

Effet de la trempe libre et de l'épaisseur sur les propriétés mécaniques et spectroscopiques du polypropylène

S.Merabet¹, F. Rouabah²

¹. Laboratoire de Physico-chimie des Hauts Polymères (LPCHP), Département de Génie des Procédés, Faculté de Technologie. Université Ferhat Abbas Sétif-1

Résumé — Ce travail porte sur l'étude de l'effet de la température de trempe et de l'épaisseur sur les propriétés mécaniques et spectroscopique du polypropylène (PP) en présence des contraintes résiduelles. Le procédé de la trempe libre pour générer des contraintes thermiques a été choisi et son effet sur la dureté du PP et les propriétés spectroscopiques a été étudié. Les résultats montrent que la dureté Shore D est minimale à la température de trempe de 30°C, pour une épaisseur de 1mm. Par contre la plus grande valeur de la dureté Shore D est obtenue à la température de trempe 80°C pour une épaisseur de 3mm. L'étude spectroscopique montre que la plus grande intensité des pics correspond à la température de trempe 40°C. Il a été également constaté que les intensités des pics attribués à la phase cristalline augmentent par contre ceux associés à la phase amorphe diminuent. Ces changements dans l'intensité de ces pics peuvent être liés à l'existence d'un mode de relaxation localisé autour de cette température.

Mots clés: traitement thermique, polypropylène, trempe libre

I. Introduction

Le développement économique et industriel de ces dernières décennies combiné au souci de préserver l'environnement entraîne l'utilisation de nouveaux matériaux qui doivent répondre à ces deux tendances. Grâce à leurs performances physiques et chimiques, les thermoplastiques trouvent un champ d'application de plus en plus important dans diverses industries [1].

En outre, ces matériaux sont devenus plus compétitifs face aux métaux, même dans des conditions d'utilisation très agressives, que ce soit sous chargement mécanique, ou en environnement réactif. Ainsi, l'utilisation croissante des polymères dans l'industrie a donné lieu à un important volume d'études scientifiques sur la durabilité de ces matériaux. [2]. Nous avons choisi de travailler sur le polypropylène isotactique pour deux raisons. Tout d'abord, il présente une réalité industrielle puisqu'il est l'un des polymères thermoplastiques les plus produits dans le monde.

De plus il est un polymère modèle de la famille des polymères semi-cristallins dont la spécificité réside dans la mixité d'une phase amorphe et cristalline. Celle-ci lui apporte des propriétés physico-chimiques singulières dont la connaissance a été un élément indispensable à la bonne conduite de l'étude. Rappelons que les propriétés physico-chimiques des matériaux polymères sont intimement liées à l'organisation de leur microstructure, elle-même héritée des conditions thermomécaniques de leur mise en forme. Particulièrement pour les polymères semi-cristallins, les principaux paramètres structuraux qui constituent la microstructure sont la cristallinité (taux de cristallinité, nature des cristallites) et la distribution spatiale des macromolécules dans les phases amorphe et cristalline. L'objectif de l'étude est clairement d'identifier les signatures spectrales infrarouges associées à chacune de ces phases.

Le polypropylène possède différents avantages qui le rendent attrayant par rapport aux autres polymères. En effet, il a une forte résistance aux chocs, une haute rigidité ainsi qu'un faible coefficient de dilatation thermique. Avec une augmentation de sa croissance de production de 6

Corresponding author: Safia Merabet
Adress : Université Ferhat Abbas Sétif-1
E-mail: safiamerabet@yahoo.fr

à 10 % par année, le polypropylène est l'un des polymères le plus utilisés sur le marché [3].

On assiste à des changements considérables dans les propriétés des matériaux polymères de même composition, de même structure la seule distinction réside dans l'histoire thermique de chacun. Les matières plastiques sont soumises à des sollicitations aussi diverses que leurs utilisations, d'où la nécessité d'améliorer leurs propriétés par des traitements thermiques. Pour cela, différentes recherches établies par SCHOTLAND sur le polypropylène (PP) ont montré que le traitement par recuit fait augmenter ses propriétés en traction [4].

Ce travail porte sur l'étude de l'effet de la température de trempage à partir de l'état fondu jusqu'aux différentes températures au dessous et au dessus de sa température de transition vitreuse (T_g) sur les propriétés mécaniques et spectroscopiques infrarouge du polypropylène.

II. Méthodologie Expérimentale

II.1. Le polypropylène (PP) :

Le polypropylène utilisé dans nos études est un homopolymère sous forme de granulés cylindriques opaques, Il est produit par la société SI -Plast (La zone industrielle -Sétif).

Ces caractéristiques sont rassemblées dans le tableau 1 :

Tableau 1. Caractéristiques du polypropylène.

Grade	If (g/10min)	Densité (g/cm ³)
100-GB25	12,60	0,2086

II.2. Moulage par compression du polypropylène

Les films et les éprouvettes du PP ont été préparés par moulage par compression dans une presse hydraulique à plateaux de marque CARVER et de charge maximale de 25 tonnes. La mise en œuvre des divers échantillons a été réalisée dans les mêmes conditions opératoires.

La pression et le temps de maintien sous pression ont été maintenus constants durant tous les tests et sont respectivement égaux à 250 Kg/cm et 8 minutes. La température du plateau est fixée à 200 °C.

II.3. Traitement thermique

II.3.1. Trempe

Nous avons effectuée une trempe libre aux films et éprouvettes du PP à partir de l'état fondu dans un bain durant 15 minutes et aux températures de trempage: 0, 5, 10, 15, 20, 30, 40, 50, 60, 70 et 80°C, suivi par un refroidissement à l'air libre

jusqu'à température ambiante. Le volume d'eau utilisé dans le bain est constant pour les différentes températures de trempage.

II. 4. Spectroscopie infra rouge

L'Infrarouge à Transformée de Fourier (IRFT) est une méthode basée sur l'exploitation des bandes de vibrations caractéristiques des groupements carbonyles. Les spectres sont réalisés sur des films de polymère de quelques dizaines de microns d'épaisseur.

Certains auteurs semblent que la méthode par IRTF soit plus satisfaisante parmi les autres méthodes de caractérisation connues, car elle implique une possibilité d'erreur expérimentale moindre. Cependant, elle nécessite un étalonnage rigoureux et fiable [5].

Les spectres infrarouges ont été enregistrés sous forme de film préparés par moulage par compression avec un spectrophotomètre Perkin-Elmer dans la gamme (4000-400 cm⁻¹).

II.5. Essai de dureté « Shore D »

Ce test est utilisé pour les échantillons destinés à évaluer le champ des contraintes thermiques et pour ceux destinés à l'étude de l'effet du traitement thermique. La méthode utilisée dans cette essai est la méthode Shore D, conçue pour les matériaux durs, de dimensions (50×50×1mm³) (50×50×2mm³) (50×50×3mm³) selon la norme ISO/869. La charge appliquée sur l'échantillon est de 5kg. Après avoir placé l'échantillon sous l'aiguille du duromètre, la charge est appliquée. La valeur de la dureté n'est lue qu'après la stabilisation de l'aiguille dans la matière. Les résultats sont donnés par la moyenne de cinq valeurs ainsi obtenues.

III. Résultats et discussions

III.1. Caractérisation spectroscopique

L'étude des spectres Infrarouge des films traités à différentes conditions a permis de mettre en évidence l'effet de la température de trempage sur la phase cristalline.

A partir de spectre du polypropylène non traité représente dans la figure 1 les principales bandes d'absorption infrarouge sont :

L'apparition d'un large pic dans la région (3011-2780cm⁻¹), ce pic indique l'allongement asymétrique de groupement (CH₃) de la phase cristalline et amorphe.

1490-1436 cm^{-1} : vibration de groupement éthylénique (CH_2) de la phase amorphe.

1394 -1349 cm^{-1} : vibration de groupement (CH_3) de la phase amorphe.

1303 cm^{-1} : qui indique la torsion de groupement éthylénique de la phase cristalline.

1167 cm^{-1} : indique le balancement de groupement méthylénique (CH_2) de la phase cristalline.

1000 cm^{-1} : ce pic indique les vibrations des groupements (C-C , CH_2 , CH_3) de la phase cristalline.

Dans la région 973 cm^{-1} ce pic indique la rotation de groupement (CH_3) de la phase cristalline et amorphe.

L'apparition d'un pic dans la région 843 cm^{-1} qui indique les vibrations des groupements (C-C , CH_2 , CH_3) de la phase cristalline.

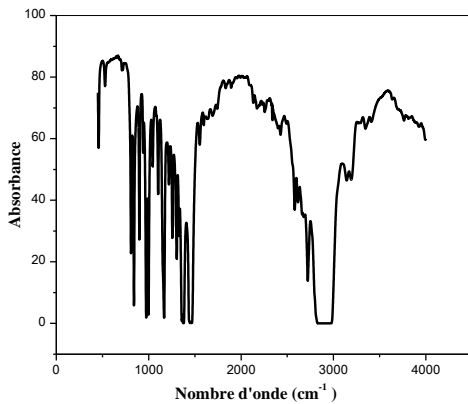


Fig. 1 Le spectre infrarouge du PP non traité

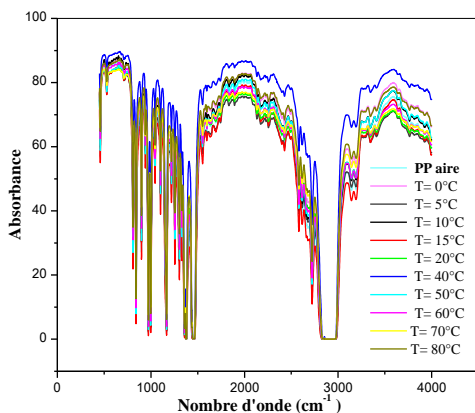


Fig. 2 Spectres infrarouge des films du PP trempé à l'air et dans l'eau à différentes températures.

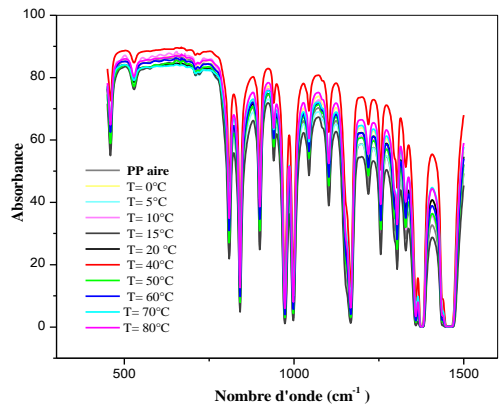


Fig. 3 Spectres infrarouges dans la gamme 400 -1500 cm^{-1} des films du PP trempé à l'air et dans l'eau à différentes températures.

Les spectres infrarouges des films du polypropylène trempé dans l'air et à différentes températures sont représentées sur les figures 2 et 3.

Des études ont été effectuées sur le polypropylène, les résultats trouvés supposent que le pic à 997 cm^{-1} est sensible à la cristallinité [4].

Ces spectres montrent que dans la zone des empreintes digitales, on constate que l'intensité des pics communs de chaque spectre passe par un maxima à température de trempé 40°C. On constate aussi que les intensités des pics correspondant aux régions cristallins (998 cm^{-1}) augmentent ; alors que les pics correspondant aux régions amorphes (971 cm^{-1}) diminuent (Fig. 3).

Donc on peut dire que la trempé à 40°C correspond à la plus grande phase cristalline.

Dans la zone des groupements fonctionnels qui correspond au spectre dans la gamme 2500-3500 cm^{-1} (Fig. 4).

Dans ce cas les pics caractéristiques du polypropylène trempé à différentes températures sont attribués à la vibration d'élongation asymétrique (CH_3) de la phase cristalline et amorphe ainsi qu' une large pic dans la région (2827 -2984) cm^{-1} .

Cette figure montre aussi une grande intensité à la température de trempé égale 50°C.

Ces résultats montrent que les conditions de trempé du polypropylène ont donc une influence importante sur la valeur de la rigidité.

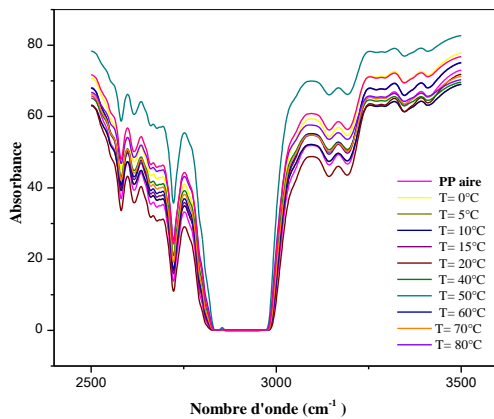


Fig. 4. Spectres infrarouge dans la gamme 2500 -3500cm⁻¹ des films du PP trempé à l'air et dans l'eau à différentes températures.

En effet, la relaxation structurale des chaînes et la densification causée par l'augmentation de la cristallinité modifient la rigidité du polypropylène.

III.2. Essai de la dureté Shore D

La dureté est une caractéristique qui dépend beaucoup du module d'élasticité. Elle varie dans le même sens, car elle dépend de la rigidité et de la densité du matériau [6].

Plusieurs études ont montré que le traitement thermique peut affecter la dureté du matériau.

La variation de la dureté Shore D en fonction de la température de trempé du PP est présentée dans la Figure 5 .

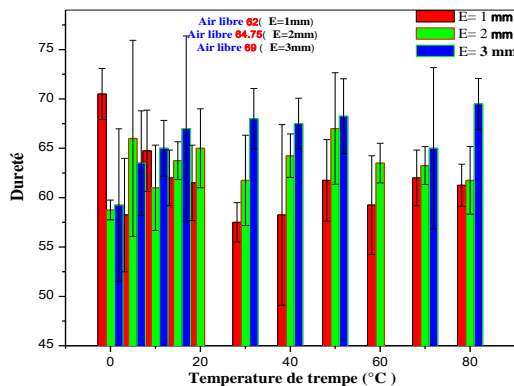


Fig. 5 Variation de la dureté Shore D du PP en fonction de la température de trempé.

A partir de cette figure, nous pouvons constater que les valeurs de la dureté passent par des maxima à la température de trempé de 0°C 50°C et 80°C pour les échantillons d'épaisseur E=1 mm, E=2mm et E=3mm.

A la température de trempé de 30°C et l'épaisseur E=1mm, la valeur de la dureté est minimale. Cela induit une augmentation du volume libre ce qui fait diminuer la dureté et par conséquent une faible densité. Il a aussi été rapporté que le volume libre est gouverné par deux effets : la vitesse de refroidissement et les contraintes thermiques.

IV. Conclusions

Un polymères semi cristallin de microstructure connu peut présenter des comportements différents par trempé .Il s'agit alors d'intégrer tous les facteurs de la structure multi – échelle de ces matériaux semi – cristallins pour contribuer au meilleur choix des conditions de traitement thermique pour la prévention de la défaillance de ces structures et dès lors, il est nécessaire que leurs caractéristiques et leur évolution dans le temps soient connues afin d'assurer leur performance adéquate dans ces nouvelles applications.

L'étude de l'effet de la température de trempé a partir de l'état fondu sur les propriétés spectroscopiques infrarouge et les propriétés mécaniques du polypropylène (PP) nous a permis d'arriver aux résultats suivants :

- Dans la zone des empreintes digitales les films du polypropylène trempé à température 40°C possède la maximum intensité.

- La trempé à 40°C correspond à la plus grande phase cristalline .cela peut être lié aux différentes contraintes d'origine structurale qui font augmenter le taux de cristallinité.

- Dans la zone des groupements fonctionnels la seule vibration observée est attribué à la vibration d'élongation asymétrique CH₃.

- Les résultats spectroscopiques infrarouges montrent que ces changements dans l'intensité de ces pics peuvent être liés à l'existence d'un mode de relaxation localisé autour de cette température.

- Les échantillons d'épaisseur 3mm est plus rigides que les échantillons d'épaisseur 1 et 2 mm

- les valeurs de la dureté les plus grandes sont obtenues à la température de trempe de 50°C et 80°C .
- Les valeurs les plus petites de la dureté est obtenue à la température de trempe égale 30°C .

Références

- [1] G. Guero , *Eude du vieillissement physique et chimique du polypropylène*, Mémoire à l'obtention de la maîtrise en génie mécanique, Montréal Ecole de technologie supérieure université du Québec, 2006,116p.
- [2] Ch. El mazry, *Durabilité de produits innovants de robinetterie en polyamide 6,6*, thèse de doctorat, Paris : Université paris, 2013 ,234p.
- [3]M. Gahleitner, et al, Post-Crystallization and physical aging of poly propylene: Material and processing effects. *Journal of Macromolecular Science Physics* 8 (2002)833-849.
- [4] L. Latreche, *Contribution a l'étude des contraintes thermiques dans le cas des polymères semi- cristallins polyéthylène haute densité, polypropylène, polyoxymethylene et polyéthylène téréphtalate et de leurs effet sur les propriétés mécaniques, thermiques, physiques et morphologiques* , Mémoire de magister .Sétif : Université Ferhat Abbes ,2009 ,126 p.
- [5]A. Colbeaux, *Comptabilisation De Mélanges Polypropylène/Polyéthylène Par Extrusion Réactive. Thèse de Doctorat Matériaux*. Lyon: L'Institut National des Sciences Appliquées, 2001, 340p.
- [6] D. Dadache, *Effet de l'histoire thermique sur les propriétés mécaniques, thermiques et optique du polycarbonate* .Génie des polymères, Mémoire de Magister : Université Ferhat Abbas de Sétif, Algérie, 2002, 93 p .