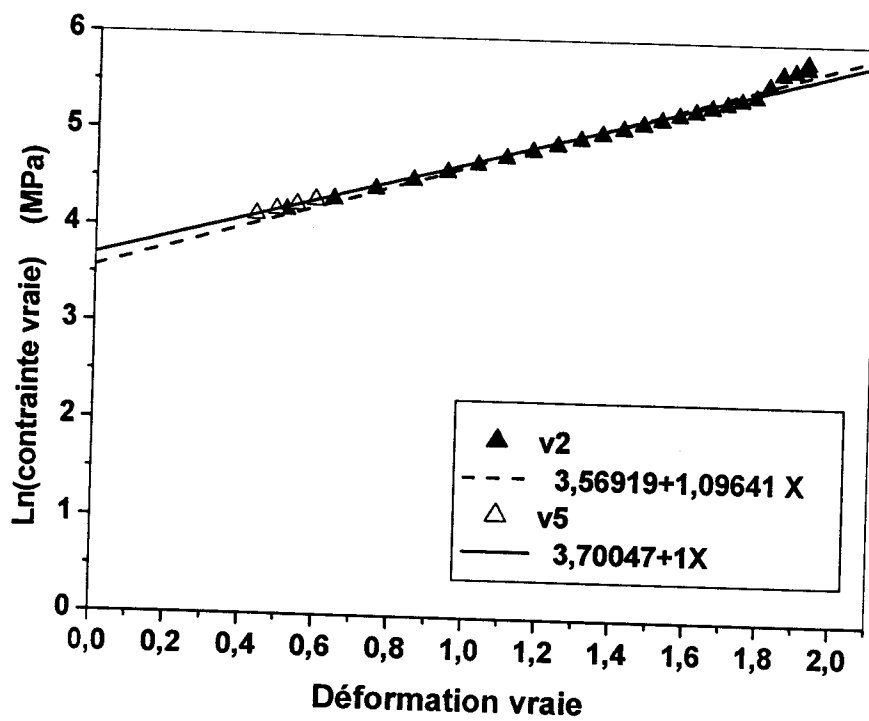
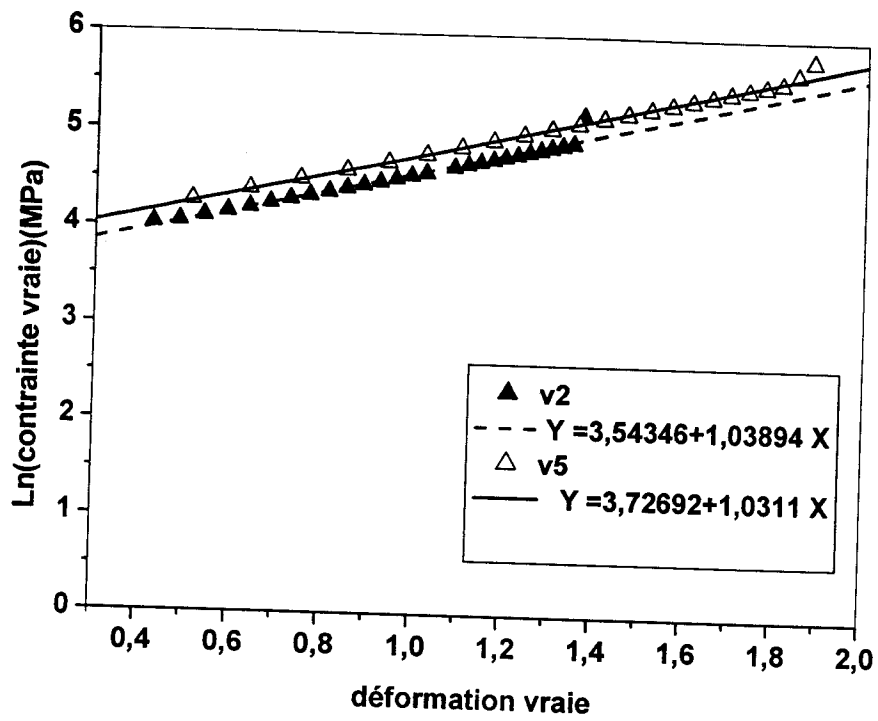
σ_y est la contrainte au seuil vraie, et g le paramètre de durcissement définit par :

$$g = \left[\frac{\partial \ln \sigma}{\partial \epsilon} \right]_{\dot{\epsilon}} \quad (\text{III. 4})$$

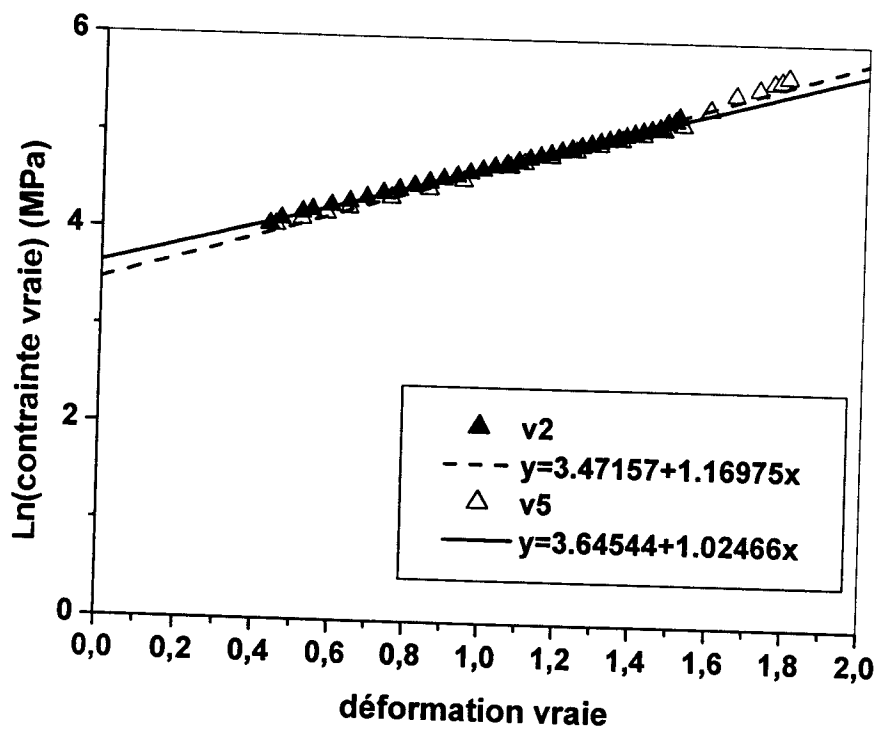
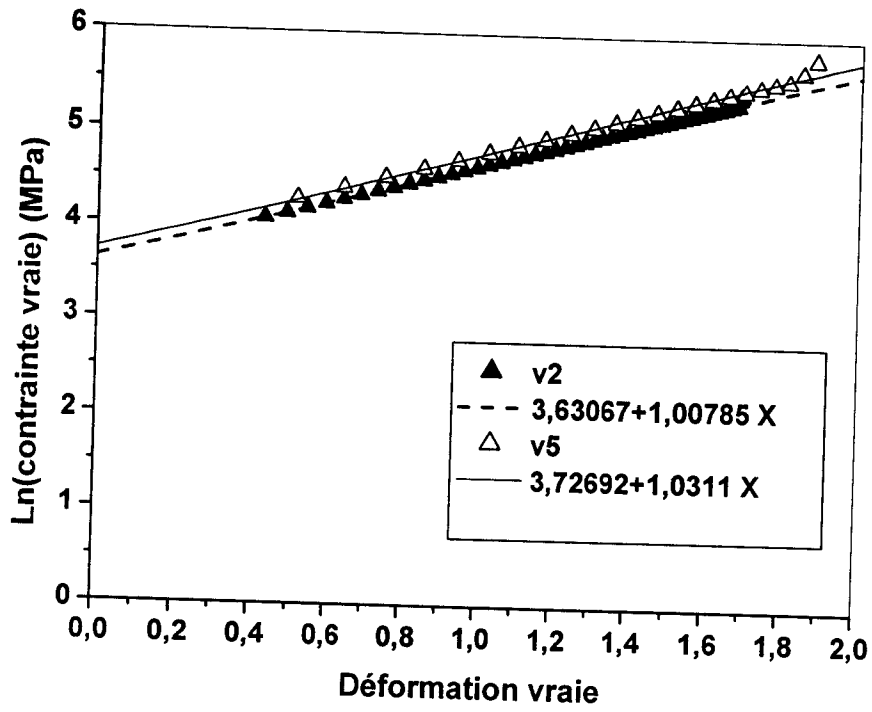
Le tracé du logarithme de la relation III 3 en fonction de la déformation montre une linéarité dans la région plastique. Les figures III 7, 8 et 9 donnent la contrainte au seuil pour les deux vitesses 2 et 5 mm/min, à la température ambiante pour les différentes compositions.



Figures. III. 7. Evolution de $\ln(\text{contrainte vraie})$ en fonction de déformation vraie pour les mélanges 100/0 et 75/25 aux vitesses $v=2\text{mm/min}$ et $v=5\text{mm/min}$



Figures. III. 8. Evolution de $\text{Ln}(\text{contrainte vraie})$ en fonction de déformation vraie pour les mélanges 60/40 et 50/50 aux vitesses $v=2\text{mim/min}$ et $v=5\text{mim/min}$



Figures. III. 9. Evolution de Ln (contrainte vraie) en fonction de déformation vraie pour les mélanges 40/60 et 25/75 aux vitesses $v=2\text{mim/min}$ et $v=5\text{mim/min}$

La figure III 10 récapitule les différentes valeurs de σ_y vraie à différentes compositions, déterminées par la modélisation

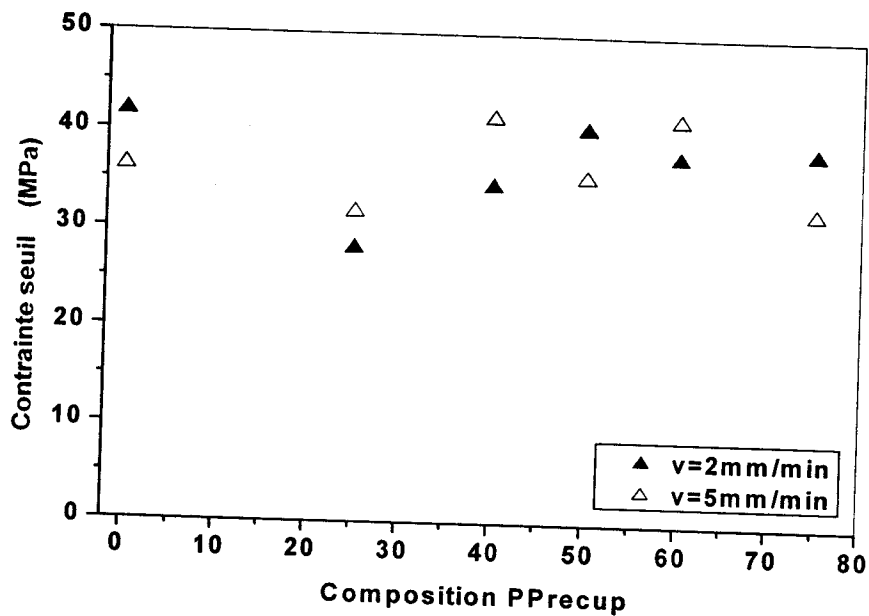


Figure. III. 10. Evolution de la contrainte au seuil en fonction de la composition du mélange PP/PPrecup

Pour le PP pur les valeurs de la contrainte au seuil vraie sont légèrement inférieures à celles des contraintes nominales données par la figure III 6. Pour les PP avec différentes compositions elles sont pratiquement du même ordre et suivent la même tendance.

III. 2 COMPARAISON DES RESULTATS AVEC LES TRAVAUX DE LA LITTERATURE

Rust et ses collaborateurs [1] ont étudié expérimentalement le mélange de PP/PPrecup pour la fabrication des caisses de batterie. Ces auteurs se sont intéressés au mélange du polypropylène vierge avec du polypropylène recyclé. Ce travail concerne l'influence des propriétés physiques et d'écoulement du matériau stabilisé et non stabilisé soumis à plusieurs recyclages. Le polypropylène vierge est hautement isotactique et a un MFI (indice de fluidité à l'état fondu) de 8.5 g/10min. Le polypropylène, recyclé de 1 à 9 fois, se présente sous deux structures différentes. Au

début le polypropylène pur est formé de longues chaînes. Les premiers cycles (jusqu'au quatrième environ) avec un MFI de 11.4 g/10min donnent des chaînes moyennes, ensuite vient le recyclage intermédiaire avec un MFI de 12.3 g/10min caractérisé par des chaînes courtes (pour le nombre de cycle supérieur à quatre) et enfin, pour le nombre de cycles élevé (au environ de neuf et plus) le matériau se dégrade. Les techniques de caractérisation utilisées dans ce travail sont relativement simples tels que :

Le MFI : indice de fluidité à l'état fondu qui est un indice de contrôle de qualité et une indication sur le nombre de recyclage.

La Rhéologie : sert à déterminer à travers les modules élastique G' et de perte G'' , le MWD (distributions des poids moléculaires), les spectres de temps de relaxation

La Traction uniaxial : pour l'étude du comportement mécanique (élasticité, plasticité et la rupture).

Nous allons nous focaliser sur quelques résultats caractéristiques de Rust et al.[1]. La figure III 11 représente le MFI en fonction du nombre de recyclage pour le polypropylène vierge et le polypropylène stabilisé. Elle montre en général une augmentation du MFI avec le nombre de recyclage pour les deux cas et un changement d'effets à partir du troisième cycle. Les MFI du polypropylène stabilisé croient moins vite que les polypropylènes vierges non stabilisés. Ceci prouve que les PP stabilisés se dégradent moins vite que les PP vierges.

Les résultats rhéologies montrent sur la figure III 12 une décroissance des poids moléculaires en fonction des nombres de cycles.

L'accroissement du MFI et la décroissance en poids moléculaire avec le nombre de cycles prouvent que le recyclage produit la scission des chaînes moléculaires.

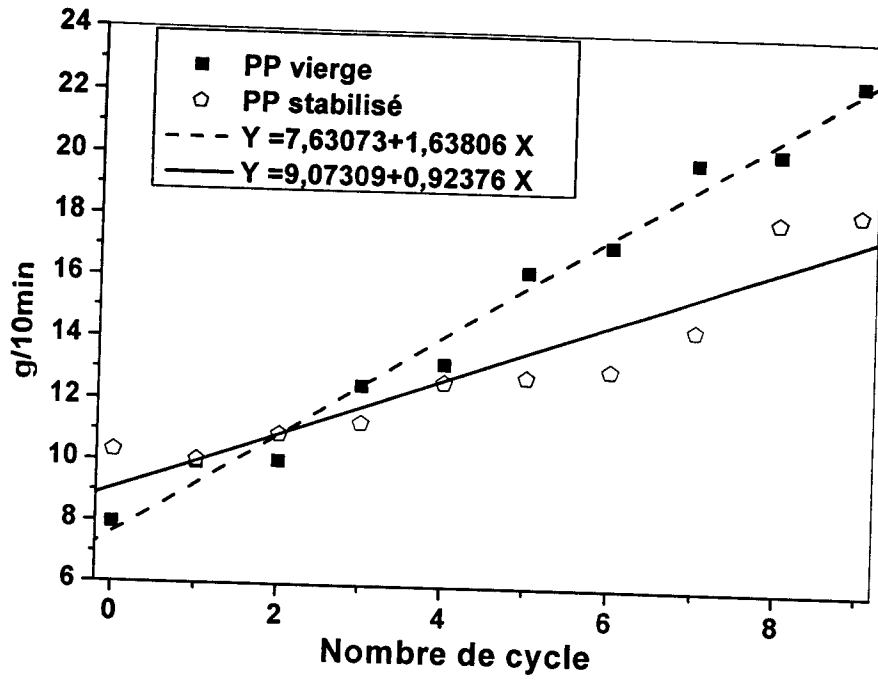


Figure. III. 11. Evolution de l'indice de fluidité à l'état fondu (MFI) en fonction de nombre de recycle du PP vierge et du PP stabilisé

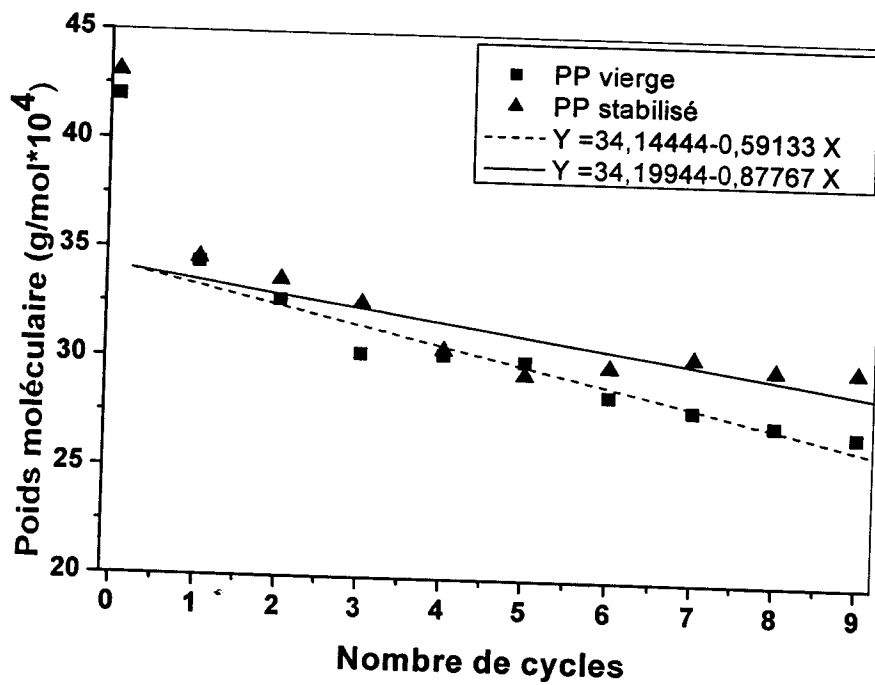


Figure. III.12. Evolution du poids moléculaire en fonction du nombre de recyclages du PP vierge et PP stabilisé

La figure III 13 montre la variation des contraintes au seuil du polypropylène vierge et du polypropylène stabilisé en fonction du nombre de cycles ainsi que les élongations à la contrainte de seuil maximum. Pour les premiers cycles le polypropylène vierge a une grande résistance caractérisée par une plus grande contrainte au seuil. Après les troisième-quatrième cycles les contraintes au seuil sont plus ou moins égales tandis que l'élongation ne subit pas de grande variation.

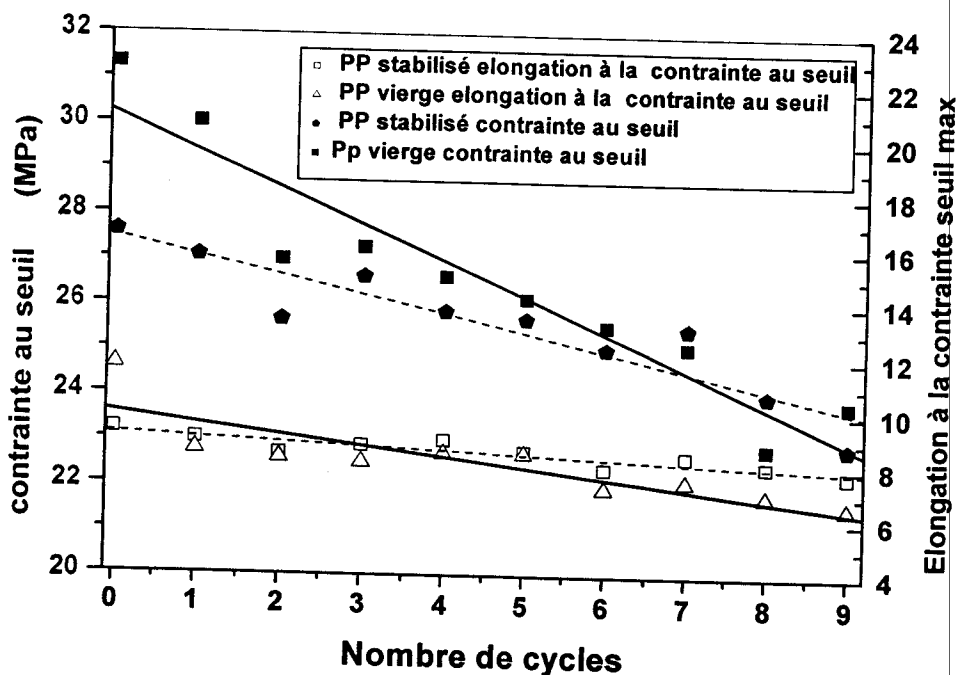


Figure. III. 13. Evolution de la contrainte au seuil et de l'élongation à la contrainte au seuil en fonction de nombre de cycles du PP vierge et stabilisé

La figure III 14 montre une plus forte résistance (contrainte au seuil) des PP à courtes chaînes pour toute la gamme de composition du mélange PP/PP recyclé. Dans le cas du PP vierge l'élongation est environ de 12%, pour les PP recyclés, elle chute brusquement et devient plus ou moins constante le long de la composition. Aussi l'élongation des chaînes courtes est plus petite que celles des longues chaînes prouvant ainsi une meilleure élasticité dans le dernier cas, due effectivement à l'enchevêtrement des chaînes.

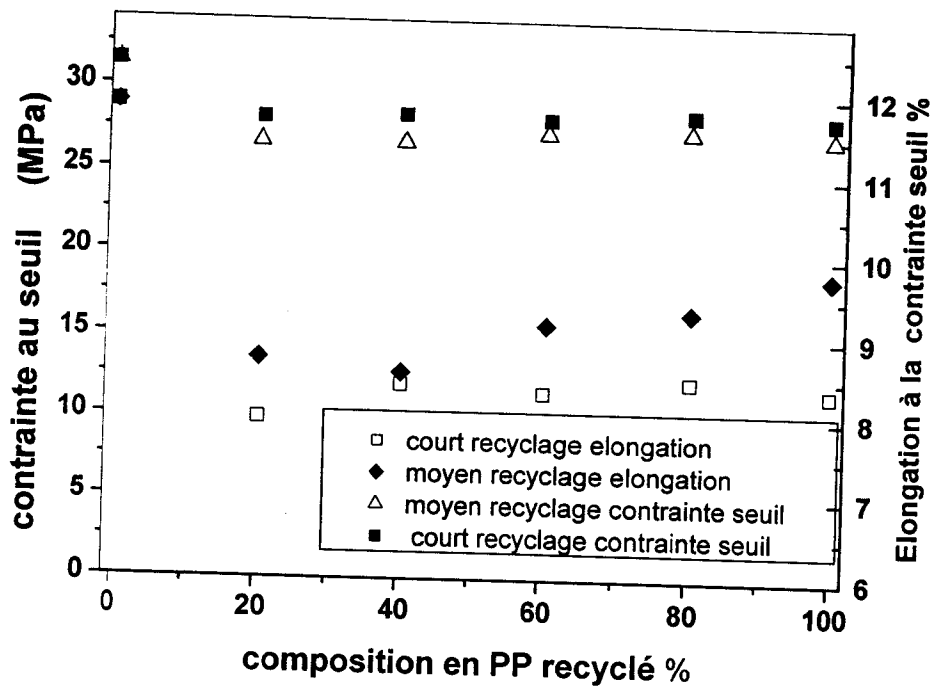


Figure. III. 14. Evolution de la contrainte au seuil et de l'élongation à la contrainte au seuil en fonction de la composition des chaînes courts et moyennes du PP vierge et recyclé

La figure III 15 donne la contrainte au seuil et l'élongation à la contrainte au seuil du mélange PP/PPrecup élaboré et caractérisé à la SOREMEP Chetouane. Le PP pur présente une meilleure résistance que le PP vierge donné par la bibliographie [1]. Pour les différentes compositions, la contrainte varie entre 30 et 40 MPa. L'élongation qui est de 12% environ pour les PP pur devient plus ou moins constante avec la composition.

La comparaison des résultats expérimentaux du PP/PPrecup de notre étude avec celle des travaux de Rust et al.[1] prouve que la caractérisation par la traction seule n'est pas suffisante pour se prononcer sur la qualité du produit fini. On remarque aussi que d'autres méthodes d'analyses comme par exemple le MFI et la rhéologie apportent des renseignements très précis et complémentaires aux analyses mécaniques.

Le mélange PP/PPrecup est d'un grand intérêt que se soit du point de vue environnemental ou coût.

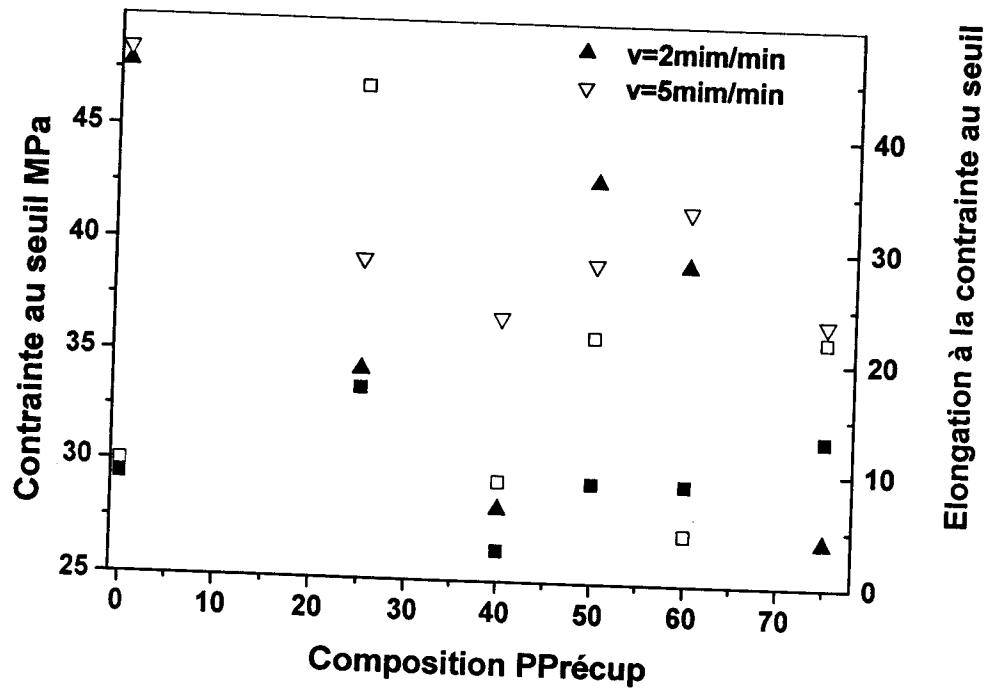


Figure. III. 15. Evolution de la contrainte au seuil (triangle plein pour $v=5\text{mm/min}$ et triangle vide pour $v=2\text{mm/min}$) et de l'élongation à la contrainte au seuil (carré plein pour $v=5\text{mm/min}$ et carré vide pour $v=2\text{mm/min}$), en fonction de la composition du mélange PP/PPrécup

conclusion générale

CONCLUSION GENERALE

Les essais de traction uni-axiale nous ont permis de construire les courbes contraintes déformations du mélange de polypropylène (PP) avec du polypropylène récupéré (PPrecup). Nous avons par la suite exploité les paramètres utiles comme le module de Young, déterminé à partir de la pente de la courbe, et la contrainte au seuil trouvée par deux méthodes, la méthode classique (nominale) représentée par le maximum du domaine d'élasticité et la méthode théorique (vraie) établie par le modèle de Bahadur. Nous avons par la suite déterminé le module élastique et la contrainte au seuil pour les différentes compositions en PPrecup. Les cycles charge-décharge permettent de suivre l'évolution du module élastique E. Le polypropylène pur, pour la vitesse de la console $v=5\text{mm/min}$ présente la plus grande rigidité qui décroît linéairement avec l'augmentation de la composition, sauf pour le mélange 40% PPrecup qui ne donnent pas de résultats souhaités.

La contrainte au seuil σ_y nominale, qui caractérise la résistance du matériau à se déformer, décroît avec l'augmentation de la composition, se stabilise à partir de 40% et décroît à nouveau à partir de 60% en PPrecup. Les valeurs de la contrainte au seuil vraie sont légèrement inférieures à celles σ_y vraies sur toute la gamme de la composition, et suivent la même allure.

Les travaux de Rust et al.[1] pour le même mélange donnent un accroissement linéaire avec le nombre de recyclage de l'indice de fluidité à l'état fondu (MFI) polypropylène vierge et le polypropylène stabilisé. Deux cas de chaînes sont observés, les chaînes moyennes pour les trois premiers cycles et courtes pour le nombre de recyclages supérieur à trois, un changement d'effets a lieu à partir du troisième cycle. Les MFI du polypropylène stabilisé croient moins vite que les polypropylènes vierges non stabilisés. Ceci prouve que les PP stabilisés se dégradent moins vite que les PP vierges. Les résultats de la rhéologie montrent une décroissance des poids moléculaires en fonction des nombres de cycles. L'accroissement du MFI et la décroissance en poids moléculaire avec le nombre de cycles prouvent que le recyclage produit la scission des chaînes moléculaires. D'autre part l'élongation des chaînes courtes est

plus petite que celle des longues chaînes prouvant ainsi une meilleure élasticité dans le dernier cas, due effectivement à l'enchevêtrement des chaînes.

Les résultats expérimentaux de la caractérisation mécanique des PP/PPrecup de SOREMEP malgré qu'elles sont en bon accord avec les travaux de Rust et al.[1], elles seules, ne suffisent pas pour se prononcer sur la qualité du produit fini. Une étude complète prendrait beaucoup d'investigation et nous amènerait aux perspectives suivantes :

- Etude du MFI du mélange PP/PPrecup en fonction du nombre de recyclage
- Détermination de la masse moléculaire en fonction du nombre de recyclage
- Caractérisation mécanique : module de Young, contrainte au seuil, élongation

Références Bibliographiques



REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] Rust N, . Ferg E.E, I. Masalova , *Polymer Testing* 25 (2006) 130 –139
- [2] Les polymères de la Molécule à l'objet M. Karrega EDP Sciences 1999
- [3] Matériaux industriels Matériaux Polymères M. Karrega et Coll Edition Duno Paris 2000
- [4] Science et Génie des Matériaux, William D. Callister, Jr ; Modulo Editeur 2001
- [5] Valenza A., La Mantia F.P., Recycling of polymer waste: part II—Stress degraded polypropylene, *Polymer Degradation and Stability* 20 (1988) 63–73.
- [6] Beck R.W., American Plastics council, 2001 National Postconsumer Plastics Recycling Report, October 2002
- [7] Valenza A., La Mantia P., Recycling of polymer waste: part 1—Photo-oxidized polypropylene, *Polymer Degradation and Stability* 19 (1987) 135–145.
- [8] Gonzalez-Gonzalez V.A., Neira-Velazquez, Angulo-Sanchez J.L., Polypropylene chain scissions and molecular weightchanges in multiple extrusion, *Polymer Degradation and Stability* 60 (1998) 33–42.
- [9] Yu Long, Bill.E. Tiganis, Robert.A. Shanks, Evaluation of recycled PP/Rubber/Talc hybrids, *Journal of Applied Polymer Science* 58 (1995) 527–535.